CAHIER DES CLAUSES TECHNIQUES

PARTICULIERES *(Cahier des charges)*

202630

Acquisition d'un spectromètre de masse à temps de vol (TOF-MS) pour l'analyse en ligne des procédés de dépôt de couches minces destinées aux matériaux de batteries

OBJET DE L'ACHAT

Acquisition, livraison, mise en service et formation **d'un spectromètre de masse à temps de vol (TOF-MS) pour l'analyse en ligne des procédés de dépôt de couches minces destinées aux matériaux de batteries**. L'ensemble 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).

Le présent marché a donc pour objet la fourniture, l'installation, la mise en service et la formation associées à un spectromètre de masse à temps de vol (TOF-MS) destiné à l'analyse en temps réel des gaz de procédé au sein d'une plateforme de dépôt de couches minces dédiée au développement de matériaux pour batteries.

L'équipement devra permettre la surveillance en ligne des procédés de dépôt sous vide, le diagnostic plasma, la détection de fin de procédé, le suivi des espèces gazeuses réactives ainsi que l'optimisation des paramètres de fabrication.

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'analyse des gaz de procédés de dépôts sous vide de matériaux de batteries sur les 3 réacteurs SCube, SC1#1 et SC1#2 de chez Swisscluster.

L'estimation prévisionnelle du prix de l'achat est de 300 000 € HT. Cet achat sera financé par des fonds issus du FEDER.

Spécifications techniques

L'instrument sera intégré à un cluster de dépôt multifonction comprenant plusieurs chambres de procédés sous vide (PVD évaporation, PVD pulvérisation et ALD) destinées à l'élaboration de couches minces pour électrodes, électrolytes solides et couches fonctionnelles utilisées dans les batteries de nouvelle

génération. Le système devra être compatible avec des environnements de dépôt utilisant des gaz inertes, réactifs et potentiellement corrosifs.

Fourniture attendue

Le titulaire fournira :

- un spectromètre de masse à temps de vol complet ;
- l'ensemble des pompes, alimentations, interfaces et logiciels nécessaires à son fonctionnement ;
- les dispositifs de raccordement au cluster de dépôt Swisscluster ;
- les accessoires de calibration ;
- la documentation technique complète en français et en anglais ;
- la formation des utilisateurs ;
- les prestations d'installation et de recette.

Exigences fonctionnelles minimales

Le système devra permettre l'analyse en temps réel des procédés de dépôts de films minces comme :

- l'analyse continue des gaz de procédé ;
- l'acquisition en temps réel des spectres de masse ;
- la surveillance des espèces présentes dans les chambres de dépôt ;
- le diagnostic des plasmas de procédé ;
- le suivi des réactions chimiques en phase gazeuse.

Le spectromètre proposé devra être compatible avec :

- les procédés de dépôt sous vide et plasma ;
- les gaz inertes ;
- les gaz réactifs ;
- les gaz corrosifs couramment employés dans les procédés de couches minces.

Les matériaux exposés aux gaz de procédé devront présenter une résistance adaptée à la corrosion.

Caractéristiques techniques minimales

L'analyseur TOF devra présenter au minimum les spécificités résumées dans le tableau ci-dessous :

Paramètre	Exigence minimale
Technologie	Spectromètre de masse à temps de vol
Domaine de masse	≥ 1 à 1500 Th en fonctionnement nominal
Domaine de masse maximal	≥ 5000 Th
Pouvoir de résolution	≥ 700 (M/ΔM)
Exactitude de masse	≤ 50 ppm
Gamme dynamique	≥ 105 en 1 s
Cadence d'acquisition	≥ 200 spectres/s

Exigences complémentaires :

- Technologie avec un filtre de masse : permet la suppression sélective de jusqu'à 4 masses au choix, garantissant une gamme dynamique équivalente supérieure à 10^{10}.
- Injecteur de gaz d'étalonnage en ligne : permet la quantification des espèces gazeuses ainsi que la correction en temps réel du vieillissement du détecteur, assurant des mesures à long terme avec une haute précision de signal.
- Limite de détection : sensibilité atteignant des niveaux de l'ordre du ppb (partie par milliard à un seul chiffre) pour un temps d'intégration d'une seconde sur la plupart des espèces.
- Système de pompage résistant à la corrosion : ensemble de pompage spécifiquement adapté et protégé contre les gaz corrosifs.
- Échantillonnage direct : capacité de prélèvement direct de la pression atmosphérique jusqu'au vide poussé, prêt pour la surveillance en ligne des réacteurs ALD/PVD Swiss Cluster.

