



Consultation n°202522101540

CAHIER DES CLAUSES TECHNIQUES PARTICULIÈRES (CCTP)

Intitulé du marché :

FOURNITURE D'UN DIFFRACTOMETRE AUX ELECTRONS

Laboratoire bénéficiaire des prestations

Institut Michel Eugène Chevreul

(IMEC — FR2638, CNRS | Université de Lille | Université d'Artois | Centrale Lille | INRAe).

Université de Lille, Cité scientifique, Av Paul Langevin, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

————— Le présent C.C.T.P. comporte **10** feuillets numérotés de 1 à 10 —————



Table des matières

1.	Présentation du projet	3
1.1	Objet du marché.....	3
1.2	Contexte de l'achat	3
2.	Descriptif des spécifications générales et techniques.....	5
2.1	Radioprotection.....	5
2.2	Source d'électrons.....	5
2.3	Système de détection.....	5
2.4	Goniomètre	6
2.5	Environnement échantillon	6
2.6	Poste de contrôle et logiciels de pilotage, acquisition et traitement des données	6
3.	Admission de l'équipement	7
3.1	Réception et installation sur site	7
3.2	Formation.....	9
4.	Garantie et maintenance du système	9
4.1	Garantie du diffractomètre 3DED.....	9
5.	Prestations supplémentaires.....	9



1. Présentation du projet

1.1 Objet du marché

Le présent marché a pour objet de sélectionner un fournisseur en charge de la fourniture et installation d'un diffractomètre aux électrons (cet appareil sera ci-après dénommé diffractomètre 3DED).

La description technique de l'équipement est donnée à la suite de ce document.

1.2 Contexte de l'achat

L'Institut Michel-Eugène Chevreul est une Fédération de Recherche CNRS (FR2638) regroupant trois Unités Mixtes de Recherche (UCCS UMR8181, UMET UMR8207 et LASIRE UMR8516) et une Unité de Services et de Recherche (MSAP USR3290). Ces unités sont situées en région Hauts-de-France et travaillent dans le domaine de la Chimie et des Matériaux. L'Institut est porté par cinq tutelles (Universités de Lille, Université d'Artois, Centrale Lille, CNRS et INRAE). L'Institut Chevreul dispose d'une plateforme de caractérisation avancée ainsi que d'une plateforme technologique d'ingénierie pour la chimie et les matériaux ouvertes à la recherche académique et partenariale. Plus d'informations sont disponibles sur le site internet de l'institut : <https://chevreul.univ-lille.fr/>

L'Institut Michel-Eugène Chevreul, Fédération de Recherche CNRS 2638, joue un rôle important de structuration et de promotion du secteur Chimie et Matériaux de l'Université de Lille, accroissant ainsi notablement la visibilité de celui-ci tant aux plans régional, national qu'international. À ce titre, l'institut est porteur du projet CHEMACT (Chimie et Matériaux à la croisée des Transitions) qui a été retenu et subventionné dans le cadre du Contrat de Plan État-Région (CPER) 2021-2027. C'est un projet structurant qui est centré sur le périmètre des laboratoires de l'Institut (UCCS, UMET, LASIRE) et en collaboration avec les laboratoires GEMTEX et CéraMaths. Le projet CHEMACT se décline en six axes de travail dont trois dédiés à la thématique « Chimie-Matériaux » (synthèses, procédés et transformations, recyclage) et trois axes transversaux portant sur la modélisation, les équipements et développements méthodologiques en caractérisation avancée. Pour en savoir plus sur le projet



CHEMACT, visitez le site dédié : <https://chemact.univ-lille.fr>

Dans le cadre de l'axe 5 du projet CHEMACT portant sur l'acquisition d'équipements différenciants, à la pointe de l'état de l'art, destinés à la plateforme de caractérisation avancée du site, et favorisant ainsi le développement de projets scientifiques de haut niveau, l'Institut Michel-Eugène Chevreul souhaite se doter d'un diffractomètre aux électrons. Le projet CHEMACT est soutenu par le Conseil Régional des Hauts de France, la Métropole Européenne de Lille (MEL), le Ministère de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche et de l'Innovation, le CNRS ainsi que l'Union Européenne via le FEDER (Fonds Européen de Développement Economique et Régional). Cet appareil viendra compléter les installations déjà présentes dans la Plateforme de Caractérisation Avancée, partagé entre le *Pôle diffraction et diffusion des rayons X (PD2RX)* et le *Pôle de Microscopie Electronique de Lille (PMEL)*.

