Université de Tours
60 rue du Plat d'Etain
37020 Tours Cedex 1

Marché public de fournitures

Acquisition d'un diffractomètre de rayons X pour l'IUT de Blois

Appel d'offres ouvert

Cahier des Clauses Techniques Particulières (C.C.T.P.)

SOMMAIRE

1. OBJET DE LA PRESTATION....2
2. CONTEXTE DES PRESTATIONS....2
3. DESCRIPTION DES EQUIPEMENTS /LIVRABLES ATTENDUS....3
4. GARANTIE ET SERVICE APRES-VENTE....9
5. ENGAGEMENT ENVIRONNEMENTAL....10

1. OBJET DE LA PRESTATION

- **Objet de la prestation :**

Ce document définit les spécifications pour la fourniture, la livraison, l'installation, la mise en service, la formation à l'utilisation et la garantie d'un diffractomètre de rayons X.

L'équipement est destiné à l'étude structurale de matériaux sous forme de couches minces (polycristallines ou épitaxiées), de céramiques et de poudres.

Si nécessaire, le démontage et la mise au rebut du diffractomètre actuellement présent sur le site de l'IUT de Blois devra être pris en charge par le fournisseur sans frais supplémentaire.

- **Lieu d'exécution :**

L'équipement sera installé dans une pièce dédiée, au premier étage de :

IUT de Blois - Site Chocolaterie -15 rue de la Chocolaterie, 41029 Blois CEDEX

L'accès se fait par monte-charge.

2. CONTEXTE DES PRESTATIONS

L'Institut Universitaire de Technologie IUT de Blois, de l'Université de Tours, souhaite remplacer son diffractomètre de rayons X (DRX).

L'équipement sera implanté dans le parc d'instruments de caractérisation de l'IUT et sera mutualisé entre les départements Mesures Physiques, Science et Génie des Matériaux et le laboratoire de recherche GREMAN. Cet appareil pourra être utilisé dans le cadre de prestations industrielles.

Sa vocation sera principalement l'analyse cristallographique de composés principalement inorganiques (métaux, alliages, oxydes, etc.) préparés sous forme de poudre, de céramiques ou de films minces. Ce diffractomètre sera équipé d'un système optique divergent type Bragg-Brentano permettant la diffraction X de poudres et d'un système optique permettant la production d'un faisceau parallèle type miroir Göbel. Le goniomètre permettra l'analyse par diffraction en incidence rasante (GI-XRD). Le traitement des données permettra d'accéder à des informations structurales, microstructurales et semi-quantitatives. Il sera également possible d'analyser la réflectométrie spéculaire (XRR) et d'en déduire les épaisseurs d'échantillons films minces.

Le couplage d'un four haute température permettra de suivre les cinétiques de transformations structurales.

L'équipement est souhaité modulable, ergonomique (facilité dans les changements de configurations) et évolutif. Une attention sera portée à la facilité de passage d'une configuration à l'autre (changement de platine et environnement porte-échantillon, changement des optiques, etc…) tout en conservant une très bonne fiabilité et reproductibilité, ainsi qu'aux possibilités de pilotage des différentes mesures en mode automatique, et à la convivialité des logiciels de commande et de traitements de données. L'intégration d'un réalignement automatique des optiques lors des changements de configuration serait fortement appréciée.

3. DESCRIPTION DES EQUIPEMENTS / LIVRABLES ATTENDUS

- **Normes et réglementation applicables :**

L'enceinte de protection devra être respectée la norme française NFC 74-100.

3.1. Définition de l'équipement

3.1.1 Configuration

C1 – Caractéristiques générales
Diffractomètre, source X cuivre, optiques primaires haute intensité et haute résolution, platine porte-échantillons avec mouvements en khi, phi et z. Optiques arrières haute intensité et haute résolution, détecteur bidimensionnel à grande ouverture.

C2 – Source et générateur RX
- Tube à rayons X à anticathode cuivre (Cu).
- Tension et courant réglables.
- Gammes de tension et de courant à préciser par le fournisseur.

C3 – Refroidissement
- Échangeur thermique eau-eau compatible avec l'environnement local.
- Le fournisseur précisera la nature du fluide frigorigène utilisé, son impact environnemental et son éventuelle exposition à des restrictions réglementaires. Le cas échéant, il précisera les solutions alternatives proposées.

C4 – Goniomètre et motorisation
- Géométrie Bragg-Brentano.
- Berceau motorisé multi-axes : ω, 2θ, ϕ, χ et Z.
- Motorisation haute précision des axes.
- Plages angulaires des axes ϕ et χ à préciser.

