

07;12

## Способы оценки толщины осадков на поверхности охлаждаемых оптических элементов в вакуумных условиях с источниками загрязнения

© Е.В. Калашников, С.Н. Калашникова

Научно-исследовательский институт комплексных испытаний оптико-электронных приборов и систем, 188540 Сосновый Бор, Ленинградская область, Россия  
e-mail: evk5577@yandex.ru

(Поступило в Редакцию 27 декабря 2011 г.)

Описан простой способ оценки загрязнения (толщины и скорости роста слоя осадков) поверхностей элементов оптической системы, используемой в вакуумных условиях. Приведены экспериментальные результаты физического моделирования загрязнения бортовой оптики космического аппарата на орбите в условиях наличия собственной внешней атмосферы и сделано сравнение экспериментальных результатов с расчетными значениями. Результаты работы могут быть использованы при криостатировании оптических элементов в остаточной атмосфере вакуумной камеры.

На орбите при наличии собственной внешней атмосферы (СВА) космического аппарата (КА) часто наблюдается появление на элементах оптических систем осадков в виде тонких пленок [1]. Это естественное, но в данном случае нежелательное для оптики, явление уменьшает коэффициенты отражения и пропускания оптических систем. Кроме того, это явление вызывает низкочастотную модуляцию полезного сигнала вследствие интерференции светового пучка на слоях криогенных осадков. Последние ведут к искажению во времени уровня сигнала при его неизменной в действительности величине, что негативно сказывается на функционировании оптико-электронной аппаратуры (ОЭА) в целом.

При наземных испытаниях оптических приборов и систем в вакуумных камерах, имитирующих космическое пространство, присутствуют два вида загрязнений оптики: самозагрязнение и загрязнение оборудованием термовакуумной камеры [2,3]. Самые мощные источники загрязнения — это натекание паров масла из механических и диффузионных насосов, испарение и сублимация веществ с теплых поверхностей камеры, десорбция и обезгаживание веществ из красок, изоляционных материалов, пластмасс, термическое разложение материалов высокого молекулярного веса.

Как правило, все загрязнения содержат водяной пар и органические вещества средних и высоких молекулярных весов, которые имеют низкое давление паров. Низкомолекулярные органические соединения большей частью имеют высокое давление паров, а так как элементы оптических систем КА редко имеют температуру ниже  $-60^{\circ}\text{C}$  (только некоторые детекторы охлаждаются до  $-175^{\circ}\text{C}$  и ниже), эти вещества почти не задерживаются на поверхностях.

### Расчетный способ оценки загрязнения

Для оценки толщины осадка на оптической поверхности (иллюминаторы, внешние линзы и зеркала теле-

скопов, бленды, терморегулирующие покрытия и др.) можно воспользоваться известными соотношениями молекулярной физики, предполагая, что основным компонентом осадков являются газообразные продукты СВА при их осаждении на охлажденной поверхности.

При термоциклировании поверхности КА, т.е. при периодическом изменении температуры элементов КА, связанном с переходом КА с освещенного на теневой участок орбиты и обратно, а также связанном с взаимным затенением элементов его конструкции, температура материалов наружных элементов конструкции может изменяться в диапазоне от  $-190^{\circ}\text{C}$  до  $+120^{\circ}\text{C}$ .

Если химическое взаимодействие на охлажденной поверхности КА отсутствует, то процесс осаждения осуществляется благодаря ван-дер-ваальсовым силам в свободномолекулярном режиме течения газов СВА путем их адсорбции и конденсации. При коэффициенте прилипания молекул  $i$ -го газа из состава СВА, близком к единице будут справедливы следующие соотношения:

1) удельная скорость „откачки“  $i$ -го газа  $S_i$  с температурой  $T_i$  в объеме вблизи охлажденной поверхности, в качестве которой, например, выступает внешняя полированная поверхность зеркала на теневой стороне КА с температурой  $T_{\text{opt}}$ , будет равна

$$S_i = 3.64 \cdot 10^{-3} (T_i/M_i)^{1/2} (1 - p/p_i), \text{ м}^3/\text{с см}^2, \quad (1)$$

где  $M_i$  — молекулярный вес  $i$ -го газа,  $p/p_i$  — отношение равновесного предельного давления к давлению  $i$ -го газа на орбитальной высоте  $H$ , которое определяет сублимационный поток  $i$ -го газа,  $P_a$ ;  $p_i$  — парциальное давление  $i$ -го газа,  $P_a$  [4].

