



ScanMAT, UMS 2001 CNRS - Université de Rennes 1 – Directrice Mme. GUILLOUX-VIRY

ISCR, UMR 6226 CNRS - Université de Rennes 1 - Directeur M. FOURMIGUÉ

Adresse de livraison : Campus de Beaulieu, 263 avenue du général Leclerc, 35 042 Rennes cedex

Acquisition, Livraison et Mise en service d'un spectromètre de photoémission induite par rayons X pour l'UMS SCANMAT DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Objet du marché :

Ce marché a pour objet la fourniture, la livraison, l'installation et la mise en service d'un spectromètre de photoémission induite par rayons X (spectromètre XPS) permettant l'analyse de surface de matériaux sous toute forme (nanomatériaux, poudres, fibre, couches minces, matériaux massifs), conducteurs, semi-conducteurs et isolants.

Contacts :

Corinne Lagrost

corinne.lagrost@univ-rennes1.fr

Tel. : 02 23 23 59 40

Christophe Calers

christophe.calers@univ-rennes1.fr

Tel. : 02 23 23 71 88

Présentation du projet

Le présent marché porte sur l'acquisition d'un spectromètre de photoémission induite par rayons X (spectromètre XPS) destiné à être positionné en plateforme dans l'UMS 2001 ScanMAT de l'Université de Rennes 1. Le spectromètre XPS proposé sera un instrument orienté « multi-utilisateurs ». Par conséquent, il doit être simple et rapide d'utilisation et d'exécution tout en présentant d'excellentes performances. L'équipement sera très largement ouvert à des utilisateurs des différentes équipes des unités de recherche du site rennais, notamment de l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR), l'Institut de Physique de Rennes (IPR), FOTON..., ainsi qu'à des laboratoires ou entreprises extérieurs.

Il devra permettre une analyse de surface des matériaux, sous toute forme (nanomatériaux, poudre, fibre, couche mince, massif), de tout type (organique, minéral, isolant, semi-conducteur). L'analyse effectuée sera qualitative et/ou semi-quantitative (0.1 % atomique) et permettra de déterminer l'état chimique et redox des matériaux. La spécificité de cet équipement est de pouvoir travailler avec une bonne résolution avec une source monochromatisée (indispensable pour des tailles d'échantillons petites *i.e.* $< 1 \text{ cm}^2$), de pouvoir faire de l'érosion ionique et des mesures à angles variables, notamment pour des mesures d'épaisseurs. Un dispositif de neutralisation de charge efficace et simple d'utilisation sera indispensable compte tenu de la nature des échantillons envisagés. Le sas d'introduction devra être facile d'utilisation, et permettre un pompage rapide. L'appareil devra permettre l'analyse simultanée et rapide de plusieurs échantillons (*i.e.* au moins 5 échantillons de taille 1 cm^2). Il devra être doté d'un porte-échantillon large, automatisé et d'un dispositif de visualisation des zones analysées. L'automatisation et le pilotage de l'instrument géré par ordinateur permettront l'exécution d'analyses XPS multi-échantillons et multi-points.

Le présent cahier des charges donne ci-après la description générale du spectromètre (constitution de base et options) et précise les conditions d'utilisation et de fonctionnement ainsi que les niveaux de performance à atteindre.

Une attention particulière sera portée à la facilité et rapidité d'introduction des échantillons, à la facilité d'utilisation et la fiabilité du neutraliseur et du canon à ions, ainsi qu'aux possibilités de pilotage des différentes mesures en mode automatique, et de la convivialité des logiciels de commande.

L'ensemble du matériel sera neuf, de développement récent des équipements dans le domaine.

Les candidats fourniront avec leur offre la documentation technique précisant les conditions d'installation et de mise en service (« guide de pré-installation »). Les plans électriques, mécaniques, schéma de câblage pourront être avantageusement fournis.

Le matériel devra être installé dans le laboratoire sans modification des accès et sans moyen de manutention lourd à fournir par le laboratoire. Le poids de l'appareil et toutes les

dimensions devront être précisés. L'équipement sera installé dans un local de dimensions 330 cm x 680 cm, les dimensions de l'appareil devront par conséquent être adaptées et prendre en compte l'accessibilité pour des interventions et la sécurité.

L'appareil devra répondre aux normes de sécurité et de fabrication en vigueur en Europe.

