



Ministère de l'Enseignement supérieur et de la recherche

UNIVERSITE DE FRANCHE-COMTE  
1, RUE CLAUDE GOUDIMEL  
25 030 BESANCON  
☎ : 03.81.66.50.79

## MARCHE PUBLIC - APPEL D'OFFRES OUVERT

### CAHIER DES CLAUSES TECHNIQUES PARTICULIERES

CCAP n° 18.012 du 18 septembre 2018

Procédure de Consultation utilisée : Appel d'Offres Ouvert en application des articles 48 à 68 du décret 2016-360 du 25 mars 2016.

### ACQUISITION D'UN DIFFRACTOMETRE A RAYONS X DEDIE AUX COUCHES MINCES

#### DATE LIMITE DE RECEPTION DES OFFRES

**Mercredi 7 novembre 2018 à 12h00 (heure de Paris)**

**PERSONNE RESPONSABLE DU MARCHE :** Monsieur le Président de l'Université

**COMPTABLE ASSIGNATAIRE DES PAIEMENTS :** Monsieur l'agent comptable de l'Université

Le présent document comprend 5 feuillets numérotés de 1 à 5.

Ce projet, porté par l'Institut UTINAM UMR UFC CNRS 6213, doit permettre de renforcer les capacités d'analyse par diffraction de rayons X en extrême surface de la plateforme MIFHYSTO. Cette plateforme répond aux problématiques de surface (dépôts en couches minces, modification de surface par usinage ou électro polissage...) qui sont l'objet des recherches de l'ICB-LERMPS pour la voie sèche, de l'Institut UTINAM-SRS pour la voie humide et de FEMTO-DMA pour les aspects concernant l'usinage.

Le diffractomètre de base devra permettre l'analyse de phases pour des poudres, des matériaux massifs et des couches minces. Des mesures de contraintes résiduelles sur matériaux massifs et films minces sont demandées. L'appareil devra également réaliser des mesures de micro-diffraction sur des échantillons massifs de tailles variées et de différentes formes, avec la possibilité d'exécuter des cartographies.

Des options indépendantes devront être proposées pour des mesures sur couches épitaxiées, un système de refroidissement externe, des mesures de texture, de réflectométrie sur des couches minces cristallines ou amorphes et des mesures en températures ou atmosphère contrôlée.

Les projets de recherche de la plateforme MIFHYSTO étant en perpétuelle évolution, il faudra que le système installé réponde à toutes les évolutions des configurations pour les 15 prochaines années à venir.

L'appareil devra répondre aux normes de sécurité et de fabrication en vigueur en France. Enceinte de protection homologuée contre les rayons X (NF74-100) et aide à la mise en place de la norme NFC15-160.

### **Ensemble de base du diffractomètre de rayons X :**

Le système devra être modulable afin de pouvoir être reconfiguré le plus facilement et le plus rapidement possible avec les montages optiques les plus optimisés pour les mesures :

- \* En diffraction Bragg-Brentano pour la caractérisation de phases sur poudres et échantillons massifs,
- \* En diffraction en incidence rasante (GID) pour la caractérisation de phases de couches minces ou en extrême surface,
- \* En contraintes résiduelles sur films minces et échantillons massifs,
- \* En micro-diffraction avec cartographie,

#### **- Diffractomètre des rayons X :**

Enceinte de protection intégrale avec accès au goniomètre ergonomique et vue du goniomètre au cours de la mesure.

Goniomètre vertical theta/theta. Goniomètre de grande modularité avec cercle de focalisation de grand diamètre permettant d'assurer une bonne résolution et garantissant toutes les évolutions à venir. La distance entre la fenêtre tube et la fenêtre du détecteur sera précisée. Goniomètre à moteurs pas à pas et ajustement des positions rapides. Accessoires de réglage et d'alignement de la machine à inclure, outils de maintenance pour réalisation possible par le personnel du laboratoire.

#### **- Source X :**

La source X devra pouvoir émettre en géométrie foyer linéaire (cas des mesures en mode Bragg Brentano, des mesures en incidence rasante) et en foyer ponctuel (cas de mesures de contraintes et en micro-diffraction). Les deux types de géométrie de sources devront être disponibles.

