



**CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**  
Délégation Centre Limousin Poitou Charente

**OBJET : Acquisition d'un perméamètre 500°C-500bar**

**CAHIER DES CLAUSES TECHNIQUES PARTICULIÈRES  
(C.C.T.P)**

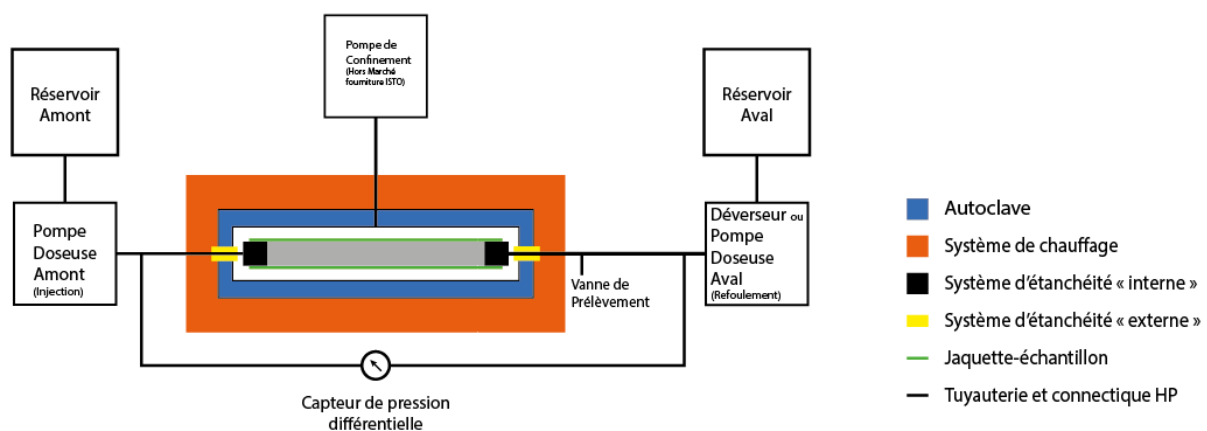
**Procédure n° 2026-33**

## 1. Objet de la consultation

L'institut des Sciences de la Terre d'Orléans souhaite acquérir un équipement permettant de réaliser des mesures de perméabilité en continu sur de longues durées (1 mois) dans la gamme  $10^{-12}$  à  $10^{-18}$  m<sup>2</sup> sur des carottes de roches naturelles à des pressions et températures maximales de 500 bar et 500°C. La taille standard de l'échantillon sera de 3 pouces (76,2 mm) de long et de 1,5 pouces (38,1 mm) de diamètre. L'instrument devra permettre l'utilisation de fluides aqueux agressifs (acides, bases).

**NB : Les conditions générales de vente du Titulaire ne sont pas applicables.**

## 2. Principe des expériences et caractéristiques de l'équipement souhaité



*Schéma de principe de l'instrument.*

Au sein d'un autoclave (500 bar) placé dans un système chauffant (500°C), un échantillon cylindrique placé dans une jaquette de faible épaisseur est soumis à une pression de confinement ( $P_c = 500$  bar max.) générée par une pompe hydraulique (fourniture ISTO). A chaque extrémité de l'échantillon, un système d'étanchéité permet d'isoler l'échantillon du fluide (eau) de confinement. Afin de générer une circulation de fluides au sein de l'échantillon, le système d'étanchéité amont est relié à une pompe doseuse tandis que le système aval est relié à un déverseur haute pression ou une seconde pompe doseuse de manière à ce que  $P_c > P_{\text{amont}} > P_{\text{aval}}$ . La pression différentielle créée entre la pression amont et la pression aval est monitorée par un capteur de pression différentielle. Des réservoirs permettent de re-remplir la pompe amont vider et de recueillir le liquide sortant du déverseur (ou de vider la pompe aval). Une vanne de prélèvement placée au plus près de la zone chaude doit permettre de prélever le fluide sortant de l'échantillon afin d'en contrôler ponctuellement la chimie.