Le laboratoire sera attentif à minimiser l'ensemble des coûts de fonctionnement de l'appareil, en particulier les consommables nécessaires au fonctionnement du spectromètre, ainsi que les coûts de maintenance.

Le marché est composé d'un unique lot. L'équipement susmentionné devra comprendre les différents systèmes listés et répondre aux exigences fonctionnelles et techniques exposées dans ce document.

Les variantes alternatives et supplémentaires sont autorisées.

I. Caractéristiques techniques

I.1. Source RX monochromatisée : Al K α

La source de rayons X sera composée d'une anode aluminium monochromatisée (raie Al K α). Cette source devra fournir :

- une excellente résolution spectrale (la largeur de raie Al K α monochromatisée sera précisée)
- une stabilité thermique garantie. La stabilité du courant de photoélectrons sur une période de 24 heures sera précisée.
- la taille ou la gamme de tailles du spot X devront être précisées.
- les caractéristiques de la source RX et du monochromateur devront être données (taille du cercle de Rowland, nombre de cristaux, angle solide des rayons X arrivant sur l'échantillon, angles irradiation / analyseur, dispositif micrométrique de réglage, automatisme).
- l'automatisme du monochromateur est un plus.

I.2. Analyseur

L'analyseur doit être de type hémisphérique (180°) « HSA », associé à une colonne de transfert permettant, de transférer, d'analyser puis de collecter le signal photoélectronique émis, ceci avec une haute transmission, une excellente résolution en énergie pour une utilisation en spectroscopie, voire en imagerie (voir variantes). Les caractéristiques techniques de l'analyseur devront être données notamment:

- le rayon moyen de l'analyseur (en mm)
- la largeur de la fente d'entrée (en mm)
- le positionnement géométrique (détection/sources X)
- le « take-off angle » dans la condition standard d'utilisation

- les modes de fonctionnement possibles (CAE, CRR, Snapshot) et les « Pass Energy » accessibles
- le ou les angles d'acceptance (θ) selon les modes de fonctionnement (« lens acceptance angle »).
- aptitude à l'étuvage

I.3. Détection

Le système de détection doit être basé sur un système type Multi-channeltrons ou MCP (microchannel plate) ou DLD (delay line detector),..... permettant la spectroscopie, et éventuellement l'imagerie.

L'efficacité de ce système de détection doit assurer :

- un excellent taux de comptage
- un faible bruit électronique
- une acquisition rapide des données
- une résolution en énergie optimale

I.4. Neutralisation

Le système de compensation de charges est indispensable compte tenu de la nature isolante des échantillons futurs à analyser.

Il devra être performant, simple d'utilisation (automatisé), et intégré au logiciel d'acquisition des données. La configuration du système devra être détaillée (dual beam, flood gun, etc.), ainsi que la gamme d'énergie des particules incidentes et le (ou les) courant(s) électronique et/ou ionique.

I.5. Système de décapage ionique

Un système d'érosion performant par bombardement ionique sera proposé. Il devra être simple d'utilisation et de réglage. Sa commande sera intégrée au logiciel d'acquisition des données. Il permettra d'accéder à une grande plage de densité de courant et d'énergie de bombardement (qui seront précisées) pour diverses applications :

- décapage de décontamination de surface correspondant à une abrasion « douce » des surfaces (avec le minimum de modification chimique des espèces, et le minimum de décapage préférentiel), ceci grâce à une énergie minimale et une dose minimale d'ions.
- réalisation de profil de concentration par érosion ionique reproductible. La surface minimale et la surface maximale érodée seront indiquées.

I.6. Sas d'introduction

Un sas d'introduction permettra d'introduire le ou les portes échantillons puis de pomper de la pression atmosphérique à un vide secondaire poussé. Il contiendra une jauge de pression afin d'indiquer ce vide secondaire. Il sera automatisé ou semi automatisé.

I.7. Chambre d'analyse

La chambre d'analyse sera compatible UHV, apte à l'étuvage, et permettra un niveau de vide pouvant atteindre 5×10^{-9} mbar. Un système CCD de visualisation d'échantillon ainsi qu'un système d'éclairage efficace sont demandés, permettant la visualisation de la position de l'échantillon et de la surface analysée.

