



·光学元件激光损伤·

## 激光系统用密封圈除气对真空光学元件性能影响

牛龙飞, 尤辉, 吕海兵, 蒋一岚, 周国瑞, 李昌朋,  
黄林, 黄进, 苗心向, 姚彩珍, 蒋晓东

(中国工程物理研究院 激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900)

**摘要:** 光学真空系统内的非金属材料出气会产生分子态污染, 导致光学元件的透过率降低, 进而会加剧激光诱导损伤, 降低高功率激光装置的负载能力。提出对通光环境内的密封材料进行优选, 开展热真空烘烤实验研究。结果表明, 氟橡胶 246 出气量较小, 温度对材料除气效果影响较大, 且密封圈经过真空烘烤除气对光学特性影响较低, 与密封圈不进行真空烘烤处理相比, 紫外段平均透过率变化减少 1 个数量级, 平均损伤密度降低了 56%。该技术可应用于高功率激光装置精密洁净领域和其他精密光学洁净系统。

**关键词:** 出气污染; 非金属材料; 真空烘烤; 相对质量

中图分类号: TG580.23\*3

文献标志码: A

doi: 10.11884/HPLPB202335.220390

## Influence of vacuum baking O-rings on optical properties of laser system

Niu Longfei, You Hui, Lü Haibing, Jiang Yilan, Zhou Guorui, Li Changpeng,  
Huang Lin, Huang Jin, Miao Xinxiang, Yao Caizhen, Jiang Xiaodong

(Laser Fusion Research Center, CAEP, Mianyang 621900, China)

**Abstract:** The outgassing of non-metallic materials in optical vacuum system will produce molecular contamination, which will lead to the decrease of transmittance of optical elements, and then aggravate laser-induced damage and reduce the load capacity of high-power laser facilities. In this paper, it is proposed to optimize the sealing materials in the laser environment, and carry out the experimental study of thermal vacuum baking. The results show that fluoroelastomer 246 has low outgassing, and temperature has great influence on the degassing effect of the material, and the vacuum baking degassing of the sealing ring has little influence on the optical characteristics. Compared with the sealing ring without vacuum baking, the average UV transmittance change decreased by 1 order of magnitude, and the average damage density decreased by 56%. This technology can be used in high-power laser facilities for precision cleaning and other optical cleaning systems.

**Key words:** outgassing contamination, non-metallic materials, thermal vacuum baking, relative quality

激光装置在运行过程中, 尤其在真空环境, 不可避免地存在有机污染物挥发导致光学系统遭受污染而发生损伤<sup>[1-2]</sup>, 通常激光装置的有机物来源主要是由非金属材料在真空下放气引起, 非金属材料通常有 O 形圈、线缆、电机润滑油、真空泵油等, 这些材料在真空条件下随着时间的增加会释放分子态污染物, 使光学元件遭受污染, 降低元件的通光性或致使元件发生损伤, 导致系统不能稳定运行, 降低负载能力。因此, 为了防止材料出气污染化学膜元件, 必须做好通光环境内的洁净控制, 减少材料释气。

真空烘烤是一种率先在航天方面用于去除非金属材料易挥发物的常用必备技术手段<sup>[3-5]</sup>, 由于卫星等航天器一般处于复杂环境, 在真空高温下极易挥发分子态污染物, 可能会使航天器内部的敏感元件遭受污染, 存在设备安全隐患, 这引起了国内外对航天器用非金属材料的足够重视, 开展了大量研究以规避由出气污染导致的危害<sup>[6-7]</sup>, 并在其他行业推动了相关研究<sup>[8-9]</sup>。对于高功率固体激光装置, 在 2007 年和 2014 年, 研究人员在 NIF 上采用真空烘

\* 收稿日期: 2022-12-28; 修订日期: 2023-03-07  
基金项目: 国家自然科学基金项目 (12174355)  
联系方式: 牛龙飞, niulf@caep.cn。  
通信作者: 蒋晓东, jiangxd@caep.cn。

烤技术对多种非金属材料在 80~200 ℃ 进行了脱气处理以去除有机污染<sup>[10-11]</sup>。当前国内对于该技术在激光装置中的应用鲜有报道,如何减少材料出气污染变得尤为关键和急迫。