Les mesures de recherche de phases, d'incidence rasante, de micro-diffraction seront effectuées avec une source au cuivre pour optimiser les conditions de mesures. Les mesures de contraintes résiduelles (sur les composés base Fe notamment) nécessiteront l'utilisation d'une source au chrome pour garantir la meilleure précision dans les résultats. Les deux types de source devront être proposés.

Les procédures de changement de tube et de passage de foyer linéaire à ponctuel (et inversement) devront minimiser le nombre de manipulations et seront décrites avec les durées pour ces changements.

Les autres longueurs d'onde notamment du domaine de la métallurgie (Mo ou Mn) devront pouvoir être utilisées sur cet équipement pour envisager toutes les applications à venir.

- **Optiques primaires :**

Fentes de divergentes motorisées pour mesure en géométrie Bragg Brentano. Fentes pouvant travailler en mode fixe et en mode variable pour optimiser l'intensité de mesure sur un grand domaine angulaire.

Miroir faisceau parallèle monochromatique pour la réalisation de mesures d'incidence rasantes avec source au cuivre. Cette optique permet d'obtenir un faisceau hautement parallèle avec très faible divergence dans le plan parallèle au faisceau. Cette dernière divergence devra être la plus faible possible afin de maîtriser au mieux la pénétration du faisceau dans les couches superficielles des échantillons en incidence rasante.

Optique dédiée aux mesures en mode faisceau ponctuel permettant d'optimiser les conditions de mesure avec les différents types de sources lors des mesures de contraintes résiduelles et de micro-diffraction.

Les procédures de mise en place des optiques primaires devront minimiser le nombre de manipulations et seront décrites avec les durées pour ces changements.

Les accessoires liés aux optiques primaires demandées devront être proposés : absorbeurs, collimateurs, fentes... Ils devront être compatibles avec les différentes configurations souhaitées. Le jeu de collimateurs proposé permettra de réaliser des mesures avec une taille de spot sur l'échantillon d'environ 150µm jusqu'à 2mm. Un jeu de fentes sera proposé, couvrant la gamme de 100µm à 1,5mm. La mise en place de ces accessoires devra être la plus simple possible et le temps d'installation précisé.

- **Optiques secondaires :**

Les optiques secondaires devront être proposées pour un fonctionnement optimal du système dans toutes les configurations demandées. La mise en place de ces optiques secondaires devra être décrite et le temps d'installation indiqué.

- **Platines porte-échantillons :**

Porte-échantillon motorisé en K $\phi$ i, Phi, x, y et z. Les translations en x et y, pour le centrage de l'échantillon et cartographie, devront être les plus grandes possibles. La motorisation en hauteur permettra l'alignement des échantillons et la bonne mise en place de la zone de mesure de l'échantillon dans le plan de diffraction dans le cas des mesures de contraintes et de micro-diffraction. L'espace disponible en hauteur sur le berceau devra permettre la mise en place d'échantillons d'épaisseur allant de quelques centaines de nanomètres à plusieurs dizaines de millimètres. Rotation en Phi pas à pas ou en mode infini.

Des systèmes de positionnement assisté de l'échantillon pourront être proposés. Un système de visée par vidéo et lasers permettra un bon positionnement de la zone à analyser et l'aide à la création rapide de méthodes de cartographie. Un système de positionnement

de précision pourra également être proposé pour garantir une position précise pour les mesures de contraintes. Ces systèmes de positionnement ne doivent gêner les mesures.

- **Détecteur rapide haute résolution :**

Un détecteur solide sera proposé : mesures en mode 0D (alignement, incidence rasante), en mode 1D (Bragg-Brentano, contraintes résiduelles) et en mode 2D (micro-diffraction et contraintes). Possibilité d'utilisation en mode balayage pour optimiser la résolution (résolution angulaire atteignable en géométrie Bragg Brentano à indiquer) et en mode fixe pour des mesures ultra rapides. La fenêtre de détection sera la plus grande possible afin d'optimiser les mesures en 2D et 1D suivant le type de mesures. La taille et les domaines angulaires devront être précisés.