La chambre d'analyse sera équipée d'un manipulateur de précision. Ce manipulateur devra permettre des déplacements micrométriques selon 3 axes (x, y, z) au minimum afin de pouvoir analyser tout point d'un échantillon placé en tout point du porte-échantillon. Par ailleurs le manipulateur devra permettre, soit de façon intrinsèque, soit par l'intermédiaire d'un ou plusieurs porte-échantillons spécifiques (et fournis), d'effectuer une rotation selon un axe polaire pour une analyse angulaire (ARXPS), et une rotation selon l'axe azimutal.

Le candidat apportera toute information concernant la précision du manipulateur (déplacement minimum et maximum selon les 5 axes définis ci-dessus, reproductibilité de positionnement après une séquence de déplacements multiples d'amplitude 50% de l'amplitude maximum sur 4 axes (x, y, z, θ) et (x, y, z, ϕ), et reproductibilité de positionnement après une séquence aller-retour dans le sas d'introduction.

L'axe azimutal devra permettre de faire une analyse angulaire en restant automatiquement au même point sur l'échantillon.

I.8. Système de vide et de sécurité

- Sas d'introduction

Le pompage du sas d'introduction (fast entry) sera effectué au moyen d'un groupe automatisé (pompage /remise à l'air) composé d'une pompe primaire et d'une pompe turbo moléculaire. La plus basse pression possible garantie sera indiquée. Il permettra également d'être isolé des autres chambres par des vannes automatisées.

Le pompage primaire de l'enceinte sera effectué par une ou plusieurs pompes primaires. Le niveau de bruit ainsi que ses spécificités seront indiqués. La ou les pompes primaires ainsi que tous les éléments bruyants devront avoir les connections adaptées permettant de les mettre dans un local technique situé à une distance d'environ 5-6 mètres de l'appareillage.

- Chambre d'analyse

Le pompage de la chambre d'analyse devra assurer un ultravide minimum de 5×10^{-9} mbar, c'est-à-dire que la pression atteinte sera inférieure ou égale à 5×10^{-9} mbar. Les mesures de pression seront assurées par une jauge (ionique, penning...)

- Sécurité

Le système de vide doit permettre un bon niveau de sécurité pour prévenir tout dommage des différents éléments (source X, Haute tension, filaments, jauge pompe, vide) en cas de problème de pompage, de remontée de pression, de coupure de courant ou rupture du circuit d'eau avec si possible isolation de la chambre.

De même une sécurité d'eau doit être intégrée pour prévenir tout dommage résultant d'un arrêt de refroidissement des sources RX et des autres éléments refroidis (ex : pompes, monochromateur, hautes tension...).

- Le refroidissement de l'appareillage

Une unité de refroidissement à eau en circuit fermé de la source de rayons X adéquate (« chiller ») sera proposée par le candidat. Un système de filtration d'eau sera installé en sortie de « chiller » (filtre 5 microns). Le chiller sera déporté dans un local technique (prévoir 5 à 6 m).

I.9. Généralités techniques

Le câblage électrique ainsi que les connectiques et les connexions fluides devront être de haute qualité et conformes aux normes européennes en vigueur. L'ensemble sera conforme à la réglementation européenne en matière de compatibilité électromagnétique.

L'ensemble de l'appareillage devra pouvoir être étuvé facilement sans démontage de pièces mécaniques ou électriques. Le contrôle de l'étuvage doit être automatique et soumis à une sécurité vis à vis d'une remontée importante de pression en cours d'étuvage. De même, une sécurité concernant l'eau de refroidissement sera présente si certaines parties de l'appareil doivent être refroidies pendant l'étuvage (ex : pompe turbo moléculaire).

I.10. Portes-échantillons

Un kit complet de portes-échantillons et/ou porte multi-échantillons (plots, barrettes, platines) de grande taille (environ 60 mm x 60 mm) est demandé. Ces portes-échantillons doivent être compatibles avec le dispositif de transfert et doivent permettre d'utiliser tous les modes de machine (analyse angulaire, Zalar rotation, mesure sur poudre,...). Le nombre et les spécificités des différents portes échantillons fournis seront indiqués. Dans l'idéal, 3 portes-échantillons « classiques » permettant la préparation anticipée des analyses seront attendus

au minimum. L'épaisseur maximale et la taille maximale des échantillons devront également être précisées pour chaque type de porte échantillon (s'il y en a plusieurs) et pour chaque type de mesure si c'est différent.