本文聚焦激光装置真空系统密封用非金属材料,对候选材料进行了优选和真空烘烤技术研究,通过控制氟橡胶材料的处理方式,对镀二氧化硅溶胶-凝胶膜熔石英光学元件透过率和损伤密度进行研究,建立了对本底真空系统的评价方法,降低了材料出气污染对光学元件光学特性的影响。该研究结果对提升运行环境洁净品质以及保障元件的使役寿命提供了参考依据。

## 1 真空烘烤试验

### 1.1 材料出气测试

总质量损失(TML)是用来表征含有可凝挥发物的非金属材料出气大小的一个量化指标,是指在规定的温度、时间和真空条件下,材料所损失的总质量与初始材料的质量比<sup>[12]</sup>。

在真空条件下,非金属材料内外部浓度失去平衡,导致内部气体逸出,出气速率为<sup>[3]</sup>

$$v = Ae^{-E/RT}(1/t^{n(T)}) \quad (1)$$

式中:  $A$ 、 $E$  为非金属材料特性参数;  $R$  为气体常数;  $T$  为材料温度;  $t$  为出气时间;  $n(T)$  为时间  $t$  的放大因子,是材料温度  $T$  的线性函数,一般在 1~2 之间。

为了获得材料的质量损失,搭建的材料出气测试设备示意图如图 1 所示,主要由真空系统和温度控制系统组成,其中真空系统由 Pfeiffer 的隔膜泵和分子泵组成,最低真空度可达  $6.5 \times 10^{-3}$  Pa,温度控制系统由红外加热管和控制器组成,能够将传热平台的温度控制在 30~300 ℃,材料温度由传热平台传递,经实验测试,传感器测量温度与试验材料温度误差约  $\pm 2$  ℃,不影响研究结果。

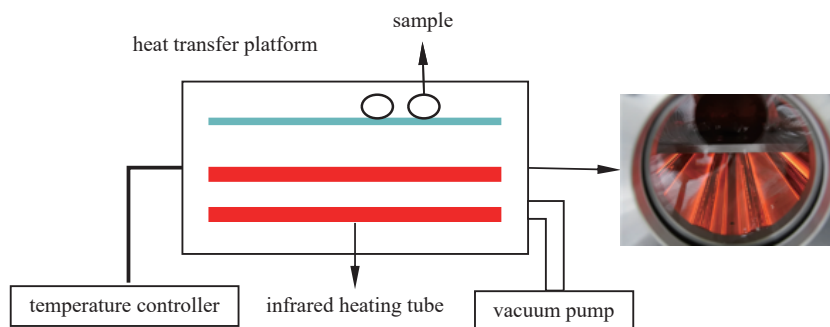


Fig. 1 Material outgassing test equipment

图 1 材料出气测试设备

测试的方法参考“真空中材料挥发性能测试方法”,将待测材料按照标准要求,先将表面清洗干净,再置于百级洁净室中晾干,最后进行制样,制样质量范围 0.1~0.3 g,其中用于测试的电子天平精度为 1  $\mu$ g,真空烘烤温度 125 ℃,真空度约  $6.5 \times 10^{-3}$  Pa,时间 24 h。实验样品为激光装置常用的硅橡胶、丁腈橡胶、氟橡胶 26 以及拟采用的氟橡胶 246。测试结果如表 1 所示。

根据质损测试结果,发现氟橡胶 246 在测试材料中质损率最低,表明该材料具有较低的污染威胁,测得的质损率仅为 0.16%,氟橡胶 26 次之,约为氟橡胶 246 的 2 倍,其余材料质损率偏高,表明这些材料易挥发。鉴于氟橡胶 246 和氟橡胶 26 质损率较低,建议将氟橡胶 246 和氟橡胶 26 作为激光装置的备选密封材料,在不考虑市场价格因素的前提下,优先选择氟橡胶 246。

### 1.2 不同真空烘烤条件对除气效果的影响

为了进一步判断氟橡胶 246 和氟橡胶 26 真空烘烤除气的效果,采用材料出气测试设备(图 1 所示)对氟橡胶 246 和氟橡胶 26 进行真空除气实验。航天器用非金属材料测试的温度一般为 60~80 ℃,根据文献[5],温度越高

