

Ministère de l'Enseignement supérieur et de la recherche

Université de Franche-Comté
Maison de l'Université
1, Rue Goudimel
25030 Besançon
Tel : 03.81.66.50.79

Service.marches@univ-fcomte.fr

MARCHÉ PUBLIC

Cahier des clauses techniques particulières

APPEL D'OFFRES OUVERT

CCAP n °19.016 du 08/10/2019

OBJET DE LA CONSULTATION

**SPECTROMETRE DE MASSE A PLASMA A COUPLAGE
INDUCTIF COUPLE A UNE CHAÎNE DE
CHROMATOGRAPHIE IONIQUE**

*Procédure de Consultation utilisée : Appel d'Offres Ouvert en application des articles
R2124-1, R2161-2, R2161-5, R2162-1 à R2162-14 du code de la commande publique.*

DATE LIMITE DE RECEPTION DES OFFRES

Mercredi 18 décembre 2019 à 12h00 (heure de Paris)

Le présent marché a pour objet l'acquisition d'une chaîne analytique IC-ICP MS constituée d'un spectromètre de masse quadripolaire couplé à une source d'ionisation par plasma induit par haute fréquence (ICP MS) et d'une chaîne de chromatographie ionique (IC) pour la spéciation.

Les appareils, accessoires et consommables, obligatoirement neufs et non reconditionnés, seront livrés et installés au laboratoire Chrono-environnement (16 Route de Gray, 25030 Besançon Cedex ; bâtiment Propédeutique, salle -202K). Les matériels d'ancienne génération ne seront pas acceptés.

La réponse devra comprendre obligatoirement un poste informatique, le spectromètre ICP-MS simple quadripôle, la chromatographie ionique, tous deux munis d'un passeur d'échantillon. De plus, pour l'ICPMS, un système de refroidissement en circuit fermé, des pompes à vide (primaire et turbomoléculaire) et un système d'introduction des échantillons permettant la diminution de la durée d'analyse (boucle d'injection) devront être inclus. Pour la chromatographie ionique, une pompe quaternaire sera fournie ainsi qu'un kit de connectivité pour l'ICPMS, une vanne d'injection, un four et des colonnes pour la spéciation du Cr, du Hg, du Fe et de l'As.

1- Service après-vente, garantie et maintenance

Le candidat proposera, en option, un contrat SAV annuel, sur chacun des deux instruments, comprenant une maintenance préventive et des maintenances curatives illimitées (pièces, main d'œuvre et déplacement) pour une durée de 3 ans, portant la garantie totale des instruments à 5 ans. Les prestations incluses dans ce contrat seront décrites.

Les taux horaire et coût de déplacement ainsi que le délai d'intervention sur site hors période de garantie ou hors contrat de maintenance devra être renseigné à titre informatif.

2- Consommables

Un kit de consommable de rechange (pour ICP MS : cônes, chambre de nébulisation, torche, injecteur, tuyaux de pompe... ; pour IC : colonne, boucle d'injection...) devra être fourni.

La liste de l'ensemble des consommables devra être fournie, précisant les références fournisseurs et les prix, indiquant quelle remise systématique pourra être effectuée par rapport aux prix catalogue. Une estimation de la fréquence de remplacement des consommables sur un an, pour une utilisation de 8 h/jour, 5 j/semaine et 52 semaines/an est demandée.

3- Contraintes

Un manuel de pré-installation indiquant les contraintes techniques (poids, dimensions, niveaux sonores, environnement du laboratoire, extraction, climatisation, type de gaz et qualité, manomètres associés) liées à l'installation de l'instrument devra être produit. La puissance du système, le nombre de prises électriques nécessaires, la présence ou non d'un système de sécurisation en cas de coupure de courant, d'extraction ou de gaz devront être précisés.

4- Système informatique, acquisition de données et logiciel

Les spécifications du système informatique minimum devront être données. Le PC fourni devra posséder des ports réseau et USB. Il devra comprendre l'unité centrale avec présence de

Microsoft Office ou équivalent, l'écran, l'imprimante, le clavier, la souris au minimum. Un logiciel unique, en français, intégrant tous les plug-in nécessaires aux accessoires est demandé. Il devra intégrer et permettre de piloter la totalité de la chaîne analytique (ICP MS et IC). Il devra permettre une compatibilité maximale avec d'autres logiciels (exportation des résultats sous Excel).