L'analyse est faite en continu avec introduction de 570 ppb de Kr dans l'air : la sensibilité doit être > 10 cps/ppb avec une limite de détection < 5 ppb en 1 s. Le système devra intégrer une source d'ionisation par impact électronique, un réglage de l'énergie des électrons permettant des modes d'ionisation douce et dure et un fonctionnement adapté à l'analyse des gaz de procédé sous vide. L'instrument proposé devra disposer d'un dispositif permettant la réduction sélective du signal d'espèces majoritaires, la prévention de la saturation du détecteur et l'amélioration de la détection des espèces traces. Une atténuation réglable sur plusieurs espèces simultanément sera appréciée.

Le système devra permettre la détection d'espèces gazeuses à l'état de trace avec une limite de détection inférieure à quelques ppb sur un temps d'intégration de l'ordre de la seconde et une sensibilité adaptée au suivi des contaminants et sous-produits de procédé. Le système devra être compatible avec un raccordement direct à un cluster de dépôt sous vide de marque SWISS CLUSTER : il devra s'adapter sur le SC1 ou le SCube de Swiss cluster selon le procédé de dépôt que l'on souhaite monitorer.

Les raccordements suivants devront être proposés : raccordement VCR 1/4", raccordement Swagelok 1/8" ou toute solution équivalente compatible avec les équipements. Le titulaire précisera les débits admissibles, les pressions de fonctionnement et les interfaces de raccordement. Le spectromètre devra être livré avec une pompe primaire adaptée aux gaz corrosifs, une pompe turbomoléculaire compatible avec les gaz corrosifs, une instrumentation complète de mesure des pressions ainsi que des protections nécessaires contre la contamination et la corrosion.

Le système devra être fourni avec un ordinateur dédié, un logiciel de pilotage complet, des fonctions d'acquisition, visualisation et traitement des données et un export des données dans un format ouvert (txt, xls, ou tout autre format importable dans un logiciel de tracé de graphique comme Excel ou Origin). Les données brutes, métadonnées et paramètres de procédé devront pouvoir être archivés dans un format documenté et interopérable.

Le titulaire du marché assurera la livraison sur site, l'installation complète sur l'équipement cluster de dépôt de Swiss Cluster, les essais de fonctionnement et la vérification des performances annoncées. Le fournisseur devra assurer la formation de l'équipement en français ou en anglais à 5 personnes.

Une formation utilisateur devra être réalisée sur site et couvrira notamment :

- le fonctionnement général de l'instrument ;
- les procédures de calibration ;
- l'utilisation du logiciel ;
- les opérations de maintenance de premier niveau ;
- les bonnes pratiques d'exploitation.

Le titulaire précisera la durée de garantie, les délais d'intervention, la disponibilité des pièces détachées, les possibilités de maintenance préventive et corrective, les conditions de support logiciel. Les dimensions et la masse de l'équipement seront précisés dans l'offre. Le titulaire du marché précisera les besoins en infrastructure nécessaire au bon fonctionnement de l'équipement (gaz, électricité, fluide…). La réception de l'équipement d'analyse sera prononcée après :

- installation complète du système ;
- démonstration du fonctionnement sur le SC1 et le Scube de Swisscluster installé à l'IEMN ;
- validation des performances métrologiques annoncées ;
- réalisation de la formation des utilisateurs ;
- remise de la documentation technique imprimé et électronique en français et en anglais.

Le candidat devra fournir dans son offre l'ensemble des fiches techniques permettant de vérifier la conformité aux exigences du présent CCTP.