## **2.1. Jaquette échantillon**

La nature et l'épaisseur de la jaquette devra permettre de transmettre la pression de confinement à l'échantillon. Elle devrait être suffisamment souple pour mouler l'échantillon et ainsi empêcher la circulation de fluide entre l'échantillon et la jaquette. Le fluide doit circuler au sein de l'échantillon. Elle devra être inerte chimiquement vis-à-vis de l'échantillon (roche silicatée) et des fluides percolant à travers ce dernier.

Plusieurs natures de jaquettes peuvent être envisagées en fonction des conditions de température d'expérience (ex : < 250-300°C : polymères, élastomères; > 250-300°C : gaine métallique de fine épaisseur).

La jaquette échantillon est de fait considérée comme un consommable.

## **2.2. Système d'étanchéité « interne »**

A chaque extrémité de l'échantillon, un système d'étanchéité « interne » permettra d'isoler l'échantillon du fluide de confinement et de se connecter à une des pompes doseuses. Il devra être :

- réalisé dans un matériau résistant aux conditions de température et de pression.
- chimiquement inerte vis-à-vis des fluides agressifs (acides-bases) circulant au sein de l'échantillon.
- muni d'un diffuseur permettant de répartir le fluide sur toute la surface circulaire de l'échantillon.

Ce CCTP porte uniquement sur les jaquettes et le système d'étanchéité destinés aux expériences à basse température (inférieures à 250–300 °C). Cependant, la conception de l'appareil devra prévoir, dès à présent, la possibilité d'intégrer ultérieurement le système d'étanchéité et les jaquettes adaptés aux hautes températures. Ces éléments feront l'objet d'une tranche optionnelle, détaillée au paragraphe 4.1.

## **2.3. Système d'étanchéité « externe »**

A chaque extrémité de l'autoclave, un système d'étanchéité dit externe permettra d'alimenter en fluide l'échantillon sous pression. Les températures des fluides pénétrant et sortant de l'échantillon devront être monitorées au plus près des extrémités de l'échantillon.

Notez qu'un seul et même montage peut réaliser les fonctions cumulées d'un système d'étanchéité interne + externe ; à condition que cela n'impose pas une longueur d'échantillon trop stricte. En effet, il faut prendre en considération que la longueur des échantillons pourra varier de quelques millimètres en fonction des conditions de pression et de température et ceci de manière non reproductible d'une expérience à l'autre en fonction de la nature de l'échantillon.

## 2.4. Autoclave

L'autoclave permettra de travailler jusqu'à 500 bar ( $P_{\min} = 10$  bar) à 500°C ( $T_{\min} = 25^{\circ}\text{C}$ ). Il sera pressurisé à l'eau pure mais notez que d'éventuelles fuites du système de circulation des fluides seront susceptibles d'amener des acides et bases forts au contact de ce dernier.

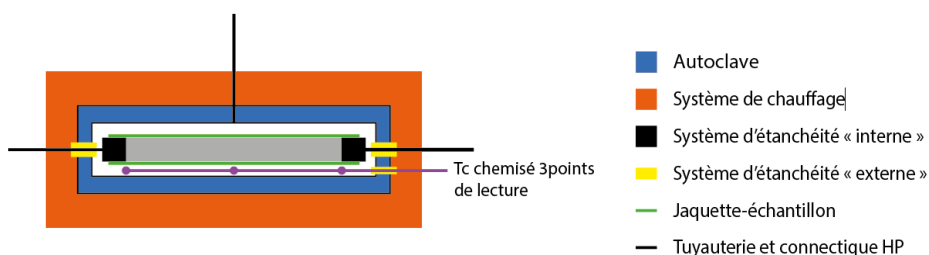
Il sera conforme aux normes CE (DESP).