C5 – Optique primaire
- Configuration en faisceau divergent de type Bragg-Brentano.
- Fentes de Soller et fentes de divergence programmables.
- Configuration en faisceau parallèle par miroir de type Göbel ou équivalent.

- Monochromateur / sélection du faisceau incident permettant d'obtenir un faisceau Kα1 haute résolution. La technologie proposée sera laissée au choix du fournisseur, qui en précisera les caractéristiques et les performances.
- Films atténuateurs, filtre Ni et couteau anti-diffusion.

C6 – Optique secondaire

- Jeu de fentes anti-diffusion fixes ou motorisées.
- Fentes de Soller.

C7– Détecteur

- Détecteur rapide haute résolution.
- Utilisable en modes 0D, 1D et 2D.
- Résolution en énergie permettant l'atténuation de la fluorescence parasite.
- Ouverture angulaire, nombre de pixels et taille des pixels à préciser.
- Passage Bragg-Brentano / faisceau parallèle sans rotation ou reconfiguration du détecteur considéré comme un avantage.

C8 – Système d'alignement

- Dispositifs et accessoires nécessaires à l'alignement du diffractomètre.
- Échantillons standards nécessaires à la vérification des réglages.
- Dispositif permettant notamment le réglage du plan de référence de l'échantillon en Z.

C9 – Four haute température

- Température maximale de 1200 °C.
- Fonctionnement sous air.
- Compatibilité sous flux d'oxygène, vide primaire et atmosphère inerte à préciser.

C10 – Platine porte-échantillons

- Spinner motorisé avec vitesse réglable.
- Lot d'au moins 10 supports pour poudres.
- Accessoires et étalons de calibration : vérification des angles et élargissement instrumental.
- Kit de préparation des échantillons.
- Substrats Si monocristallin (miscuts) pour faibles quantités.
- Outillage pour démontages et réglages de premier niveau.
- Porte-échantillons adaptés aux couches minces et substrats monocristallins.
- Dimensions maximales admissibles des échantillons à préciser.

C11 – Informatique

- Ordinateur dimensionné pour le pilotage et le traitement des données.
- Configuration minimale : Intel Core i9 20 cœurs, 64 Go RAM, SSD 1 To, réseau 1 Gbps RJ45, carte vidéo compatible intégrée au processeur, écran 24 pouces, clavier AZERTY, souris USB et une version minimum de Windows 11 Education 25H2 64 bits.

C12 – Architecture logicielle et licences

- Compatibilité avec comptes utilisateurs standards Active Directory sans droits administrateur.
- Compatibilité avec les antivirus du réseau de l'Université de Tours.
- Compatibilité des données avec des logiciels de traitement tiers.
- Licences multi-postes selon les applications.
- Documentation, politique de mise à jour et nature des licences (perpétuelles ou abonnement) à préciser.

C13 – Manuels

- Manuels d'utilisation des équipements et des logiciels en version française.
- Manuels de maintenance de premier niveau en version française.

3.1.2 Prestations de base – Fonction

F1 – Diffraction sur poudres et céramiques
Réaliser des acquisitions en géométrie Bragg-Brentano sur poudres et matériaux polycristallins, avec possibilité de rotation de l'échantillon.

F2 – Analyse des couches minces en faisceau parallèle
Permettre la caractérisation structurale des films minces en configuration faisceau parallèle.

F3 – Diffraction en incidence rasante (GI-XRD)
Réaliser des mesures de diffraction en incidence rasante sur films minces.

F4 – Analyse de films orientés ou épitaxiés
Permettre l'orientation fine des échantillons et les mesures adaptées aux films orientés et aux substrats monocristallins.

F5 – Phi-scan, texture et figures de pôles
Permettre les mesures nécessaires à l'étude des orientations cristallographiques et des textures.

F6 – Contraintes résiduelles
Permettre l'acquisition et le traitement des mesures nécessaires à l'évaluation des contraintes résiduelles sur films polycristallins et films orientés.

F7 – Réflectométrie X (XRR)
Réaliser des mesures XRR et permettre leur exploitation, notamment pour déterminer l'épaisseur des films minces.

F8 – Mesures in situ en température
Réaliser des acquisitions DRX jusqu'à 1200 °C (éventuellement sous différentes atmosphères, cf. §3.1.1 C9) afin de suivre les transformations de phase et leurs cinétiques.

F9 – Changement de configuration
Permettre un passage simple, fiable et reproductible entre les différentes configurations : faisceau divergent, faisceau parallèle et faisceau monochromatique. Un changement sans intervention manuelle et/ou avec réalignement automatique sera considéré comme un avantage. Le passage Bragg-Brentano / faisceau parallèle sans rotation ou reconfiguration du détecteur sera également considéré comme un avantage.