Hormis la licence fournie avec les instruments faisant l'objet du marché, 3 autres licences seront incluses à l'offre pour pouvoir par exemple retraiter des données sur d'autres PC sur lesquels elles seront installées. Les mises à jour du logiciel devront être gratuites pendant la durée de vie complète du matériel.

Le logiciel permettra le traitement de données dès leur acquisition. Une fenêtre de contrôle permettra de vérifier l'état complet de l'instrument. Les processus d'allumage et d'optimisation ainsi que l'extinction de l'instrument seront automatisés et leur bon déroulement sera affiché sur le logiciel.

Les diagnostics internes doivent être disponibles.

La fenêtre d'optimisation permettra d'afficher les paramètres de l'instrument, les signaux ou rapports. Tous les paramètres de l'instrument (exemple pour l'ICP MS : position de la torche, paramètres du plasma...) doivent être enregistrables.

Le logiciel devra proposer une auto-optimisation complète de l'instrument. Les étalonnages pourront être réalisés par étalonnage externe, ajouts dosés. Les données pourront être retraitées sans avoir besoin de ré-analyser les échantillons.

A) ICP MS simple quadripôle

Le matériel proposé devra être compact et de petite taille, pour pouvoir être disposé sur une paillasse et contre un mur (optimisation de son positionnement par rapport à l'espace disponible). Le fournisseur devra décrire précisément l'entretien à effectuer (cônes, lentille d'extraction, cellule de collision/réaction) ainsi que l'accessibilité pour effectuer ces opérations. L'accès aux cônes devra être simple et sans cassage du vide dans le reste du système. Les éléments de la torche, pour laquelle il conviendra de préciser si un alignement est requis, devront être démontables indépendamment (support, injecteur et torche). Si des vidéos, explicitant les actions de maintenance réalisables par l'utilisateur sont disponibles, elles devront être fournies.

1- Spécificités générales

Le châssis doit être en acier inoxydable ou matériau résistant à l'oxydation. L'alimentation électrique sera précisée.

Des procédures de sécurité adaptées seront utilisées pour un arrêt automatique et sécurisé en cas de coupures de courant, de fourniture de gaz, de refroidissement, de perte de vide ou de mauvais fonctionnement de l'instrument. En outre, tous les événements seront enregistrés dans un fichier électronique.

Un système d'extraction minimal des gaz et de la chaleur est demandé. Les débits de l'extraction ainsi que la chaleur dégagée par le système seront précisés.

Le système de refroidissement sera conçu pour des applications de routine. Il pourra être placé jusqu'à une quinzaine de mètres de l'instrument et devra être équipé d'alarmes de débit, pression, température...

Le vide de l'instrument sera assuré avec un nombre minimal de pompes (turbomoléculaire et primaire) afin de limiter les opérations de maintenance. Le nombre devra être précisé. La

pompe primaire pourra être déportée jusqu'à 3m de l'instrument et sera placée sur roulettes afin de faciliter les maintenances. Un caisson d'insonorisation sera obligatoirement fourni.

L'ICP-MS doit maintenir les performances optimales sous les conditions suivantes: température 15-35°C (changement maximum 2°C/heure), humidité (sans condensation) entre 20 et 80%. La conception du système doit fournir une réponse en masse permettant d'offrir les meilleures limites de détection pour tous les éléments. Ces limites de détection devront être renseignées pour les éléments classiquement analysés dans une eau.

Un passeur d'échantillon complètement contrôlé par le système informatique sera aussi proposé.

2- Système d'introduction d'échantillons

Le système d'introduction de l'échantillon se composera d'une nébulisation pneumatique (nébuliseur et chambre de nébulisation) sous argon.

Une pompe péristaltique sera présente afin de faciliter l'arrivée d'échantillons vers le nébuliseur. Trois voies seront disponibles afin de délivrer l'échantillon, drainer la chambre de nébulisation et ajouter en ligne les standards internes. La pompe sera disposée au plus près du système d'introduction de l'échantillon pour limiter les temps de transfert et les temps de rinçage.

La chambre de nébulisation et la torche seront conçues pour être facilement et rapidement enlevées pour la maintenance. L'enlèvement de la chambre de nébulisation doit pouvoir être réalisé sans affecter l'alignement de la torche.

Le système sera équipé d'une torche monobloc afin de réduire les fuites d'air éventuelles et les mauvais alignements. La position de la torche doit être complètement réglable dans les directions X,Y et Z avec une très bonne précision.