L'autoclave disposera :

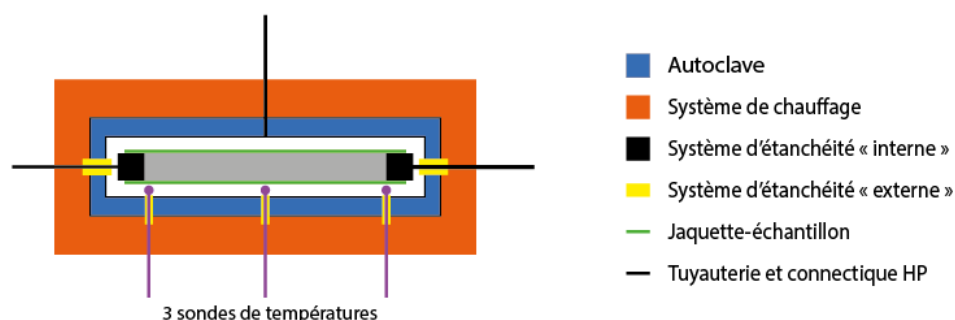
- d'une connectique HP 1/4' pour la pression de confinement.
- d'une ou plusieurs connectique HP permettant de contrôler la température en 3 points (2 extrémités + milieu de l'échantillon) au sein de l'enceinte de pression.
- D'une sonde de température 3 points ou de 3 sondes de température.

Ces 2 derniers points relèvent de la nécessité de s'assurer de la température réelle de l'échantillon et de l'absence de gradient le long de ce dernier. Plusieurs systèmes peuvent être envisagés :

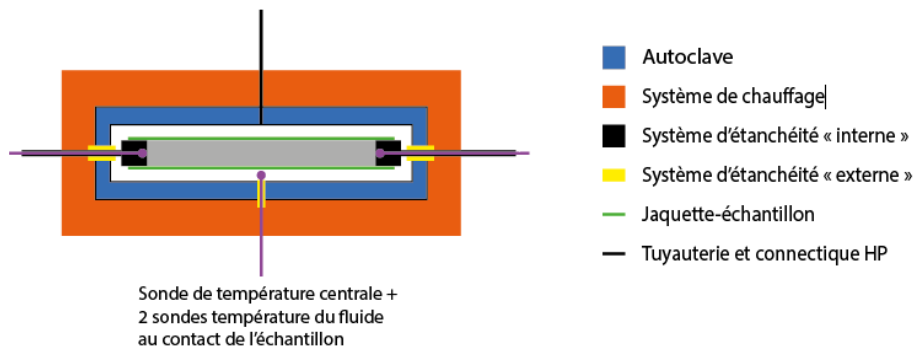
- Thermocouple chemisé 3 points de lecture :



- 3 thermocouples le long de l'échantillon :



- Si la condition « Les températures des fluides pénétrant et sortant de l'échantillon devront être monitorées au plus près des extrémités de l'échantillon. » du §2.3 sont satisfaites directement au contact de l'échantillon, un seul point de lecture situé au centre sera nécessaire :



- Toute solution permettant de s'assurer de la température réelle de l'échantillon et de l'absence de gradient.

## 2.5. *Système de chauffage*

Le système de chauffage de type résistif permettra d'atteindre 500°C ( $T_{\min} = 25^{\circ}\text{C}$ ) au niveau de l'échantillon. Il pourra si nécessaire disposer de plusieurs zones de chauffe afin d'assurer une température homogène sur tout l'échantillon. Il disposera au moins d'un capteur de température par zone de chauffe. La régulation de type PID sera assurée par un automate. Des protections préviendront les utilisateurs d'éventuelles brûlures.

## 2.6. *Tuyauterie et connectique haute pression*

La tuyauterie et la connectique haute pression sera de type  $\frac{1}{4}$ ', adaptée aux pressions et températures de service. Elle devra être compatible avec l'utilisation de fluides corrosifs (acides et bases forts).