I.11 Consommables + échantillons de calibration

- Un jeu complet de consommables (anodes, filaments flood /ion gun, joints, filtre...) devra être inclus à l'offre.
- Des échantillons permettant de faire la calibration en énergie, intensité, résolution spatiale, vitesse d'érosion, imagerie, etc seront livrés avec l'équipement.

II. Système informatique, ordinateur et logiciels

Pour le pilotage, l'acquisition et le traitement des données, le système devra inclure :

- Un ordinateur de grande qualité et de marque reconnue avec une taille de disque dur supérieur ou égale à 1 To avec deux écrans LCD de 24 pouces
- un OS performant de type Windows 10 pro.

Il sera effectué l'installation du programme d'acquisition sur au moins un autre poste du laboratoire de façon à pouvoir contrôler l'appareillage à partir de ce poste qui ne sera pas dans la même pièce que l'équipement.

La prestation devra comprendre les mises à jour du logiciel (acquisition et traitement de données) compatible avec l'équipement pour une période d'au moins cinq ans au-delà de la garantie, et si possible illimitée. Dans le cas souhaitable où le candidat s'engage sur une mise à jour supérieure à cinq ans, cette durée sera précisée.

III. Formation

L'offre de base comprendra la formation des utilisateurs dans les locaux de l'Université de Rennes 1 avec au moins :

- Formation initiale de prise en main à l'issue de la période d'installation sur site de 3 jours, comprenant l'utilisation courante du spectromètre XPS
- Formation complémentaire de 3 jours par un expert applications dans les locaux de l'Université, pour former les utilisateurs en mode avancé aux différentes applications, environ 6 à 8 mois après la mise en service.

Pour ces deux formations, les frais de transport et du séjour seront à la charge du candidat. La période et le programme précis seront déterminés entre le fournisseur et les utilisateurs.

Le candidat fournira un programme détaillé ainsi que le contenu de ces formations, et précisera les modalités (durée), nombre de personnes maximum admises.

IV. Garantie et SAV

La garantie sera de 24 mois, pièces (hors consommables), main-d'œuvre et frais de déplacements compris, à partir de l'admission technique du matériel. Elle devra couvrir l'ensemble du matériel fourni (base et options, le cas échéant), y compris le matériel informatique. La prestation est couverte par une garantie technique (pièces et main d'œuvre) dont la durée sera précisée par le candidat. Cette garantie porte sur l'ensemble de l'équipement (base et options).

La garantie couvre le démontage, le remplacement et le remontage des parties de l'équipement qui seraient à l'usage reconnues usées ou défectueuses. Cette obligation s'étend notamment à la couverture des frais consécutifs au déplacement, à l'emballage et au transport de matériel, nécessaires à la remise en état ou le remplacement du matériel, qu'il soit procédé à ces opérations sur le lieu d'utilisation ou que le matériel soit retourné dans les établissements du candidat sur demande de ce dernier.

A ce titre, le candidat doit joindre un descriptif détaillé de la mise en œuvre de la garantie contractuelle, précisant notamment : les délais d'intervention, les modalités d'intervention, (numéro d'appel, coordonnées du service après-vente...) et toutes informations jugées utiles pour la bonne exécution de ce service.

Une extension de garantie et/ou un contrat de maintenance couvrant au moins les 3 années après la fin de la garantie de 2 ans devra être proposée. Cette extension de garantie/contrat de maintenance devra comprendre au moins une visite préventive annuelle et une visite curative annuelle incluant les pièces détachées (hors consommables). Les coûts concernant la main-d'œuvre et les frais de déplacements des ingénieurs correspondant à ces visites devront être couverts dans le contrat.

Une assistance technique en hotline d'une durée illimitée sans coût supplémentaire devra compléter la prestation.

Le candidat joindra également un descriptif détaillé du fonctionnement de son service après-vente, précisant notamment : les délais d'intervention, les modalités d'intervention (numéro d'appel, coordonnées du service après-vente...) et toutes informations jugées utiles pour la bonne exécution de ce service.

Enfin les fréquences de remplacement et les prix de l'ensemble des consommables et pièces détachées seront listés et précisés.

V. Livraison :

Le matériel devra être livré sur site avant le 28 octobre 2022.