La chambre de nébulisation doit être refroidie, pour maintenir une température stable dans cette zone quelle que soit la température ambiante, pour éliminer la quantité de solvant introduite dans le plasma et ainsi minimiser le taux d'oxydes. Afin d'avoir une température réglée précisément, le système de nébulisation sera équipé d'un refroidissement par effet Peltier (pouvant atteindre des températures négatives). Le taux d'oxydes, paramètre reflétant la robustesse du plasma, ne devra pas excéder 2 % dans les conditions standards d'utilisation. La chambre de nébulisation doit être résistante aux acides courants pour une applicabilité maximale aux analyses de routine. La disponibilité d'un kit d'introduction inerte, fabriqué en polypropylène ou en PFA et permettant l'introduction d'acides agressifs (HF,..) sera précisée pour information uniquement.

3- Source ICP

Un générateur radio-fréquences (RF) est nécessaire pour l'ICP. Un générateur de fréquence 27MHz équipera le matériel afin d'obtenir un plasma robuste et suffisamment chaud pour une ionisation optimale des éléments. Il doit générer une puissance de 400 à 1600W contrôlée par le PC. La bobine RF doit être refroidie par eau pour une efficacité optimale et une plus longue durée de vie.

Le système doit être capable de changer automatiquement les paramètres de plasma (débit de gaz, puissance du plasma, profondeur d'échantillonnage) durant une analyse. Tous les débits de gaz, qui seront contrôlés par des débitmètres massiques distincts devront être précisés dans la réponse du fournisseur. Le temps de préchauffage, afin d'obtenir un plasma stable, ne devra pas excéder 30 min.

4- Interface ICP-MS

L'interface doit consister en un jeu de 2 cônes, un cône échantillonneur et un cône excréteur,

permettant de guider les ions afin de fournir un maximum de signal (sensibilité élevée). La fréquence de nettoyage des cônes et de la lentille d'extraction sera précisée. La charge totale en sel tolérée pour laquelle l'encrassement des cônes n'est pas accentué sera définie.

Deux jeux de cônes, l'un en nickel de haute pureté, l'autre en platine pour l'analyse de solutions en acide fluorhydrique ou solvant organique seront inclus. Une vanne d'isolation permettant d'isoler le système de vide sera disponible. Ainsi, la maintenance des cônes et de la lentille d'extraction sera possible sans nécessité de couper le vide. L'accès aux cônes sera aisé afin de permettre un démontage/montage dans un temps très court. La conception de l'interface doit permettre à l'instrument une bonne tolérance aux matrices chargées. Les orifices des cônes seront aussi petits que possible afin d'avoir un vide optimal et de réduire la quantité de matrice transférée au système de vide.

5- Optique ionique et analyseur de masse quadripôle

Les lentilles ioniques doivent être complètement contrôlées par le logiciel. Une auto-optimisation des lentilles ioniques doit être disponible dans le logiciel. Une configuration de lentilles hors-axe doit permettre une très haute transmission des ions sur toute la gamme de masse (de 2 à 290 uma) et diminuer la perte de sensibilité des masses légères.

L'analyseur sera de type quadripolaire. La nature du matériau constituant les 4 barreaux sera précisée. Une configuration optimale, permettant d'avoir la meilleure forme des pics et la meilleure résolution sera proposée. Le bruit de fond ne devra pas excéder 0.2 cps. Les interférences de doubles charges doivent être gérées par l'optimisation automatique de l'instrument. Les interférences isobariques doivent être gérées par le logiciel et l'activation d'équations d'interférences isobariques.

6- Cellule de collision réaction

Le système doit proposer une cellule de collision/réaction (CC/R) pour supprimer les interférences polyatomiques créées dans le plasma. Le dispositif de CC/R doit être robuste et capable de tolérer l'introduction de matrices complexes. Il est essentiel que le système soit simple à opérer pour des analyses multi-élémentaires dans des matrices complexes et de compositions variables.

Le processus de collision sera réalisé par un gaz inerte pur unique tel que l'hélium, à un débit inférieur à 10 ml/min. La capacité à réaliser des analyses quantitatives sur l'ensemble du spectre de masses en mode collisionnel devra aussi être disponible. Additionnellement, un système de filtre des basses masses, situé à l'entrée de la cellule de collision/réaction équipera le système afin de supprimer les interférences connues provenant de précurseurs aux masses basses.