F10 – Alignement et centrage
Permettre l'alignement du diffractomètre et le positionnement reproductible du plan de l'échantillon, notamment suivant Z.

F11 – Automatisation des acquisitions
Permettre le pilotage de toutes les configurations, l'enchaînement automatisé des mesures et l'utilisation de batchs programmables.

F12 – Identification et analyse structurale des phases
Permettre la recherche et l'identification des phases, l'analyse semi-quantitative, l'affinement des paramètres cristallins, l'affinement de Rietveld et l'estimation de la taille des cristallites. L'identification de phases devra être compatible avec les bases COD et ICDD PDF-2. La licence PDF-2 actuellement utilisée à l'IUT de Blois devra être réinstallée par le fournisseur.

F13 – Traitements avancés pour couches minces
Permettre les traitements associés aux contraintes, textures et figures de pôles, XRR et GI-XRD.

3.1.3 Performances attendues

P1 – Performances angulaires du goniomètre
Le pas angulaire minimal programmable en 2θ devra être inférieur ou égal à 0,002°.
La précision angulaire absolue en 2θ devra être inférieure ou égale à ±0,01°.

P2 – Qualité du faisceau en configuration haute résolution
Le fournisseur précisera :

- la divergence angulaire du faisceau incident, exprimée en degrés ;
- les performances de sélection de la raie Cu Kα1, notamment le niveau de suppression de la composante Kα2, exprimé sous la forme d'un rapport d'intensité Kα2/Kα1;
- la FWHM obtenue sur un échantillon étalon dans la configuration Kα1 haute résolution.

Une faible divergence, une forte discrimination de la raie Kα1 et une faible FWHM seront considérées comme des avantages.

P3 – Intensité du faisceau incident
Le fournisseur précisera l'intensité du faisceau incident au niveau de l'échantillon pour les principales configurations optiques proposées ainsi qu'une description des conditions dans lesquelles cette valeur est déterminée.

P4 – Discrimination énergétique du détecteur
Le fournisseur précisera les performances de discrimination énergétique du détecteur pour le rayonnement Cu Kα. Cette capacité sera illustrée par un diffractogramme obtenu sur une poudre d'α-Fe_2O_3 (hématite), mesurée avec le tube Cu dans la configuration proposée. Les conditions d'acquisition seront précisées. La capacité à réduire le fond de fluorescence tout en conservant une intensité diffractée élevée sera considérée comme un avantage.

P5 – Performances géométriques et de comptage du détecteur
Le détecteur 2D devra présenter une taille de pixel ≤ 75 × 75 µm². Le fournisseur précisera le nombre total de pixels, leurs dimensions ainsi que les dimensions et la surface active de détection. Une surface active importante et un nombre élevé de pixels seront considérés comme des avantages.
Le fournisseur précisera également l'ouverture angulaire maximale couverte dans la configuration proposée.

P6 – Démonstration des performances sur des cas d'analyse représentatifs
Le fournisseur présentera des résultats expérimentaux représentatifs des performances de l'équipement proposé dans ce CCTP et des logiciels proposés, comprenant au minimum :

- une analyse sur poudre d'un oxyde courant (par exemple Al_2O_3 ou TiO_2), comprenant l'identification de la phase et un affinement par la méthode de Rietveld ;
- une analyse d'un mélange de poudres d'oxydes, comprenant l'identification et la quantification des différentes phases présentes ;
- une analyse de texture sur un film mince ou une céramique texturée, comprenant la réalisation et l'exploitation de figures de pôles ;
- une analyse de phases en incidence rasante (GI-XRD) sur un film mince ;
- une mesure de réflectométrie X (XRR) sur un film mince, avec détermination de son épaisseur et ajustement/simulation de la courbe expérimentale.

Pour chaque cas, le fournisseur précisera l'échantillon, la configuration instrumentale en accord avec ce CCTP, les principales conditions d'acquisition, le temps de mesure et les résultats obtenus. La qualité des résultats et la pertinence des analyses seront considérées comme un avantage.

P7 – Performances du four haute température
La température maximale du four devra être au moins égale à 1200 °C.
Le fournisseur précisera la précision, la stabilité et, si disponible, l'homogénéité en température, ainsi que les vitesses maximales de chauffe et de refroidissement.
Il précisera également la pression minimale atteignable en fonctionnement sous vide et les conditions d'utilisation sous gaz.