表 1 激光装置常见密封圈材料质损率

Table 1 Mass loss rate of common sealing ring materials for laser facility

material	mass loss rate/%
FKM-246	0.16
FKM-26	0.32
NBR	2.5
VMQ1#	2.6
VMQ2#	16.9

对材料除气效果越好, 鉴于氟橡胶耐温超过 200 °C, 因此, 本文研究了三种温度下材料除气随时间变化的关系。对材料质损进行归一化处理, 两种橡胶材料在不同的真空烘烤条件下, 相对质量损失随时间变化拟合曲线分别如图 2(a) 和图 2(b) 所示。

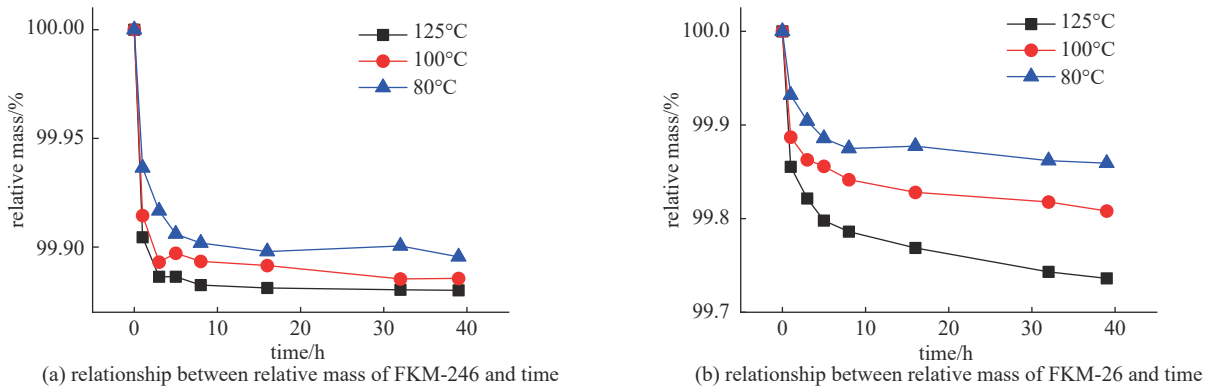


Fig. 2 Relationship between relative mass of different FKM and time

图 2 不同氟橡胶相对质量随时间变化关系

根据图 2(a) 和图 2(b), 同一种氟橡胶在不同温度下除气量不同, 当真空烘烤时间为定值, 温度越高, 除气量越大; 当温度为定值, 烘烤时间越长, 除气量越大。并且可以发现材料在烘烤前 3 h 的除气速率最大, 3 h 后逐渐平缓。对于氟橡胶 246, 80 °C 除气工艺的温度拐点约为 5 h, 100 °C 除气工艺和 125 °C 除气工艺的温度拐点为 3 h, 这表明当温度达到 100 °C 以后, 经过 3 h 除气即可达到较好的去污效果, 3 h 后除气量缓慢增加。对于氟橡胶 26, 三种温度的曲线拐点均为 8 h, 对于 80 °C 除气工艺, 8 h 后除气量逐渐趋于平稳, 而对于 100 °C 除气工艺和 125 °C 除气工艺, 除气量仍在持续增加, 截至 39 h 仍未达到平稳, 相比较氟橡胶 246, 该情况表明氟橡胶 26 出气量较大, 在此工艺下不能有效除气。

## 2 氟橡胶真空烘烤处理效果对光学品质的影响

激光装置真空光束管道存在大量氟橡胶, 一般会导致通光环境内的光学元件透过率降低。本文根据优选的氟橡胶 246, 搭建了模拟真空光束管道的真空系统, 真空系统主要由真空腔体和真空泵组成。其中真空腔体内尺寸约为 100 mm×100 mm×300 mm, 两端采用密封圈密封(编号 A), 抽气口(编号 B)经过变径与三通管道(编号 C)使用 KF 法兰相连接, 三通管道一端用于连接真空规接口(编号 C), 另一端经过变径与波纹管路转接口(D)相连并接至真空泵接口, 真空泵为 Pfeiffer 的 MVP015-2 隔膜泵, 真空系统的真空度约 400~1000 Pa, 光输管道材质为不锈钢 304, 管路连接密封圈为氟橡胶 246, 密封圈尺寸规格如表 2 所示。

