CAHIER DES CLAUSES TECHNIQUES

PARTICULIERES *(Cahier des charges)*

202617

Acquisition d'un microscope numérique pour l'imagerie et l'analyse élémentaire de films minces de matériaux de batteries

OBJET DE L'ACHAT

Acquisition, livraison, mise en service et formation **d'un microscope numérique pour imager et faire l'analyse élémentaire de films minces de matériaux de batteries**. Le microscope numérique sera installé dans un plateau technique de l'IEMN dédié à l'élaboration et la caractérisation de films minces de matériaux de batteries (électrodes et électrolytes).
La présente consultation a pour objet l'acquisition, l'installation, la mise en service et la formation associées à un système de microscope numérique motorisé de haute résolution intégrant un module d'analyse élémentaire par spectroscopie LIBS (Laser-Induced Breakdown Spectroscopy).
L'équipement devra permettre :

- l'observation optique haute résolution d'échantillons techniques ;
- l'analyse dimensionnelle 2D et 3D ;
- la caractérisation topographique et rugosimétrique ;
- l'analyse de contamination particulaire ;
- l'identification élémentaire locale des matériaux sans transfert d'échantillon ;
- l'automatisation de séquences de mesure et d'inspection.

CARACTERISTIQUES TECHNIQUES

Contexte

Le laboratoire IEMN s'est récemment doté d'un équipement de dépôt de type cluster comportant 3 réacteurs sous vide permettant la réalisation combinée de dépôts de couches minces par pulvérisation cathodique, dépôt par couches atomiques (ALD) et évaporation de matériaux pour batteries. L'équipement recherché devra donc permettre l'imagerie surfacique à haute résolution des couches minces déposées ainsi que son analyse élémentaire par spectroscopie LIBS (Laser Induced Breakdown Spectroscopy). Il devra garantir la continuité expérimentale entre dépôt et l'analyse des films minces.

Spécifications techniques du microscope numérique et son module d'analyse LIBS

Le laboratoire souhaite s'équiper d'un microscope numérique et son module d'analyse par LIBS pour imager à haute résolution la surface de matériaux de batteries. Ce microscope sera dédié à l'analyse de la composition de couches minces de matériaux de batteries (électrodes et électrolytes). Ces films présenteront des épaisseurs variant de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de microns. Le microscope proposé devra être évolutif pour améliorer ses propriétés d'analyse et d'imagerie.

Le fournisseur devra proposer un système complet comprenant :

- un contrôleur informatique dédié ;
- un écran 4K de grande dimension ;
- une caméra numérique haute résolution ;
- une gamme d'objectifs motorisés ;
- un double statif inclinable à 150° ;
- une platine motorisée XYZ ;
- les logiciels d'acquisition, de mesure et d'analyse ;
- un module LIBS intégré ;
- l'ensemble des accessoires nécessaires au fonctionnement.

L'ensemble devra être livré prêt à l'emploi.

Spécifications relatives au microscope numérique

➔ Contrôleur : Le système devra intégrer :

- un environnement Windows 11 ou équivalent ;
- un stockage interne minimal de 1 To ; une extension de plusieurs T0 sera proposée en option ;
- une connectivité réseau Gigabit Ethernet ;
- une sortie Vidéo numérique DisplayPort permettant de brancher un écran externe ou un vidéo projecteur ;
- des ports USB permettant l'export et l'import des données ;
- la possibilité de partage réseau des données via FTP ou SMB ;
- une solution d'analyse à distance.

➔ Affichage : Le système devra être fourni avec :

- un écran couleur de technologie IPS ;
- une diagonale minimale de 27 pouces ;
- une résolution native minimale 3840 × 2160 pixels (4K).

Le microscope intégrera deux voies d'analyse.

Sur la 1ère voie d'analyse, le microscope devra disposer :

- d'une caméra dotée d'un capteur CMOS haute performance ;
- d'une résolution native minimale de 3 mégapixels ;
- d'une cadence minimale de 50 images/s.