De plus, ce projet vise à contribuer à l'établissement d'un service national de diffraction par électrons en mode tridimensionnel (3DED). Depuis seulement quatre ans, des équipementiers commercialisent ce type de diffractomètre, mais leur adoption mondiale reste limitée : seulement une vingtaine d'instruments ont été acquis à ce jour, aucun en France. À l'international, l'Angleterre a mis en place un service dédié à la diffraction 3DED depuis un an et demi, démontrant l'intérêt croissant pour cette technologie. En France, c'est le réseau *JAÉCIPROCS* – regroupant chercheurs et ingénieurs spécialisés en cristallographie structurale et affiliés à la plateforme réseau de la MITI (Mission pour les Initiatives Transverses et Interdisciplinaires) du CNRS – qui a identifié, grâce à une veille scientifique approfondie, le besoin de développer un service 3DED national. L'installation de ce service est stratégique pour maintenir la compétitivité scientifique de la France dans des domaines clés tels que les sciences des matériaux, la pharmacologie, la biologie, la physique et les géosciences. Mais au-delà de la recherche fondamentale, cette technologie ouvre la voie à une transformation des processus industriels, en optimisant la conception et la fabrication de nouveaux matériaux, en accélérant le développement de principes actifs pharmaceutiques et en renforçant l'innovation dans une industrie plus performante, durable et digitalisée.

La maîtrise de ces diffractomètres requiert des compétences interdisciplinaires en cristallographie, microscopie et traitement dynamique des données 3DED. Ces expertises, rares en France, sont réunies au sein de l'Institut Chevreul (à travers les expertises complémentaires des pôles D2RX et microscopie électronique), rendant le site lillois, avec celui du CRISMAT de Caen en Normandie, un site idéal pour l'implantation de cette plateforme nationale.

2. Descriptif des spécifications générales et techniques

La liste des principaux éléments constitutifs de l'équipement 3DED est détaillée dans les paragraphes suivants. Les spécifications techniques listées devront obligatoirement équiper le système dans l'offre de base qui devra respecter les caractéristiques minimales exigées.

2.1 Radioprotection

L'appareil devra répondre aux normes de radioprotection en vigueur en France au moment de l'installation. Une enceinte autoprotégée permettra au 3DED d'être installé dans une zone publique au sens de la radioprotection.

2.2 Source d'électrons

La source d'électrons proposée permettra d'obtenir un faisceau **parallèle ou convergent** avec une tension d'accélération variant *a minima* entre **80 kV et 200 kV (longueur d'onde entre 0,0418 et 0,0251 Å)**. La tension de travail habituelle sera comprise entre **150 et 200 kV**.

La source ne doit en aucun cas nécessiter une intervention manuelle de la part des utilisateurs.

La taille finale du diamètre du faisceau sur l'échantillon doit être variable et inférieure à **2000 nm**, adaptée à la taille de la sphère de confusion du goniomètre (voir chapitre 2.4).

2.3 Système de détection

Un détecteur de type hybride pixel permettant des gammes dynamiques les plus étendues possibles sera proposé (faible bruit de fond, temps de lecture rapide, haute dynamique de comptage).

Le système de détection permettra des acquisitions en mode diffraction et image (basse résolution pour la visualisation de l'échantillon). Le système de détection proposé permettra d'atteindre des paramètres de maille d'au minimum 100 Å.

Un système de détection de type EDS permettra l'analyse chimique des échantillons (détection au minimum du Be).



2.4 Goniomètre

Le système proposé par le commissionnaire intégrera un goniomètre permettant des mesures de diffraction en mode rotation continue. Des vitesses de rotation élevées seront accessibles ($>2^\circ/\text{s}$) pour minimiser le temps de mesures et diminuer la dose reçue par l'échantillon. Dans le mode de mesure « classique » (i.e à T ambiante ou à basse T) le domaine angulaire devra être au minimum de 160° . Le goniomètre permettra de sélectionner les échantillons en ajustant la position en x, y et z.