В общем случае  $T_i$  является переменной величиной, зависящей от скорости термоциклирования поверхности КА и параметров процесса переноса компонент СВА. В то же время сублимационный поток  $i$ -го газа, уменьшающий скорость роста осадка, определяется температурой конденсирующей поверхности  $T_{\text{opt}}$  и давлением насыщенных паров  $p_{\text{нас}}$  при температуре конденсирующей

поверхности  $T_{\text{opt}}$ . Поэтому (1) можно записать в виде

$$S_i = 3.64 \cdot 10^{-3} (T_i/M_i)^{1/2} \times [1 - p_{\text{nas}}(T_i)^{1/2}/p_i(T_{\text{opt}})^{1/2}], \text{ m}^3/\text{s cm}^2. \quad (2)$$

Из (2) следует, что для появления осадка на холодной поверхности и его роста давление насыщенных паров  $p_{\text{nas}}$  при температуре поверхности с осадком  $T_{\text{opt}}$  должно быть меньше величины  $p_i(T_{\text{opt}}/T_i)^{1/2}$ . По этой причине процесс осаждения определяется природой газов СВА и возможен только в том случае, когда температура поверхности с осадком будет достаточно низкой. Например, для паров воды СВА при их парциальном давлении  $p_i = 1 \cdot 10^{-3}$  Па поверхность с осадком должна быть захлажена до  $T_{\text{opt}} = 153$  К ( $-120^\circ\text{C}$ ), при этом  $p_{\text{nas}}$  составит величину порядка  $1 \cdot 10^{-5}$  Па.

1)  $V_{\text{cond}} = S_i S_{\text{opt}} t, \text{ m}^3$  — объем газообразных осадков для  $i$ -го газа, осевших на оптической поверхности с площадью  $S_{\text{opt}}$  за время  $t$ ;

3)  $Q_{\text{osad}} = V_{\text{cond}} p_i, \text{ m}^3 \text{ Torr}$  — количество  $i$ -го осадка, осевшего на оптической поверхности, где парциальное давление  $i$ -го газа  $p_i = \alpha_i p_{\text{sva}}, \text{ Torr}$ ;  $\alpha_i$  — доля  $i$ -го газа от общего давления в СВА. Здесь и далее при расчете толщины осадка предполагаем возможным использование простейшего уравнения для изотермы адсорбции газов — уравнения Генри, которое означает пропорциональность количества адсорбата на единице поверхности адсорбента давлению адсорбата в газовой фазе;

4)  $Q_{\text{g-mol}} = pV = p_{\text{norm}} V_{\text{norm}} T_i / T_{\text{norm}}, \text{ m}^3 \text{ Pa}$  — количество газа в одной грамм-молекуле при  $T_i \approx T_{\text{sva}}$ ;

5)  $N_{\text{osad}} = (Q_{\text{osad}} N_A) / Q_{\text{g-mol}}$  — количество молекул  $i$ -го газа, осевших на оптической поверхности за время  $t$ ;

6)  $V_{\text{mol}} \approx \pi (d_{\text{osad}})^3 / 6, \text{ m}^3$  — объем молекулы  $i$ -го осадка при ее эффективном размере  $d_{\text{osad}}$ ; при этом размер молекулы осадка для расчета можно взять из справочной литературы, например [5], или определить по формуле

$$d_{\text{osad}} \approx (6M_i / 6.02 \cdot 10^{26} \pi \rho_i)^{1/3}, \text{ m}, \quad (3)$$

где  $\rho_i$  — плотность  $i$ -го осадка,  $\text{kg}/\text{m}^3$ ;

7)  $V_{\text{osad}} = V_{\text{mol}} N_{\text{osad}}, \text{ m}^3$  — общий объем молекул  $i$ -го осадка, осевшего на оптической поверхности за время  $t$ ;

8)  $D_i = V_{\text{osad}} / S_{\text{opt}}, \text{ m}$  — толщина осадка для  $i$ -го газообразного продукта СВА на оптической поверхности за время  $t$ .