Sur la 1ère voie d'analyse, le système devra couvrir une plage de grossissement comprise au minimum entre x20 et x2000. Le changement d'objectif et du grossissement devra être pilotable automatiquement. Le microscope devra permettre plusieurs modes d'observation à l'aide d'une configuration d'éclairage modulable. Il devra permettre l'observation en :

- champ clair ;
- champ sombre ;
- éclairage coaxial ;
- éclairage annulaire ;
- éclairage partiel ;
- éclairage combiné ;
- lumière polarisée ;
- contraste interférentiel différentiel (DIC) ou équivalent.

Les sources lumineuses devront être à LED sans temps de préchauffage.

Sur la 2eme voie de mesure, le microscope devra disposer :

- d'une caméra dotée d'un capteur CMOS haute performance ;
- d'une résolution native minimale de 12 mégapixels ;
- d'une cadence minimale de 50 images/s ;
- d'un mode haute définition permettant la génération d'images très haute résolution ;
- un revolver de 4 objectifs à grande ouverture numérique

Sur la 2ème voie d'analyse, le système devra couvrir une plage de grossissement comprise au minimum entre x5 et x6000. Le changement d'objectif (d'ouverture numérique (jusqu'à NA=0,9) avec correction Apochromatique) et du grossissement devra être pilotable automatiquement. Le microscope devra permettre plusieurs modes d'observation à l'aide d'une configuration d'éclairage modulable. Il devra permettre l'observation en :

- champ clair ;
- champ sombre ;
- éclairage coaxial ;
- éclairage annulaire ;
- éclairage partiel ;
- éclairage combiné ;
- lumière polarisée ;
- contraste interférentiel différentiel (DIC) ou équivalent.

Les sources lumineuses devront être à LED sans temps de préchauffage.

➔ Platine motorisée : La platine devra disposer au minimum :

- d'un déplacement motorisé sur les axes X, Y et Z ;
- d'une course XY minimale de 100 mm × 100 mm ;
- d'une résolution de déplacement de 1 µm ou meilleure ;
- d'une capacité de charge compatible avec des échantillons industriels.

L'ensemble devra permettre l'observation sous différents angles grâce à une tête inclinable (150° min) ou un dispositif équivalent. Une console permettant de piloter de façon intuitive les axes XY de la platine, régler la mise au point (axe Z), ajuster l'éclairage et commuter entre les différents objectifs et grossissements serait grandement appréciée par l'utilisateur du microscope numérique pour l'imagerie des films minces de matériaux de batteries.

Spécifications relatives à l'analyse d'images

Le système devra permettre une recomposition des images en profondeur à haute vitesse (à fort grossissement). Si la profondeur de champ n'est pas suffisante, le microscope doit compenser en capturant des images à différentes positions pour reconstruire une image parfaitement nette (Focus stacking automatique ; génération d'images entièrement nettes sur des surfaces irrégulières).

Le traitement numérique des images devra permettre une reconstruction tridimensionnelle qui permettra :

- visualisation 3D ;

- profils de coupe ;
- calcul de volume ;
- mesure de hauteur ;
- mesure de section.

Le logiciel devra permettre l'évaluation de rugosité linéaire selon la norme ISO 4287 et l'évaluation de rugosité surfacique selon la norme ISO 25178.

Le microscope devra intégrer un mode HDR ; la réduction des reflets ; et l'amélioration des contrastes sur matériaux réfléchissants ou transparents.

Par ailleurs, le microscope et son logiciel devront permettre :

- l'acquisition sous plusieurs incidences lumineuses ;
- la relecture dynamique des éclairages après acquisition ;
- la mise en évidence de microdéfauts de surface.

Enfin, le système devra permettre *via* l'interface logiciel les mesures de distances, d'angles, de rayons, de surfaces et de périmètres. Il devra permettre le comptage d'objets et des mesures automatiques par reconnaissance de formes. Le logiciel devra permettre :

- la création de routines automatisées ;
- l'automatisation des déplacements ;
- l'automatisation des changements d'objectifs ;
- l'automatisation des acquisitions et mesures.