表 2 密封圈材料规格

Table 2 Material specification of O-rings

number	size (ID×CS)	amount
A	110 mm×4 mm	2
B	42 mm×5 mm	1
C	28 mm×5 mm	3
D	18 mm×5 mm	2

评价的具体做法为, 针对该真空系统, 分别测试该系统密封圈不经过真空烘烤除气和经过真空烘烤除气两种情况对陪试光学元件的影响, 真空烘烤除气条件为 125 °C@8 h, 陪试光学元件为熔石英, 尺寸为 50 mm×50 mm×4 mm, 采取动态酸刻蚀、镀 3ω 溶胶-凝胶膜以及 24 h 氨处理和 24 h 六甲基二硅胺烷(HMDS)处理, 采用该处理方式的目的是与在线运行元件的处理工艺保持一致, 并设置对照组, 对照组元件置于百级实验室样品盒中的常压条件下, 去除真空的影响并避免实验室中的有机污染和颗粒污染, 以往实验结果也表明该保存方式不会影响元件的透射率和损伤密度, 陪试元件置于真空腔体内, 各保持时间为 1 周, 最后分别测试三种情况下的透过率变化和损伤密度。

### 2.1 对光学透过率的影响

采用 Lamda 950 分光光度计近似原位测量, 一周前后的透过率测试结果如图 3 所示, 其中 before test 指陪试元件放入真空腔体前的透过率曲线, after test 指陪试元件从真空腔室取出时的透过率曲线。根据图 3(a), 胶圈未经真空烘烤处理的真空室内陪试光学元件透过率紫外段发生了明显下降, 这表明氟橡胶在真空下经过长时间挥发产生了分子态污染<sup>[9]</sup>, 并被镀溶胶-凝胶膜光学元件吸收, 从而使光学元件透过率下降。根据图 3(b), 胶圈经过真空