Таким образом, значение толщины осадка для  $i$ -го газообразного продукта СВА, осевшего на оптической поверхности для момента времени  $t$ , составит:

$$D_i = C \cdot [(d_{\text{osad}})^3 p_i / (M_i T_i)^{1/2}] \times [1 - p_{\text{nas}}(T_i)^{1/2} / p_i(T_{\text{opt}})^{1/2}] \cdot t, \text{ m}, \quad (4)$$

где

$$C = [36.4 \pi N_A T_{\text{norm}} / 6 p_{\text{norm}} V_{\text{norm}}] = 18.2 \cdot 10^{25}, \text{ K}^{1/2} / \text{s} 10^2 \text{ Pa m}^3;$$

$N_A$  — число Авогадро;  $T_{\text{norm}} = 273.15$  К,  $p_{\text{norm}} = 76.03$  Па;  $V_{\text{norm}} = 22.4$  litre,  $d_{\text{osad}}$  — эффективный размер

мер молекулы осадка,  $m$ ;  $p_i$  — парциальное давление  $i$ -го газа, Па;  $M_i$  — молекулярный вес  $i$ -го газа,  $T_i \approx T_{\text{sva}}$  — температура  $i$ -го газа вблизи поверхности, К;  $p_{\text{nas}}$  — давление насыщенных паров  $i$ -го газа при температуре конденсирующей поверхности  $T_{\text{opt}}$ , Па;  $t$  — длительность процесса осаждения, с.

Заметим, что если только для  $i$ -го газа СВА величина  $S_i > 0$ , т.е. температура поверхности с осадком достаточно низка только для этого газообразного компонента СВА, то и слой осадка будет состоять только из  $i$ -го газа СВА.

Наряду с нарастанием загрязнений, из-за осаждения на внешних поверхностях КА продуктов собственной атмосферы, одновременно происходит очищение поверхностей за счет десорбции и распыления от ударов частиц верхней атмосферы Земли. Увеличение температуры внешних поверхностей КА ускоряет десорбцию загрязнений, а одновременное воздействие УФ-излучения Солнца приводит к крекингу углеводородных загрязнений, образуя плотную пленку загрязнений, скорость десорбции которой резко падает. Здесь нами процессы самоочищения не рассматриваются, значения толщины осадка, полученные по формуле (4) дают верхние значения оценки толщины осадков на критических поверхностях ОЭА без учета химических реакций в слое осадков.

На рис. 1 в качестве примера приведены результаты расчета по полученному уравнению (4) значений толщины слоя конденсата из паров воды с температурой  $T_i = 291$  К на полированной поверхности холодного ( $T_{\text{opt}} = 153$  К) зеркала для различных значений давления  $p_i$  СВА ( $p_i = 5 \cdot 10^{-5}$  Torr,  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $5 \cdot 10^{-3}$  Па) [6].

Отметим, что толщина слоя конденсата из паров воды для  $p_i = 5 \cdot 10^{-5}$  Па на поверхности зеркала за время  $t = 10$  h, рассчитанная по (4), составляет величину  $D_i \approx 0.72 \mu\text{m}$ .