Le titulaire assurera l'intégralité de l'installation, des raccordements et la mise en service du matériel en collaboration avec le client. Le titulaire devra mentionner le délai d'installation, de raccordements et de mise en service à partir de la livraison qui ne devra pas excéder 4 mois.

Le candidat devra indiquer dans la réponse au présent appel d'offres les tests sur Ag et PET qu'il réalisera lors de la mise en service, avec les résultats attendus.

Lors de la mise en service du matériel, le titulaire communiquera à l'Université de Rennes 1 les résultats qui prendront valeur contractuelle.

Les candidats indiqueront dans l'offre tous les éléments techniques nécessaires à la préparation de l'installation.

Variantes Supplémentaires à réponse obligatoire

Les candidats devront proposer :

VS1 : Une valise de transport d'échantillons sous atmosphère inerte (pression atmosphérique ou légèrement supérieure) pourra être proposée. Cette valise devra être totalement compatible avec le système d'introduction des échantillons dans l'équipement et ainsi permettre un transfert direct des échantillons (ou de leur support) de la valise au sas d'introduction sans exposition à l'atmosphère ambiante de la pièce. L'information technique comprendra notamment les cotes hors tout de ce système, la dimension (largeur, profondeur, hauteur) des échantillons ou des supports d'échantillon accessibles. La procédure de transfert sera explicitée.

VS2 : Un dispositif d'analyse UPS avec lampe UV Hélium et un obturateur.

VS3 : Un système d'imagerie dont il sera précisé les caractéristiques.

VS4 : Un dispositif de profilage par abrasion ionique à clusters d'ions

Variantes Supplémentaires à réponse facultative

VS5 : Un dispositif de profilage par abrasion ionique Argon double source : cluster d'ions et ionique monoatomique

VS6 : Une source Al standard pourra être proposée et/ou une twin anode Al/Ag. Les tensions de travail, les courants, la puissance, possibles seront précisées.

VS7 : Un parking pour échantillons dans le SAS ou la chambre d'analyse.

VS8 : Un onduleur compatible avec les caractéristiques techniques de la machine pour délivrance d'un courant stable sur l'alimentation du système.

VS9 : Une extension de garantie et/ou un contrat de maintenance additionel(le) aux 2 +3 ans prévus dans l'offre de base de 1 an supplémentaire (comprenant 1 visite préventive annuelle + 1 visite curative annuelle incluant pièces, main d'œuvre et frais de déplacement).

VS10 : Une extension de garantie et/ou un contrat de maintenance additionel(le) aux 2 +3 ans prévus dans l'offre de base de 2 ans supplémentaires (comprenant 1 visite préventive annuelle + 1 visite curative annuelle incluant pièces, main d'œuvre et frais de déplacement).

VS 11 : Une extension de garantie et/ou un contrat de maintenance additionel(le) aux 2 +3 ans prévus dans l'offre de base de 3 ans supplémentaires (comprenant 1 visite préventive annuelle + 1 visite curative annuelle incluant pièces, main d'œuvre et frais de déplacement).

VS12 : Un kit de consommables supplémentaire.

VS13 : Suite à l'installation, la prestation devra inclure également deux types de formation gratuite proposés par le constructeur :

- Un stage « maintenance courante du spectromètre » pour 1 personne entre 3 à 5 jours chez le fabricant (dans les 6 mois suivant la mise en service). Les frais de transport et du séjour seront à la charge du client.
- Un stage « optimisation de l'analyseur et du canon à ion » effectué environ 6-8 mois après l'installation. Les frais de transport et du séjour seront à la charge du client.

Le candidat fournira un programme détaillé ainsi que le contenu de ces formations, et précisera les modalités (durée), nombre de personnes maximum admises.

Les critères de sélection seront les suivants, par ordre d'importance décroissant :

- **Valeur technique de l'offre 45 %**
- **Coût 30 %**
- **Qualité du service après-vente 15 %**
- **Qualité de la formation 5 %**
- **Délai d'exécution 5 %**

Modalités de règlement

40 % du montant total HT sera versé à la commande.

30 % à la livraison

30 % à la mise en service

Fait à UNIVERSITE DE RENNES 1 le 15/10/2021.

Document établi par Mme la Responsable de SCANMAT et le Pôle des Achats

Par délégation de M. le Président de l'Université de Rennes 1