En plus d'éventuels sécurités « logiciel », la sécurité « pression » de l'ensemble sera assurée par 3 disques de rupture :

- Pour la pression de confinement
- Sur le circuit fluide amont
- Sur le circuit fluide aval

## 2.7. *Vanne de prélèvement*

La vanne de prélèvement sera située au plus proche de la sortie de l'autoclave afin de permettre le prélèvement du fluide à une température la plus proche possible de celle de l'échantillon. Elle devra être compatible avec l'utilisation de fluides corrosifs (acides et bases forts).

## 2.8. *Piquages pour Capteur de pression différentielle*

Des piquages seront prévus afin d'installer un capteur de pression différentielle. La fourniture du capteur n'est pas comprise dans l'offre de base mais en tranche optionnelle (§4.2).

## **2.9. Pompe doseuse amont**

La pompe doseuse compatible avec l'utilisation de fluides corrosifs (acides et bases forts) pourra être asservie en pression ou en débit. Ses caractéristiques minimales seront les suivantes :

- Pression de service minimum : 2 bar absolu
- Pression de service maximum : 350 bar min. idéalement 500 bar
- Capteur de pression : adapté à la pression de service avec précision  $\pm 0.1\%$  FS
- Débit : 0.1  $\mu\text{L}/\text{min}$  à 100 mL  $\pm 0.1\%$  du point de consigne
- Volume utile : 200 mL min.
- Elles seront équipées de vannes électro-pneumatiques permettant leur remplissage ou leur vidange depuis les réservoirs ; tout en isolant l'échantillon durant ces phases de remplissage/vidange.
- Le corps de la pompe et ses systèmes d'étanchéité seront compatibles avec une chauffe maximale de 100 °C

La pompe doseuse sera contrôlée via un automate permettant de fixer :

- Le mode de régulation : Pression ou Débit
- Le point de consigne
- De modifier aisément les PID
- De gérer les phases de remplissage et vidange de manière automatisée

## **2.10. Déverseur**

L'offre de base comprendra un déverseur (P max. égale à celle de la pompe doseuse amont) permettant de régler la pression de fluide aval. Le déverseur sera en inox. Les parties sensibles (pointeau, siège, ...) pourront éventuellement être en Hastelloy de manière à augmenter sa durée de vie (problème de compatibilité de l'inox avec les acides et les bases).

Le déverseur sera connecté au réservoir aval qui recueillera les fluides qui en sortent.

## **2.11. Réservoirs amont et aval**

Les réservoirs amont et aval auront les caractéristiques suivantes :

- Capacité minimale : 5 L
- Equipés d'une purge
- Compatibles avec les fluides agressifs (acides et bases forts)
- Facilement nettoyables

- Compatibles avec une température de fluide maximale de 100°C
- Permettre l'introduction aisée d'une résistance chauffante par immersion et/ou d'un agitateur
- Etre facilement accessible pour permettre leur recharge et/ou vidange

### **2.12. Pilotage et acquisition**

Le pilotage de l'installation sera réalisé par un ou plusieurs automates (ou programmeur) reliés à un PC fourni par l'ISTO. Un logiciel de supervision et d'enregistrement des données programmé en Labview (ou éventuellement un logiciel libre de droit) permettra :

- De fixer le mode de fonctionnement (pression ou débit).
- De fixer les différents consignes (pompes doseuses, température, PID...).
- D'afficher sous formes de courbes les différentes données de l'expérience (pressions, température, débit, ...) et de les enregistrées.
- Les données seront stockées sous une forme qui permettra leur lecture et exploitation au cours de l'expérience (stockage direct sous forme de fichier txt, csv ou autre mais pas d'utilisation de mémoire tampon).
- De visualiser la course de la pompe doseuse.
- De gérer de manière automatique ou manuelle les phases de remplissage/vidange de la pompe doseuse. Un synoptique permettra de visualiser (et d'actionner en cas de fonctionnement en manuel) l'état des vannes électro-pneumatiques.
- De fixer des alarmes sur les températures, pressions et débits. Un premier seuil d'alarme déclenchera une alerte sonore tandis que le second seuil déclenchera un scénario automatisé de mise en sécurité de l'installation.
- De calculer de manière automatique selon la loi de Darcy, la perméabilité « moyenne » sur une durée déterminée par l'utilisateur de l'échantillon en fonction de ses caractéristiques géométriques.
- Le logiciel de pilotage sera fourni en version exécutable et sous forme non compilée afin de pouvoir être modifié ultérieurement.