Результаты расчетных оценок средней скорости роста толщины конденсата  $\Omega_i$  для двуокиси углерода ( $\text{CO}_2$ ), воды ( $\text{H}_2\text{O}$ ) и некоторых характерных представителей

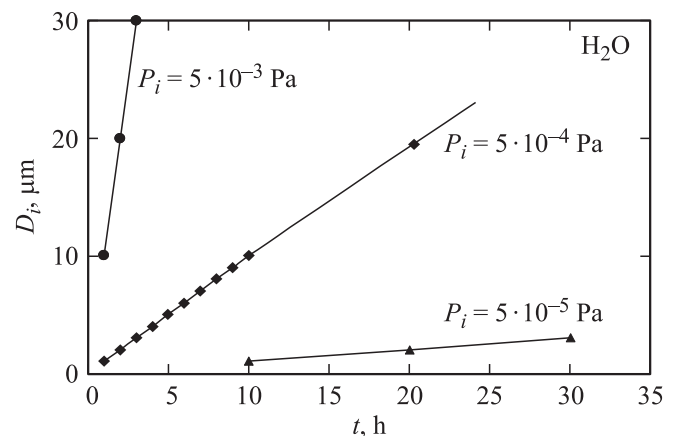


Рис. 1. Рост толщины слоя  $\text{H}_2\text{O}$  на зеркальной поверхности в первые сутки (для области Генри изотермы адсорбции газов):  $D_i$  — толщина осадка,  $\mu\text{m}$ ;  $t$  — длительность осаждения, hour.

Результаты расчетов средней скорости роста толщины конденсата при  $p_i = p_{sva} = 5 \cdot 10^{-7}$  Торр;  $T_i = 291$  К,  $T_{opt} = 80$  К

Состав СВА, химическая формула	Давление насыщенных паров, Торр	Молекулярная масса	Размер молекулы, nm	Средняя скорость роста слоя осадка $\Omega_i$ , $\mu\text{m}/\text{hour}$
Пары воды, ( $\text{H}_2\text{O}$ )	$10^{-13}$	18	0.28	0.10
Двуокись углерода, ( $\text{CO}_2$ )	$10^{-7}$	44	0.33	0.06
Диоктилфталат, ( $\text{C}_{24}\text{H}_{38}\text{O}_4$ )	$< 10^{-2}$	391	0.98	0.97
Гептан, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$	$< 10^{-2}$	100	0.51	0.16
Додекан, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$	$< 10^{-2}$	170	0.61	0.21
Ксилол, этилбензон, $\text{C}_8\text{H}_{10}$	$< 10^{-2}$	106	0.49	0.14
Метан, $\text{CH}_4$	10	16	0.33	Нет осадка

высокомолекулярных веществ — продуктов сгорания топлива и газовой выделения из герметизирующих прокладок, герметиков, клеев, эмалей и др. полимерных материалов приведены в таблице. Расчеты выполнены для области Генри изотермы адсорбции газов без учета процессов естественного очищения поверхности в условиях средней скорости роста слоя осадка  $\Omega_i$  на полированной поверхности для  $T_{opt} = 80$  К ( $-193^\circ\text{C}$ ),  $p_i \approx p_{sva} \approx 5 \cdot 10^{-5}$  Па и  $T_i \approx T_{sva} = 291$  К.

## Экспериментальный метод оценки загрязнения

Другой метод оценки загрязнения толщины  $D_i$  и скорости  $\Omega_i$  роста слоя осадков на поверхности элементов оптической системы заключается в физическом моделировании условий загрязнения бортовой оптики КА. Для этой цели при термовакуумных испытаниях (ТВИ) создаются условия собственной внешней атмосферы КА на орбите из остаточных газов воздуха и летучих конденсирующихся веществ, присущих конструкции данного КА.

Контроль состава атмосферы обеспечивается методами масс-спектрометрии, а наличие осадков и контроль роста слоя осадков осуществляются оптическими методами, например, интерференционными или спектральными.

На рис. 2 приведена развертка масс-спектра остаточных газов в вакуумной камере стенда при ТВИ образца алюминированного зеркала из ситалла с защитным покрытием  $\text{SiO}_2$  на стадии его захолаживания (при  $T = -125^\circ\text{C}$ ). С помощью квадрупольного масс-спектрометра Extorr XT200M зарегистрированы практически все пики номинальных ионов остаточной атмосферы воздуха в вакуумной камере при  $p = 4 \cdot 10^{-3}$  Па.