Ce détecteur pourra être équipé d'une discrimination en énergie permettant d'optimiser le rapport pic/fond dans le cas d'échantillons fluorescents.

Ce détecteur devra être utilisé avec toutes les géométries de faisceau et dans tous les modes de mesures. Détecteur sans consommable et non détérioré par le faisceau direct.

- **Informatiques et logiciels :**

Il est demandé :

- \* Une station de travail avec programmes de contrôle et de diagnostic de l'appareil.
- \* Un logiciel d'acquisition des données permettant de saisir facilement la liste des échantillons, les programmes d'analyse et les méthodes de mesures de contraintes et de cartographies.
- \* Des logiciels de traitement des données : Recherche de phases avec base de données (l'accès à la base de données et sa durée seront précisés) / Analyse de profils de raies et étude fine de la cristallinité / Interprétations de mesures de contraintes résiduelles (échantillons massifs et couches minces).

- **Compléments techniques et SAV**

Le matériel devra être installé dans une salle tempérée dont la largeur de la porte d'accès est de 90 cm et sa hauteur de 200 cm. L'appareil devra être installé sans modification des accès et sans moyen de manutention lourd fournis par le laboratoire. Les dimensions et la masse du système seront précisées. Les conditions d'alimentation électrique et les besoins de réfrigération seront également mentionnés.

Un refroidisseur externe sera proposé en option. Toute solution de sécurisation du tube de rayons X pourra être présentée, notamment pour une mise en veille en sécurité en cas de coupure accidentelle du groupe froid externe.

Afin d'optimiser les coûts d'utilisation de l'appareil, le laboratoire sera attentif à minimiser les consommables nécessaires au fonctionnement du diffractomètre. Toutes les servitudes nécessaires (air comprimé ...) devront être mentionnées.

Des informations concernant la partie SAV seront fournies : Description de la structure et de l'organisation du SAV / Conditions de maintenance hors contrat SAV / Liste et prix des pièces et des consommables / Support technique système et logiciels. Les garanties prévues seront précisées.

Une liste de références des diffractomètres similaires en France ou en Europe devra être établie.

### **Options indépendantes :**

#### **Prestations supplémentaires éventuelles :**

Les options citées ci-dessous devront obligatoirement être chiffrées par le candidat. L'absence d'un chiffrage rendra l'offre irrecevable.

- **Option n°1 : Couches épitaxiées**

Les accessoires complémentaires (optiques, logiciels...) devront être proposés pour la diffraction haute résolution sur matériaux épitaxiés (cartographie du réseau réciproque).

- **Option n°2 : Refroidisseur externe**

Un refroidissement externe devra être proposé. Le groupe froid externe sera installé dans un local technique situé en dessous de la salle d'analyse (dénivellation d'environ 5m et distance entre diffractomètre et groupe froid de 10m maximum).

- **Option n°3 : Contrats de maintenance**

Un contrat de maintenance sur 10 ans est demandé avec interventions sur site tous les deux ans. D'autres modalités de contrats de maintenance peuvent être proposées, toujours sur une durée de 10 ans.

- **Option n°4 : Mesures de texture**

Les accessoires complémentaires (optiques, logiciels...), devront être proposés pour compléter le système de base, afin de réaliser des mesures de textures sur massifs et couches minces.

- **Option n°5 : Mesures en température**

Un dôme adapté au système de base pour des mesures en températures supérieures à 800°C (contraintes en température et atmosphère contrôlée) devra être proposé.

- **Option n°6 : Mesures de réflectométrie**

Les accessoires complémentaires (optiques, logiciels...), pourront être proposés pour compléter le système de base, afin de réaliser des mesures de réflectométrie sur des couches amorphes et cristallines.

Ces options (PSE) doivent apparaître sur un acte d'engagement séparé joint à ce dossier.

Le Pouvoir Adjudicateur se réserve le droit de retenir ou non ces options. Le candidat en sera informé lors de l'attribution du marché par courrier.

Signature du candidat (Responsable de la Société) précédée de la mention manuscrite « lu et approuvé »

Date :