Le système de pilotage reprendra l'asservissement de la pompe de confinement (hors marché) dont tous les paramètres d'interfaçage seront fournis par l'acquéreur.

Le système de pilotage et d'acquisition sera dimensionné pour permettre l'installation future de toutes les options prévues au paragraphe 4 ; même si ces dernières n'étaient pas retenues dans un premier temps. Les éventuelles cartes d'acquisition et de pilotage supplémentaires nécessaires au pilotage des options seront chiffrées avec ces dernières (voir §4).

### **2.13. Châssis :**

Les différents éléments (autoclave, système de chauffage, pompes doseuses, réservoirs, ...) seront regroupés dans un châssis faisant office d'organe de protection en cas de défaillance (rupture) d'un des organes haute pression et de protection contre les risques de brûlure.

Le synoptique de l'installation sera affiché en face avant.

Un coffret électrique regroupera tous les éléments de puissance, de contrôle et d'asservissement. Il pourra être intégré au châssis ou déporté.

L'ordinateur et son écran, fournis par l'ISTO, seront déportés du châssis.

### **3. Consommables**

L'installation sera fournie avec le consommable nécessaire pour 5 expériences à  $T < 300^{\circ}\text{C}$  sur des échantillons de  $\varnothing = 1.5' \times L = 3'$

### **4. Prestations supplémentaires éventuelles obligatoires**

L'attention des soumissionnaires est tout particulièrement attirée sur le fait :

Qu'à défaut de présentation et de chiffrage des PSE obligatoires, l'offre sera jugée irrégulière.

Les PSE obligatoires seront prises en compte dans l'évaluation des offres.

#### **4.1. *Jaquettes et système d'étanchéité haute température : PSE 1***

Des jaquettes hautes températures ( $> 250\text{-}300^{\circ}\text{C}$ ) et le système d'étanchéité adéquat seront proposées et chiffrées.

#### **4.2. *Capteur de pression différentielle : PSE 2***

Le capteur de pression différentielle devra permettre de travailler à des pressions de service de 500 bars avec un différentiel de pression autorisé d'au moins 200 bar. Il devra être compatible avec l'utilisation de fluides corrosifs (acides et bases forts).

Le chiffrage comprendra les éventuelles cartes d'acquisition et de régulation supplémentaires nécessaires à l'intégration des données du capteur différentiel au logiciel de pilotage ainsi que la modification de ce dernier.

#### **4.3. *Mesure de niveau dans les réservoirs : PSE 3***

Un système de mesure du niveau de liquide dans les réservoirs amont et aval compatible avec des fluides agressifs chauds ( $T < 100^{\circ}\text{C}$ ) sera proposé. Le système sera relié au logiciel de pilotage de manière à ce que des alertes niveau haut / niveau bas puissent être programmées.

Le chiffrage comprendra les éventuelles cartes d'acquisition et de régulation supplémentaires nécessaires à l'intégration de cette option au logiciel de pilotage ainsi que la modification de ce dernier.



#### **4.4. Remplacement déverseur par pompe doseuse : PSE 4**

Une pompe doseuse en remplacement du déverseur sera chiffrée. Cette pompe doseuse aura les mêmes caractéristiques que la pompe amont.

Le chiffrage comprendra les éventuelles cartes d'acquisition et de régulation supplémentaires nécessaires à l'intégration de cette pompe doseuse au logiciel de pilotage ainsi que la modification de ce dernier.