Получено, что состав масс-спектров остаточного газа на всех этапах ТВИ изделия определяется в основном ионами атомарного водорода  $\text{H}^+$ , молекулярного водорода  $\text{H}_2^+$  и гелия  $\text{He}^+$ . Вслед за водородом и гелием наиболее интенсивными пиками масс-спектра являются пики воды  $\text{H}_2\text{O}^+$ , азота  $\text{N}_2^+$ , угарного газа  $\text{CO}^+$  и углекислого газа  $\text{CO}_2^+$ . Другие линии масс-спектров остаточного газа образованы главным образом линиями фрагментов азота  $\text{N}^+$ , кислорода  $\text{O}^+$ , аргона  $\text{Ar}^+$  и различных соединений С, Н, N, O, Si.

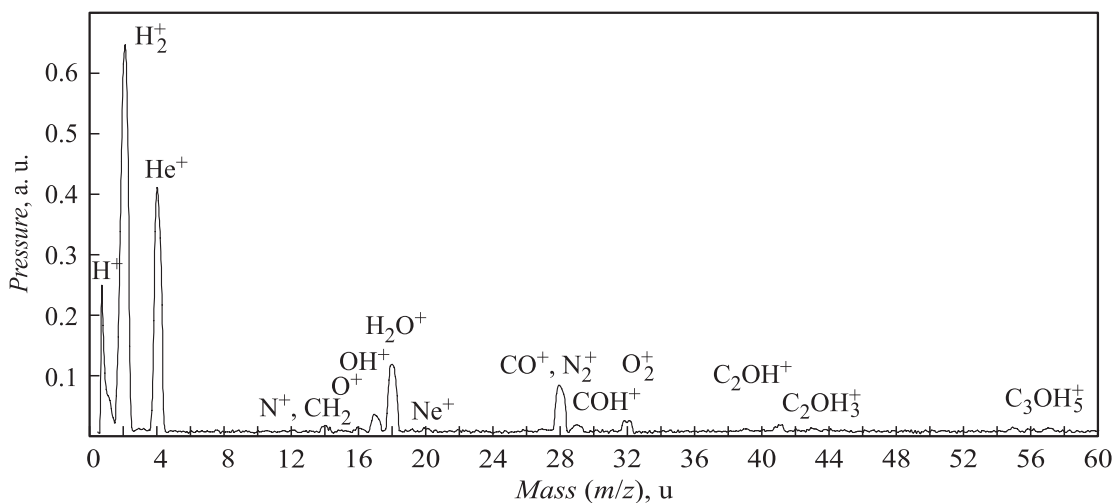
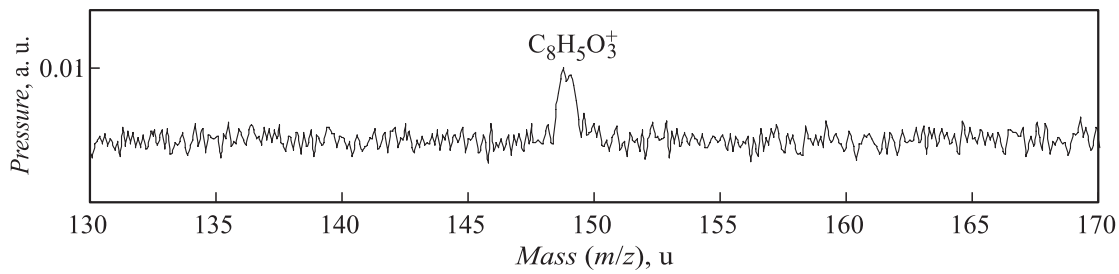


Рис. 2. Развертка масс-спектра остаточных газов в вакуумной камере с помощью квадрупольного масс-спектрометра Extorr XT200M в диапазоне  $m/z = 1-60$  u.