7- Optimisation automatique des réglages

Une optimisation automatique des réglages de l'instrument (profondeur torche/injecteur, ajustement torche/interface, débit nébuliseur, position torche, lentilles extraction...) sera possible. Le matériel sera équipé d'une caméra permettant de visualiser le plasma afin de vérifier son bon fonctionnement et pouvoir optimiser les méthodes analytiques. L'optimisation s'effectuera à partir d'une solution comprenant Li, Co, In et U à minima à 1 µg/L. Le nombre de coups par seconde attendu devra être précisé dans la réponse du fournisseur. Des rapports de performance devront être générés afin d'assurer la traçabilité du fonctionnement et des performances de l'instrument.

8- Détecteur

La durée de vie du détecteur sera donnée dans des conditions d'utilisation de routine. Il devra être facilement démontable. Le détecteur sera un multiplicateur d'électrons, composé d'une série de dynodes discrètes. Il sera capable d'opérer simultanément en mode pulsé et analogique, dont la gestion sera automatique, et devra être linéaire sur 9 ordres de grandeur. La calibration des deux modes du détecteur sera automatisée et réalisable par le logiciel. Le système permettra une analyse semi-quantitative de tous les éléments du tableau périodique afin de visualiser la présence d'éléments non quantifiés dans les échantillons.

9- Passeur d'échantillons et boucle d'injection

Le passeur proposé, d'une capacité de 2 portoirs, équipé d'une pompe à vide, devra permettre de faire des injections à travers une boucle d'injection et l'ajout d'étalons internes. Il sera automatisé et piloté par le logiciel. Il devra permettre les analyses d'échantillons contenus dans des tubes de différentes capacités (50 ml, 15 ml...), comporter des stations dédiées aux standards, contrôle qualité, blanc, rinçage ou échantillons. Les temps de prises d'échantillons, les vitesses de pompes devront être contrôlables pour chaque échantillon. Des portoirs de 21 positions (3 x 7) pour tubes de 50 ml, 40 positions (4 x 10) pour tubes de 20 ml, 60 positions (5 x 12) pour tubes de 10 ml seront fournis, deux pièces chacun. Un capot de protection du passeur sera inclus dans l'offre.

Le passeur sera proposé avec un système d'aspiration via une boucle d'injection permettant d'améliorer de façon considérable la cadence analytique.

10- Couplage périphérique externe

L'appareil doit être compatible avec le périphérique externe suivant : système chromatographique pour caractériser la spéciation d'éléments traces dans des échantillons liquides

B) Chromatographie ionique

1- Spécificités générales

L'appareil proposé devra être conçu intégralement dans un matériau inerte pour tous les composants en contact avec les liquides notamment les solutions aqueuses pour lesquelles la gamme de pH varie entre 0 et 14. Il doit également présenter une grande résistance aux solvants organiques. Il devra être composé d'une pompe gradient, d'une vanne d'injection, d'un passeur d'échantillons, d'un four et d'une colonne par application concernant la spéciation du chrome, de l'arsenic, du mercure, du fer et éventuellement du brome et de l'iode.

Il devra disposer d'une connexion très simple avec l'ICPM, afin de permettre un changement aisé et rapide de configuration : le passage IC-ICP MS à ICP MS doit pouvoir se faire sans avoir à éteindre le plasma, le passage du mode ICP MS au mode spéciation par couplage IC doit être inférieur à la minute. Le logiciel devra piloter et traiter les résultats de l'intégralité de la chaîne analytique (IC-ICP-MS) sur une seule interface informatique et un seul logiciel.

Dans un premier temps, le système sera dédié à la spéciation, mais devra également être évolutif et pouvoir fonctionner de manière déconnectée pour réaliser d'autres dosages en chromatographie ionique tels qu'anions, cations, sucres... Le matériel proposé devra pouvoir évoluer, à terme, vers la chimie potasse et la génération automatique d'éluants.

2- Pompe

Le matériel sera équipé d'une pompe gradient quaternaire avec dégazeur intégré, permettant des débits compris entre quelques μL par minute et une dizaine de millilitres par minute pour une gamme de pression atteignant les 5000 psi, afin de travailler sur des colonnes petites particules, améliorer la séparation et la cadence.

3- Vanne d'injection

La vanne d'injection électrique sera de type Rhéodyne inerte ou équivalente. Plusieurs boucles d'injection seront fournies.

4- Four

Un four pour colonne permettant la régulation de la température sur une plage située entre +5 et +60°C sera inclus dans l'offre.

5- Passeur d'échantillons

Un passeur d'échantillons comprenant au minimum 50 échantillons, avec filtration automatique avant injection devra être intégré dans l'offre.

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

Date