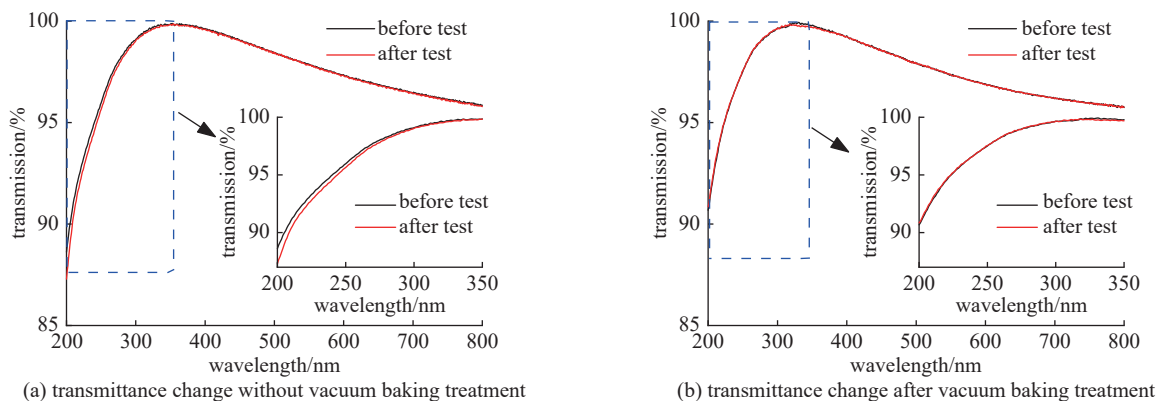


Fig. 3 Influence of transmittance change

图 3 透过率变化影响

烘烤处理的真空室内陪试片透过率紫外段未发生明显变化, 这表明处理后的胶圈在真空下挥发量微弱以致未被后处理镀溶胶-凝胶膜光学元件“感知”。

对透过率进行数据处理, 利用测试前的透过率减去测试后的透过率, 得到陪试元件和对照组透过率的变化情况, 变化越接近“0”表明污染越小。图 4 所示为不同实验条件下陪试光学元件的紫外段透过率变化对比曲线, 明显地, 未处理胶圈构建的真空环境下陪试片紫外段透过率变化较大(黑色曲线), 平均透过率变化了 0.28%, 与对照组透过率变化相比, 具有显著变化特征; 而经过处理胶圈构建的真空环境下陪试片紫外段平均透过率变化了约 0.01%(红色曲线), 与对照组变化基本一致(蓝色曲线), 与未处理胶圈相比, 紫外段透过率改善了 1 个数量级。上述真空系统使用胶圈数量为 8 根, 原始质量为 41.36 g, 胶圈经过真空烘烤处理后质量为 41.21 g, 质损率为 0.37%。这说明真空烘烤除气有助于将对光学透过性能有影响的挥发物含量降低, 能够减少对光学透过性能的影响, 有利于真空系统内光学元件光学特性的维持, 提高了真空系统内的洁净品质。

## 2.2 对光学损伤密度的影响

损伤密度测试采用搭建的程控激光扫描系统, 激光波长 355 nm, 光斑直径 1.4 mm, 调制度 2.1 左右。实验结果如图 5 所示, 可以看出, 未处理胶圈构建的真空环境下陪试片损伤密度曲线(黑色曲线)处于经处理胶圈构建的真空环境下陪试片损伤密度曲线(红色曲线)和对照组陪试片的损伤密度曲线(蓝色曲线)上方, 具有明显差异, 尤其在  $13 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  以上通量时, 损伤密度急剧非线性增加, 平均损伤密度约为对照组的 4 倍, 而经过真空烘烤除气的损伤密度与实验对照组损伤密度曲线基本一致, 与未经真空烘烤处理相比, 降低了 56%。这可能是由于未经处理的胶圈材料挥发的分子态污染物填充了膜层的孔隙, 尤其是可凝挥发物附着在光学元件表面, 引起膜层吸收增强, 从而导致光学元件在低通量下更易损伤。

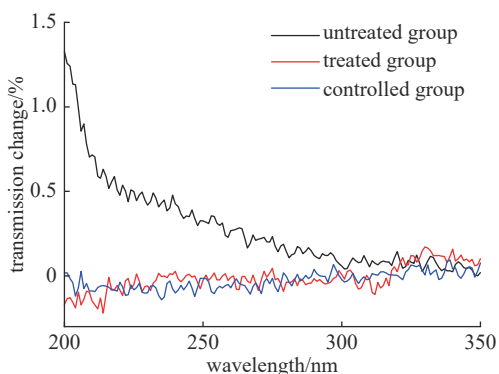


Fig. 4 Comparison of transmittance changes with and without vacuum baking

图 4 有无真空烘烤的透过率变化对比

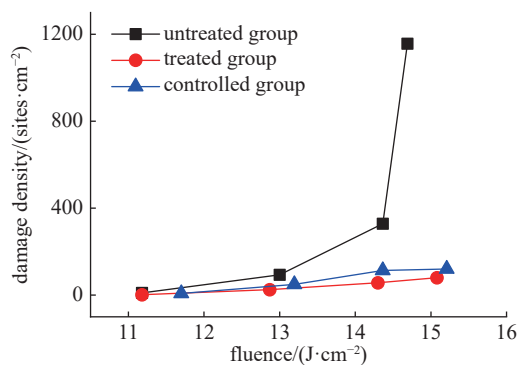


Fig. 5 Effect of vacuum baking on damage density

图 5 有无真空烘烤对损伤密度的影响

图 5 表明, 未经真空烘烤除气的环境对陪试片损伤密度贡献更大, 而经过真空烘烤除气有助于降低陪试片的损伤密度, 这一结果与透过率分析结果一致, 进一步表明对非金属材料进行真空烘烤处理可以提高真空环境洁净品质。



### 3 结 论

本文通过开展热真空烘烤实验,研究了两种氟橡胶在不同真空烘烤条件下的质损规律,并获得了由氟橡胶构建的本底真空环境对光学特性的影响情况。研究表明,氟橡胶 246 出气量较低,但是由其构建的真空环境仍不足以维持光学元件的光学特性,对氟橡胶 246 进行真空烘烤除气,创建了较高品质的真空洁净环境,可以使光学元件透过率和损伤密度得以维持。本文尚未从机理上对文中提及的现象进行研究和解释,后续将针对光学特性变化原因进行进一步的研究。