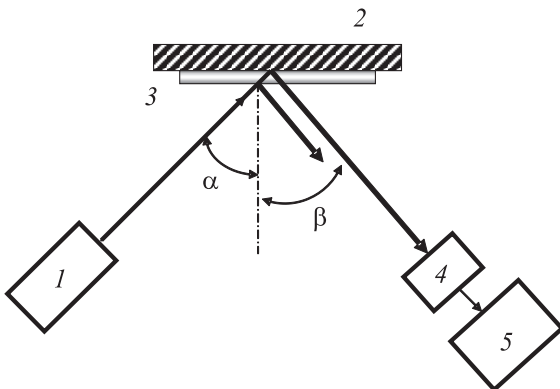
**Рис. 3.** Развертка масс-спектра остаточных газов в вакуумной камере с помощью квадрупольного масс-спектрометра Extorr XT200M в диапазоне  $m/z = 130-170$  u.

Обращает внимание в масс-спектрах остаточного газа на всех этапах ТВИ наличие пика иона  $m/z 149$ , являющегося ключевым пиком, который присутствует в масс-спектрах всех эфиров фталевой кислоты (рис. 3). Молекулярный родительский пик  $m/z 391$  нами не зарегистрирован, так как выходит за диапазон измерений масс  $m/z 1-200$  u. при использовании масс-спектрометра Extorr XT200M. Однако другие пики с  $m/z 43, 57, 113$  и  $149$  удалось идентифицировать как фрагменты диоктилфталата (следы эфира фталевой кислоты). Идентифицируемое по этим пикам вещество диоктилфталат ( $C_{24}H_{38}O_4$ ) может входить в пластификатор синтетического материала, например, в состав вакуумной смазки или кабельных пластификатов.

Интенсивность этих пиков значительно (на 1–2 порядка величины) меньше интенсивности пиков основных компонентов остаточной атмосферы — паров воды и углекислого газа. По этой причине слой осадков в данном примере на охлажденной поверхности состоит в основном из воды (льда) [7].

Для экспериментальной оценки значений роста толщины конденсата во времени использовался интерферометрический подход с регистрацией интерференции полос равного наклона [8] (рис. 4). При этом толщина слоя конденсата определялась как

$$D(t) = k(\Delta t)\lambda/2(n^2 - n_0 \sin^2 \alpha)^{1/2}, \quad (5)$$



**Рис. 4.** Схема регистрации толщины конденсата на поверхности зеркала: 1 — газовый лазер ГН-5П, 2 — зеркало, 3 — слой конденсата, 4 — фотоприемник ФД-24К, 5 — запоминающий цифровой осциллограф TDS2014В и/или самописец КСП4.

где  $k(\Delta t)$  — число максимумов за время  $\Delta t$  после начала роста толщины слоя конденсата на поверхности зеркала, наблюдаемых при интерференции отраженных пучков под углом  $\beta$ ,  $\alpha$  — угол падения лазерного пучка,  $\lambda$  — длина волны излучения лазерного пучка, падающего на зеркало,  $n$  — показатель преломления вещества конденсата,  $n_0$  — показатель преломления окружающей среды.

Метод интерференции полос равного наклона [8] позволяет также оценить величину показателя преломления криогенных осадков  $n_{\text{osad}}$ , измеряя одновременно количество максимумов  $k_1(\Delta t)$  и  $k_2(\Delta t)$  за время  $\Delta t$  для двух углов падения излучения  $\alpha_1$  и  $\alpha_2$ :

$$n_{\text{osad}} = \left\{ \left[ \left( \frac{k_1}{k_2} \right)^2 \sin^2 \alpha_2 - \sin^2 \alpha_1 \right] / \left[ \left( \frac{k_1}{k_2} \right)^2 - 1 \right] \right\}^{1/2}. \quad (6)$$

При образовании конденсата на поверхности зеркала скорость его образования нами измерялась путем непрерывной регистрации зеркально отраженного излучения с длиной волны  $\lambda = 06328 \mu\text{m}$ . Лучи, которые зеркально отражались от поверхности раздела вакуум-конденсат и зеркально отражались от поверхности раздела конденсат-зеркало, находились друг с другом попеременно то в фазе, то в противофазе по мере увеличения толщины конденсата. Приемник (кремниевый фотодиод ФД-24К), расположенный по направлению угла зеркального отражения  $\beta$  в плоскости падения, регистрировал изменяющийся сигнал во времени. При выбранных углах  $\alpha = \beta = 20^\circ$  картина интерференции в тонких пленках обычно наблюдалась вплоть до толщин  $1.5 \mu\text{m}$ . При больших толщинах конденсата интерференция не регистрировалась. Причиной этому, возможно, является падение интенсивности лучей, прошедших через слой конденсата и отраженных от поверхности зеркала на границе раздела конденсат-покрытие, а также возрастающее рассеяние падающего излучения на поверхности раздела вакуум-конденсат.