Spécificités relatives au module d'analyse élémentaire LIBS

Le système devra intégrer un module d'analyse élémentaire LIBS directement couplé au microscope.

L'utilisateur devra pouvoir réaliser l'analyse chimique d'une zone observée sans démontage ni déplacement de l'échantillon.

Le module devra permettre l'analyse élémentaire des films minces de matériaux de batteries par l'utilisation d'un laser de classe 1 générant un microplasma (spot de 10 µm). Ce module permettra :

- l'identification élémentaire des matériaux de batteries ;
- la détection d'éléments légers et lourds ;
- l'analyse ponctuelle localisée ;
- l'analyse multicouche ;
- l'analyse multipoints automatisée ;
- l'identification de contaminants.

L'utilisateur devra pouvoir passer de l'observation à l'analyse en une opération unique, de conserver automatiquement le même point d'analyse et d'associer les résultats chimiques à l'image observée.

Le système pourra intégrer une base de données matériaux, une assistance à l'identification des substances ainsi qu'une proposition automatique des matériaux les plus probables.

Le système devra permettre le comptage automatique de particules, l'analyse de contamination selon ISO 16232 et VDA 19 et la caractérisation chimique des particules détectées.

Gestion des données du microscope

Le système devra permettre :

- l'enregistrement des images en JPEG et TIFF ;
- l'export des mesures au format CSV ;
- la génération automatique de rapports ;
- l'intégration avec Microsoft Excel ;
- la conservation des métadonnées d'acquisition.

Le fournisseur assurera :

- l'installation complète ;
- la qualification de fonctionnement ;
- la formation initiale des utilisateurs ;
- la remise de la documentation technique en français.

Le fournisseur précisera :

- la durée de garantie ;
- les conditions de maintenance préventive ;
- les délais d'intervention ;
- les modalités de mise à jour logicielle ;
- la disponibilité des pièces détachées.

Spécifications générales

Les dimensions maximales de l'appareillage complet (longueur x profondeur x hauteur) devront être précisées par le candidat.

Le candidat précisera également la masse totale de l'équipement exprimée en kg, les besoins en infrastructure pour se raccorder aux réseaux du laboratoire (fluide, gaz, électricité, air comprimé).

Le candidat devra également fournir un ordinateur avec un grand écran (taille minimum de 27'') et une suite logiciel qui permettra de piloter et d'exploiter les mesures effectuées. Le logiciel opérera sous Windows 11 et le nombre de licences ne sera pas limité. Il devra se conformer aux règles informatiques de l'institut IEMN (cf. charte de mise en réseau informatique). Chaque groupe/opérateur pouvant avoir une copie sur son propre ordinateur pour traiter ses propres données.

Les différents utilisateurs devront être formés à l'utilisation de l'appareil.

Les frais de livraison, de formation, d'installation et de prise en main seront inclus dans l'offre.

Validation des capacités du microscope – test usine sur échantillons témoins

Le soumissionnaire devra fournir dans son offre une analyse de la surface de films minces de matériaux de batteries et prouver les capacités d'analyse de leur équipement notamment dans la détection du lithium et des éléments légers comme l'azote et l'oxygène. Les échantillons témoins

(1 cm^2) « substrat Si / Al_2O_3 (ou Si_3N_4) / Cr-Pt (ou Ti-Au) / $LiFePO_4$ pourront être demandés au laboratoire IEMN, *via* le module de questions de la plateforme PLACE.

Documentation

Le soumissionnaire présentera **dans son offre** un descriptif technique détaillé de l'équipement et les prérequis à l'installation notamment le plan détaillé des connexions.

Lors de l'exécution, un manuel sera fourni sous format électronique (PDF) et papier, en français et en anglais.

Installation

L'instrument sera installé par le fournisseur en présence de l'agent responsable de l'équipement qui procédera à la présentation et à la prise en main du système auprès de l'agent. Le fournisseur devra assurer la formation de l'équipement en français ou en anglais à 5 personnes.