#### 参考文献:

- [1] Wang Xiaodong, Shen Jun. A review of contamination-resistant antireflective sol-gel coatings[J]. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2012, 61(1): 206-212.
- [2] Cui Yun, Zhao Yuanan, Yu Hua, et al. Impact of organic contamination on laser-induced damage threshold of high reflectance coatings in vacuum[J]. *Applied Surface Science*, 2008, 254(18): 5990-5993.
- [3] 朱剑涛, 刘晨, 刘天雄. 卫星真空烘烤试验方案及验证[J]. *航天器环境工程*, 2018, 35(1): 76-81. (Zhu Jiantao, Liu Chen, Liu Tianxiong. The satellite vacuum bakeout test scheme with validation[J]. *Spacecraft Environment Engineering*, 2018, 35(1): 76-81)
- [4] 于钱, 臧卫国, 杨晓宁, 等. 硅橡胶电缆材料真空烘烤除气参数实验分析方法[J]. *环境技术*, 2015, 33(3): 25-28,53. (Yu Qian, Zang Weiguo, Yang Xiaoning, et al. Test method study of silicone rubber cable baking outgassing parameter in vacuum environment[J]. *Environmental Technology*, 2015, 33(3): 25-28,53)
- [5] 袁翠萍, 张辰华, 赵如琳, 等. 航天器电缆网热真空烘烤特性研究[J]. *电子工艺技术*, 2018, 39(1): 37-39,42. (Yuan Cuiping, Zhang Chenhua, Zhao Rulin, et al. Characteristic study on thermal vacuum baking test of spacecraft harness[J]. *Electronics Process Technology*, 2018, 39(1): 37-39,42)
- [6] 焦子龙, 姜利祥, 孙继鹏, 等. 空间光学系统真空热试验污染控制经验综述[J]. *航天器环境工程*, 2015, 32(4): 445-450. (Jiao Zilong, Jiang Lixiang, Sun Jipeng, et al. Overview of contamination controls for space-based optical systems in thermal vacuum tests[J]. *Spacecraft Environment Engineering*, 2015, 32(4): 445-450)
- [7] 焦子龙, 姜利祥, 孙继鹏, 等. 星载激光雷达系统污染增强损伤效应及防护试验研究[J]. *航天器环境工程*, 2017, 34(4): 419-423. (Jiao Zilong, Jiang Lixiang, Sun Jipeng, et al. Tests for contamination enhanced and laser-induced damage in spaceborne lidar system and its prevention[J]. *Spacecraft Environment Engineering*, 2017, 34(4): 419-423)
- [8] 张雪芹, 尚忠, 于建波. 密封微电子器件真空烘烤工艺研究[J]. *电子与封装*, 2017, 17(1): 6-9. (Zhang Xueqin, Shang Zhong, Yu Jianbo. Studies of vacuum bakeout process for hermetic microelectronic devices[J]. *Electronics & Packaging*, 2017, 17(1): 6-9)
- [9] 代彦伟, 肖梅, 张晓兵, 等. 基于四极质谱仪O形氟橡胶圈的放气研究[J]. *真空与低温*, 2016, 22(3): 170-172. (Dai Yanwei, Xiao Mei, Zhang Xiaobing, et al. The deflated research on Viton O-ring based on using quadrupole mass spectrometer[J]. *Vacuum & Cryogenics*, 2016, 22(3): 170-172)
- [10] Pryatel J A, Gourdin W H, Frieders S C, et al. Cleaning practices and facilities for the national ignition facility (NIF)[C]//Proceedings of SPIE 9237, Laser-Induced Damage in Optical Materials. 2014: 92372H.
- [11] Pryatel J A, Gourdin W H, Hampton G J, et al. Qualification of materials for applications in high fluence lasers[C]//Proceedings of SPIE 6403, Laser-Induced Damage in Optical Materials. 2007: 640329.
- [12] QJ 1558B-2016, 真空条件下材料挥发性性能测试方法[S]. (QJ 1558B-2016, Test method for materials outgassing performance in vacuum[S])