Кроме того, так как при охлаждении поверхности зеркала расход газообразных веществ в вакуумной камере не компенсировался, то конденсат образовывался с непостоянной скоростью. Этот факт на масс-спектрах отражался уменьшением интенсивности пиков воды  $H_2O^+$  и ее фрагментов  $OH^+$ ,  $O^+$ ,  $H^+$  при охлаждении зеркала. Это также отмечалось на временной развертке

ке интерференционной картины увеличением временных интервалов между максимумами сигнала с одновременным уменьшением их амплитудных значений. В этих условиях оценка толщины слоя конденсата на поверхности зеркала, наблюдаемых при интерференции по (5), составила величину  $D(\Delta t) = 0.98 + 0.1 \mu\text{m}$ , где  $\alpha = \beta = 20^\circ$ ,  $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$ ,  $n_{\text{osad}} = 1.33$  и  $k(\Delta t) = 4$  за  $\Delta t = 1 \text{ h}$  после начала роста толщины.

В то же время полученная расчетным способом по (4) оценка толщины слоя конденсата из паров воды для  $p_i = 6.3 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$  (при  $\alpha_i \approx 0.16$ ),  $d_{\text{osad}} = 0.28 \text{ nm}$ ,  $M_i = 18$ ,  $T_i = 291 \text{ K}$  за  $t = 1 \text{ h}$  соответствует величине  $D_i = 1.25 \mu\text{m}$ . Расчетная оценка толщины и скорости роста осадков на охлаждаемой оптической поверхности дает их завышенную величину.

Это обстоятельство можно объяснить, в частности, тем, что коэффициент термической аккомодации  $\sigma = (T - T_{\text{opt}})/(T_i - T_{\text{opt}})$ , определяющий эффективность передачи тепла при единичном столкновении молекул газа с поверхностью, не равен 1, т.е. температура  $T$  покидающих поверхность молекул  $i$ -го газа — части паров воды у холодного зеркала десорбированных с его поверхности в реальном эксперименте меньше средней температуры  $T_i$ , ( $T < T_i = 291 \text{ K}$ ).

Таким образом, расчетная оценка в грубом приближении позволяет прогнозировать кинетику роста криогенных осадков при эксплуатации оптических элементов в вакуумных условиях. Это дает возможность использовать соотношения (1)–(4) при рассмотрении пригодности сложных по составу конструкционных материалов для применения в оптико-электронной аппаратуре в вакуумных условиях.

## Список литературы

- [1] Акишин А.И. Космическое материаловедение. М.: НИИЯФ МГУ, 2007. 209 с.
- [2] Дмитриев И.Ю., Мирзоева Л.А., Воронич В.Б. и др. // Опт. журнал. 1998. Т. 65. № 12. С. 102–105.
- [3] Калашиников Е.В., Рачулик С.Н. // Опт. журн. 2008. Т. 75. № 12. С. 73–80.
- [4] Левин Г. Основы вакуумной техники. М.: Энергия, 1969. 272 с.
- [5] Физические величины. Справочник / Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. 1991. М.: ЭнергATOMиздат. 1232 с.
- [6] Акишин А.И., Новиков Л.С. Методика и оборудование имитационных испытаний материалов космических аппаратов. М.: МГУ, 1990. 89 с.
- [7] Зацепина Г.Н. Свойства и структура воды. М.: МГУ, 1974. 167 с.
- [8] Коломийцов Ю.В. Интерферометры. Л.: Машиностроение, 1976. 296 с.