P8 – Performances du spinner
Le porte-échantillon tournant devra permettre une rotation régulière et stable de l'échantillon pendant l'acquisition.

P9 – Capacité en dimensions d'échantillons
Le système devra permettre l'analyse d'échantillons plans pouvant atteindre au moins la dimension d'un wafer de 2 pouces (Ø 50,8 mm). Le fournisseur précisera les dimensions maximales compatibles avec les différents porte-échantillons proposés.

P10 – Positionnement de l'échantillon suivant Z
Le système devra permettre le positionnement automatique en Z de la surface de l'échantillon sur l'axe du goniomètre. Le fournisseur précisera la résolution et la précision du positionnement en Z.

P11 – Changement de configuration optique
Le fournisseur décrira en détails les opérations nécessaires pour passer entre les différentes configurations de mesure, tant au niveau de l'optique incidente que de l'optique diffractée. La simplicité et la rapidité du changement de configuration, ainsi que l'automatisation des opérations et l'absence de réalignement manuel, seront considérées comme des avantages.

P12 – Performances environnementales du refroidissement
Le fournisseur précisera le niveau de pression acoustique en dB(A) du système de refroidissement ainsi que la distance et les conditions de mesure. Il précisera également les consommations électriques et en eau ainsi que la nature et son potentiel de réchauffement global (PRG/GWP) du fluide frigorigène utilisé. Un faible niveau sonore, de faibles consommations et un fluide frigorigène à faible impact environnemental seront considérés comme des avantages.

P13 – Performances et ergonomie des logiciels
Le fournisseur présentera les logiciels proposés pour le pilotage et le traitement des données et illustrera leurs principales fonctionnalités à partir des cas présentés en P6. La simplicité d'utilisation, l'automatisation des traitements et l'intégration des différentes fonctions seront considérées comme des avantages.
Les logiciels de traitement et d'analyse devront pouvoir être utilisés sur au moins cinq postes de travail indépendants du diffractomètre. Le fournisseur précisera la nature et la durée de validité des licences proposées.

P14 – Consommation de l'équipement
Le fournisseur précisera la puissance électrique consommée par le diffractomètre et ses principaux périphériques, en fonctionnement normal et en veille lorsqu'un mode veille est disponible.
Une consommation réduite sera considérée comme un avantage.

3.2. Formation

Le titulaire assurera la formation des personnels à l'utilisation du diffractomètre, de ses accessoires et des logiciels associés. La formation sera organisée selon les cinq modules suivants.

Formation 1 – Maintenance de premier niveau
Formation d'une durée minimale de 1 jour, destinée à 2 personnes.
Elle devra permettre aux personnels désignés de réaliser les opérations de contrôle et de maintenance de premier niveau et préventive autorisées par le constructeur : vérification des réglages et alignements, contrôles périodiques des performances, identification des dysfonctionnements courants, opérations d'entretien accessibles à l'utilisateur et procédures de diagnostic avant recours au service après-vente.

Formation 2 – Mesures sur poudres et analyse de phases
Formation d'une durée minimale de 1 jour, destinée à 2 groupes de 5 personnes (1 journée par groupe).
Elle comprendra notamment la préparation et le positionnement des échantillons, le choix des conditions d'acquisition en géométrie Bragg-Brentano, la programmation des mesures, l'acquisition des diffractogrammes ainsi que la recherche, l'identification et l'analyse semi-quantitative des phases.

Formation 3 – Analyse structurale avancée et méthode de Rietveld
Formation d'une durée minimale de 1 jour, destinée à 5 personnes.
Elle sera consacrée au traitement avancé des diffractogrammes de poudres : optimisation des données d'acquisition, affinement des paramètres cristallins, analyse des profils et mise en œuvre de la méthode de Rietveld, depuis la construction du modèle jusqu'à l'interprétation et à l'évaluation de la qualité de l'affinement.

Formation 4 – Analyse des couches minces
Formation d'une durée minimale de 2 jours, destinée à 4 personnes.
Elle comprendra la configuration et l'optimisation de l'instrument pour l'analyse des couches minces, notamment les mesures en faisceau parallèle, GI-XRD, XRR, ϕ-scan, texture et figures de pôles, ainsi que l'exploitation des données correspondantes à l'aide des logiciels fournis.

Formation 5 - Finalisation
Formation d'une durée de 1 jour, destinée à 5 personnes, environ 3 mois après la mise en service.
Elle sera consacrée à répondre en détails aux questions et difficultés rencontrées au cours des premières utilisations de l'équipement et des logiciels.