La possibilité d'introduire plusieurs grilles sur un même porte-échantillons sera appréciée.

La taille de la sphère de confusion la plus faible possible sera également privilégiée et en tout état de cause **inférieure à 1000 nm**.

Le dispositif fourni dans l'offre de base permettra des mesures de l'ambiante jusqu'à 100K.

2.5 Environnement échantillon

Une boîte à gants et un porte-objet dédié permettant le transfert d'échantillons sensibles à l'air et/ou à l'humidité, sous atmosphère inerte seront proposés par le soumissionnaire.

De plus, pour la protection des échantillons sensibles au vide et/ou au faisceau d'électrons, un système de cryo-plongée sera fourni.

2.6 Poste de contrôle et logiciels de pilotage, acquisition et traitement des données

Un ordinateur et au minimum un écran seront fournis pour piloter le système 3DED (la possibilité de déporter le pilotage du système de mesure en tant que tel sera appréciée).

L'ensemble des logiciels discutés ci-dessous seront fournis et installés sur l'ordinateur pour permettre :

- Le contrôle de la position des échantillons motorisés ;
- Le contrôle de la source d'électrons ;
- Le contrôle des systèmes de détection ;
- Les logiciels incluront des sécurités pour l'instrument.



Le réglage des paramètres d'acquisition pour l'enregistrement des données doit être entièrement piloté par le logiciel de commandes fourni par le soumissionnaire. Un protocole détaillé des différentes étapes à suivre doit être fourni par le soumissionnaire. Le système doit permettre de basculer facilement du mode image au mode diffraction. Un système de suivi des échantillons doit être implémenté (sélection, repérage et enregistrement automatique d'une liste d'échantillons présélectionnés). Pour les porte-échantillons à positions multiples, le logiciel de commande devra permettre la programmation préalable des paramètres d'acquisition. L'acquisition des données devra ensuite s'effectuer de manière entièrement automatique, sans intervention de l'utilisateur une fois le processus lancé (le diffractomètre 3DED devra ainsi permettre des enregistrements en continu, notamment durant la nuit ou le week-end). Le système de quantification EDS doit également être pilotable par le logiciel.

Un logiciel d'intégration des données doit être fourni par le soumissionnaire. Il devra inclure la possibilité d'exporter des données utilisables pour la résolution et l'affinement des structures dans une approche cinématique et dynamique.

Le système de mesure doit permettre d'exporter des images utilisables dans le logiciel open access PETS (Palatinus, L.; Brázda, P.; Jelínek, M.; Hrdá, J.; Steciuk, G.; Klementová, M. Specifics of the Data. Processing of Precession Electron Diffraction Tomography Data and Their Implementation in the Program PETS2.0. Acta Crystallogr. Sect. B Struct. Sci. Cryst. Eng. Mater. 2019, 75, 512–522).

3. Admission de l'équipement

3.1 Réception et installation sur site

L'instrument devra être livré et installé par le soumissionnaire dans la salle C1.2.1 du bâtiment Chevreul sur le Campus Universitaire de Villeneuve d'Ascq qui dispose d'un volume utile de **6,7 × 6,72 × 5 m³** dont 3,85x6,72 m² seront occupés par le 3DED incluant l'équipement et son poste de pilotage. Le soumissionnaire devra vérifier au préalable que cet espace soit adapté à sa proposition (y compris les exigences d'espace pour la maintenance). Une galerie technique jouxtant la pièce est accessible ; un tableau électrique compatible avec l'installation d'un microscope électronique est disponible.



La porte d'accès minimale mesure 150 cm de large et 250 cm de hauteur. Le diffractomètre 3DED doit pouvoir être acheminé et installé en respectant ces dimensions. Une visite en amont de la salle C1.2.1 du bâtiment Chevreul est possible afin que le soumissionnaire puisse vérifier que son instrument est conforme aux dimensions de la porte et dispose de l'espace nécessaire pour être installé correctement.