#### **4.5. Système de préchauffage des fluides : PSE 5**

Un système de préchauffage permettra de porter les fluides à 100°C depuis le réservoir amont jusqu'au réservoir aval. Il comprendra :

- Un système de chauffe pour le réservoir amont
- Un système d'agitation pour le réservoir amont
- Un système de chauffe pour le réservoir aval
- Un système de chauffe pour le corps de pompe doseuse amont
- Un système de chauffe pour le corps de pompe doseuse aval
- Le traçage de toutes les canalisations
- Des contrôles de températures aux divers points critiques du système

### **5. Garantie**

**Une garantie minimum de (2) ans gratuite est exigée à compter de la date de vérification de service régulier (VSR) du matériel dans les locaux du laboratoire.**

Le Titulaire a toute latitude pour proposer une garantie contractuelle d'une durée supérieure gratuite, qui serait hautement appréciée dans les extensions de garantie.

La garantie couvre le démontage, le remplacement et le remontage des parties de la prestation qui seraient à l'usage reconnues défectueuses.

Cette obligation s'étend notamment à la couverture des frais consécutifs au déplacement, à l'emballage, et au transport de matériel, nécessités par la remise en état ou le remplacement du matériel, qu'il soit procédé à ces opérations sur le lieu d'utilisation de la machine ou que celle-ci soit retournée dans les établissements du titulaire sur demande de ce dernier.

La garantie couvre également les frais de main d'œuvre et de déplacement du personnel

## 6. Normes

L'installation sera réalisée selon les normes européennes en vigueur (électricité, haute pression,...). En particulier, la catégorie de l'appareil au regard de la DESP sera précisée dans l'offre et toutes les obligations réglementaires qui en découlent (éventuelles déclaration, inspections périodiques, requalification, ...) seront clairement indiquées. Si une déclaration s'avérait nécessaire, l'offre comprendra l'accompagnement de l'acquéreur dans cette démarche.

## 7. Livraison, installation et formation des utilisateurs

L'offre comprendra :

- L'emballage
- La livraison sur site
- La **formation gratuite d'une à deux personnes** à l'utilisation **et** à la maintenance de premier niveau (changement des pièces d'usure) de l'instrument pourra être réalisée en amont de la livraison dans les locaux du prestataire ou sur site au moment de la livraison.
- L'offre sera accompagnée d'un schéma de l'installation et du prix indicatif des pièces d'usure.

Le candidat indiquera dans son offre les attentes à prévoir en termes d'électricité, d'air comprimé, de refroidissement et/ou éventuelle ventilation.

## 8. Service Après-Vente, lutte contre l'obsolescence programmée et considérations environnementales

Le candidat doit joindre à son dossier technique un descriptif détaillé du fonctionnement de son service après-vente, au titre de la mise en œuvre de la garantie contractuelle, précisant notamment : les délais d'intervention, les modalités d'intervention (numéro d'appel du service, coordonnées précises du service après-vente) et toutes informations jugées utiles pour la bonne exécution de ce service.. Il s'engage à assurer le service après-vente pendant une durée de **25 ans minimum**.

Le soumissionnaire indiquera la durée de disponibilité et de commercialisation des pièces détachées par rapport à la date d'acquisition des équipements ainsi que les consommations énergétiques lorsque l'équipement est en veille et en fonctionnement. Ces deux critères entreront dans l'appréciation de l'offre.

## 9. Documentation exigée lors de la livraison

La documentation minimale suivante devra être fournie lors de la livraison :

- notice d'utilisation

- notice de maintenance
- fiches techniques de tous les composants
- liste des pièces détachées
- schéma électrique
- plan d'ensemble
- logiciel de supervision de l'installation en version exécutable et en version non compilée
- Tous les documents justifiants de l'obtention de la certification pour les appareils à haute pression et permettant l'inspection et la requalification ultérieure de l'installation si nécessaire (certificats matière, certificats de tests, etc...)

## **10. Adresse livraison**

ISTO, 1A rue de la Férollerie, 45100 ORLEANS, FRANCE(UMR7327)