Les formations devront privilégier la mise en pratique sur l'équipement fourni et, lorsque cela est pertinent, sur des échantillons représentatifs des activités du laboratoire. Le fournisseur précisera pour chaque module le programme détaillé et fournira les supports pédagogiques correspondants.

3.3. Prestations supplémentaires ou alternatives éventuelles facultatives

3.3.1. PSE 1 : Platine d'orientation de l'échantillon

- Deux degrés de rotation/inclinaison permettant l'orientation fine de l'échantillon.
- Réglage précis et stable de l'inclinaison.

3.3.2. PSE2 : Refroidisseur

Le répondant peut proposer une alternative de système de refroidissement. Les caractéristiques seront présentées. Il précisera le niveau de pression acoustique en dB(A) de ce système ainsi que la distance et les conditions de mesure. Il précisera également les consommations électriques et de fluide ainsi que la nature et son potentiel de réchauffement global (PRG/GWP) du fluide frigorigène utilisé. Un faible niveau sonore, de faibles consommations et un fluide frigorigène à faible impact environnemental seront considérés comme des avantages.

3.4. L'acceptation

L'équipement suivra un processus d'acceptation après installation sur le lieu d'exploitation qui vise à vérifier que l'équipement est conforme à la description faite dans le présent document.

L'acceptation suivra la liste des points de vérification décrits aux paragraphes 3.1. et 3.2., repris dans la liste de vérification en annexe 1.
Elle devra être réalisée dans le délai indiqué dans le CCAP et la fiche « Récapitulatif Acceptation » (Annexe 1) sera complétée et signée par les 2 parties.
- Si tous les objectifs sont atteints, l'ADMISSION TOTALE sera prononcée.
- Si les critères d'acceptation ne sont pas tous validés, le fournisseur devra présenter un plan d'actions correctives afin de tenir les objectifs fixés (ADMISSION REPORTEE). Un délai devra être fixé pour une nouvelle acceptation.
Si certains critères s'avèrent ne pas être atteignables, une ADMISSION AVEC REFACTION pourra être prononcée, voire un REJET EQUIPEMENT.

4. GARANTIE ET SERVICE APRES-VENTE

L'ensemble de l'équipement, incluant le diffractomètre, ses accessoires, le système de refroidissement, le four haute température, l'informatique et les logiciels fournis, devra être couvert par une **garantie**

minimale de 2 ans à compter de la réception définitive de l'équipement. Tout année de garantie supplémentaire sera appréciée.

Pendant la période de garantie, les interventions nécessaires au diagnostic et à la remise en fonctionnement de l'équipement, incluant la main-d'œuvre, les déplacements et les pièces de rechange, seront prises en charge par le fournisseur, hors consommables et pièces d'usure explicitement identifiés dans l'offre.

Le fournisseur précisera :

- l'organisation de son service après-vente en France et la localisation des personnels techniques susceptibles d'intervenir.
- les modalités de diagnostic et d'assistance à distance ; un contact direct téléphonique sera apprécié ;
- le **délai maximal de prise en charge** après signalement d'une panne : 3 jours ouvrés ;
- le **délai maximal d'intervention sur site à compter de la prise en charge**, lorsque celle-ci est nécessaire : 5 jours ouvrés ;
- les modalités prévues lorsqu'une réparation nécessite l'immobilisation prolongée de l'équipement ;
- la durée pendant laquelle il garantit la **disponibilité des pièces détachées et le support technique**, qui devra être d'au-moins 10 ans après l'installation.

La **qualité et la proximité du service après-vente, les délais d'intervention, la durée de disponibilité des pièces détachées après garantie** seront considérés comme des avantages.

5. ENGAGEMENT ENVIRONNEMENTAL

La consommation électrique maximale du refroidisseur et du diffractromètre devront être indiquées et seront évaluées.
Tout procédé d'économie d'énergie sera apprécié.

Le candidat détaillera dans son offre les éléments sur lesquels il s'engage pendant la durée du marché, à savoir :
- durée certifiée de fabrication et de distribution des pièces détachées du matériel présenté dans son offre (équivalent à l'IR : indice de réparabilité si disponible, sera fortement apprécié) ;
- durée/fréquence de remplacement des pièces d'usures classiques associés ;
- protocole de préservation des pièces détachées pour prolongation de leur durée de vie (si possible) ;
- pourcentage de matière recyclée et/ou reconditionnée présente sur l'équipement détaillé dans l'offre (si concerné) ;
- processus d'élimination des pièces détachées ;
- reprise des matériels usagés pour recyclage, avec remise et/ou avoir pour l'acquisition d'autres équipements ou pièces détachées.