L'alimentation électrique du bâtiment Chevreul du Campus Universitaire de Villeneuve d'Ascq est assurée par un réseau triphasé de 380V. Si le diffractomètre 3DED nécessite une alimentation différente, le fournisseur devra proposer des solutions techniques permettant son adaptation au réseau disponible. **Les frais éventuels pour cette adaptation ne sont pas à la charge du soumissionnaire.**

Le sol de la salle C1.2.1 du bâtiment Chevreul peut supporter une charge maximale de 1 000 kg/m². Si le diffractomètre 3DED dépasse cette limite, le fournisseur devra proposer des solutions techniques permettant son installation en toute sécurité. **Les coûts éventuels liés à ces adaptations ne sont pas à la charge du soumissionnaire.**

Dans le cas où le système nécessiterait un chiller pour le refroidissement de la source d'électrons, celui-ci sera préférentiellement installé dans une pièce distincte. Il conviendra de prévoir des câbles d'une longueur appropriée afin d'assurer une connexion fiable entre le système principal et cet équipement. La station de contrôle (l'ordinateur) pourra être installée dans la même pièce que le système principal si la taille de la pièce le permet (voir dimensions de la pièce ci-dessus), mais un système « double », déporté, sera apprécié.

Enfin, le soumissionnaire devra également fournir la liste des installations nécessaires au bon fonctionnement de l'instrument, telles que la nature et la qualité des fluides dès la commande.

À la réception sur site, l'instrument sera inspecté pour s'assurer qu'il n'est pas endommagé. Il sera installé et mis en service par le personnel qualifié du soumissionnaire. Après l'installation et la mise en service, un test de réception sur site sera effectué par le soumissionnaire. La fonctionnalité de tous les composants de l'installation sera vérifiée. Les performances spécifiées de tous les composants de l'installation sur des échantillons tests appropriés fournis par le soumissionnaire seront vérifiées. Le rapport contenant les descriptifs détaillés et les résultats du test, ainsi que les conclusions seront établis par le soumissionnaire. La présence et la qualité de la documentation fournie seront vérifiées.



3.2 Formation

Lors de l'installation du diffractomètre, une première formation de prise en main et de maintenance de premier niveau d'au moins une journée pour 3 personnes minimum est demandée.

Une formation plus approfondie concernant la maîtrise des logiciels de pilotage et de traitement des données de 3 jours minimum (5 personnes) sera dispensée sur site 2 mois après l'installation.

4. Garantie et maintenance du système

4.1 Garantie du diffractomètre 3DED

Le soumissionnaire devra proposer une garantie d'une durée minimale de deux (2) ans. Elle devra inclure toutes les pièces, les logiciels, la main d'œuvre et les frais de déplacement. La disponibilité des pièces de rechange et électroniques sera garantie pour une période minimale de dix (10) ans. Le soumissionnaire devra également proposer la mise à jour gratuite de la suite logicielle pour une période minimale de dix (10) ans.

4.2 Service après-vente & maintenance

À titre informatif, et pour la période au-delà de la garantie, le constructeur présentera ses solutions de contrat d'entretien en formulant leur contenu en termes : financier, nombre de visites (curatives et préventives), équipements pris en charge. Le coût des visites hors contrat sera également précisé.

5. Prestations supplémentaires

Des prestations supplémentaires éventuelles (PSE) obligatoires et facultatives sont demandées :

- PSE n°1 **obligatoire** : Licence permanente pour utilisation commerciale du logiciel JANA2020 couvrant le brevet US12072305B2 portant sur la détermination de la structure absolue de petites molécules ;



- PSE n°2 **obligatoire** : le soumissionnaire devra proposer un contrat de maintenance d'une durée totale de trois (3) ans à compter de la date d'admission définitive de l'équipement. Ce contrat de maintenance de premier niveau devra inclure *a minima* une (1) visite préventive annuelle et deux (2) visites curatives annuelles ; si elles ne sont pas utilisées, les deux visites curatives annuelles pourront être converties en visites préventives, voire reportées à l'année suivante ;
- PSE n°3 **obligatoire** : le soumissionnaire devra proposer un contrat de maintenance d'une durée totale de cinq (5) ans à compter de la date d'admission définitive de l'équipement. Ce contrat de maintenance de premier niveau devra inclure *a minima* une (1) visite préventive annuelle et deux (2) visites curatives annuelles ; si elles ne sont pas utilisées, les deux visites curatives annuelles pourront être converties en visites préventives, voire reportées à l'année suivante ;
- PSE n°4 facultative : porte échantillon permettant des mesures à haute température ($T_{max} = 800^{\circ}\text{C}$).