

文章编号 1004-924X(2016)08-1878-06

## 星地两用光学表面污染检测装置

马晶, 朱福南\*, 周彦平, 柳青峰

(哈尔滨工业大学 可调谐激光技术国家级重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001)

**摘要:**针对光通信终端的光学表面污染, 研制了 10 MHz 镀铝石英晶体微天平(QCM), 用于实时检测真空试验中的污染量以保证光通信的可靠性。该装置通过引入参考晶体消除环境因素的影响, 并降低对其控温精度的要求, 其理论质量灵敏度可达  $10^{-9}$  g/cm<sup>2</sup>。经过绝对标定实验后, 其实际质量灵敏度为  $10^{-8}$  g/cm<sup>2</sup>, 满足应用需求, 且成本低, 实用性好, 可用于星上或地面污染检测。文中依据不同的污染源工作温度, 分别在 32 °C 高温恒温段, 32 °C ~ -27 °C 降温段, 低温保持段及 -2 °C ~ 32 °C 升温段进行了污染沉积量的检测。结果表明: 在试验初期的高温恒温段, 污染源与敏感表面温差高于 0 °C, 15.75 h 内单位面积污染沉积量为  $1.68 \times 10^{-4}$  g/cm<sup>2</sup>; 在低温保持段, 温差一直低于 -22 °C, 23.37 h 内单位面积污染解吸附量为  $1.08 \times 10^{-4}$  g/cm<sup>2</sup>; 真空试验的总污染沉积量为  $2.7 \times 10^{-5}$  g/cm<sup>2</sup>。得到的结果证实了该 QCM 用于污染量检测的有效性。文中还初步分析了真空试验下的污染沉积过程, 为光学表面污染的预估与防护提供了依据。

**关键词:**光通信; 石英晶体微天平(QCM); 光学表面污染; 出气速率

**中图分类号:** TN929.1 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20162408.1878

## Detection device of optical surface pollution for satellite and ground

MA Jing, ZHU Fu-nan\*, ZHOU Yan-ping, LIU Qing-feng

(National Key Laboratory of Tunable Laser Technology,  
Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

\* Corresponding author, E-mail: zjjxzfn@sina.com

**Abstract:** For the surface pollution of an optical communication terminal, a 10 MHz Aluminized Quartz Crystal Microbalance (QCM) is developed to detect the amount of deposited pollution in real time during a vacuum test. By introducing a reference crystal, the QCM eliminates the influence of environmental factors substantially, and reduces the requirements for temperature accuracy and its theoretical mass sensitivity is up to  $10^{-9}$  g/cm<sup>2</sup>. Through an absolute calibration experiment, the practical mass sensitivity of the QCM is  $10^{-8}$  g/cm<sup>2</sup>, shows a lower cost and good practicability and can be used both in satellites and on the ground. According to different operating temperatures of pollution sources, the test is divided into 32 °C constant temperature segment, 32 °C to -27 °C cooling segment, cryostat segment and -2 °C to 32 °C heating segment. The results show that in the high temperature segment at begin, the temperature difference between pollution source and sensitive surface is

收稿日期: 2016-04-14; 修订日期: 2016-05-30.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(No. 11504068)

above 0 °C, and the amount of pollution deposition per unit area is  $1.68 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2$  in 15.75 h. In the cryostat segment, the temperature difference is below  $-22 \text{ °C}$ , the amount of desorption per unit area is  $1.08 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^2$  in 23.37 h. Moreover, the total amount of deposition is  $2.7 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^2$  in the vacuum test. These results confirm the validity of the QCM for detecting the amount of pollution deposition, analyze the deposition process under vacuum test preliminarily and provide a gist for predicting and preventing the pollution of optical surfaces.

**Key words:** optical communication; Quartz Crystal Microbalance (QCM); optical surface contamination; outgassing rate

## 1 引 言

光通信终端与高真空空间环境相互作用会形成表面污染。一方面,终端表面和内部材料通过解吸和扩散过程,会迅速释放出地面材料加工中所吸附的气体分子和颗粒;另一方面,终端自身的一些有机非金属材料(硅橡胶、导热胶、白漆和多层隔热组件 MLI 等),也会通过扩散和表面解吸,释放出一定量的污染分子。污染物的沉积会产生热物理效应、光学效应及电效应<sup>[1]</sup>,最终将影响光学表面的反射率和透射率,热控涂层的物理特性及其所要求的低太阳吸收率和低发射率的光学特性,以及敏感表面的电性能如电导率等,如若污染沉积量为  $1 \times 10^{-7} \text{ g/cm}^2$ ,则污染层表面散射会导致 190 nm 光谱处的透射率损失 2%。因此,为保证星上光通信终端运行的可靠性和长寿命,尤其是保证光学系统的光学性能,避免通信性能下降,光学表面污染沉积量的检测和分析就显得尤为重要。

目前,国内外检测污染物总量的方法有热解重量分析法<sup>[2]</sup>、石英晶体微天平法(Quartz Crystal Microbalance, QCM)<sup>[3]</sup>、真空紫外线反射法<sup>[4]</sup>等。其中, QCM 可用于测量微尘或分子级凝聚物的质量,理论灵敏度可达  $10^{-9} \text{ g/cm}^2$ ,因而成为星载设备污染沉积量检测的主要仪器。根据工作温度和加热方式的不同, QCM 可分为温度控制型(TQCM)和深冷型(CQCM)。考虑到实际实验条件,本文采取 TQCM 检测污染源设备释放出来的碳氢类化合物及硅树脂类分子。

在国内,北京卫星环境工程研究所致力于 10 MHz TQCM 的研制<sup>[5]</sup>,兰州物理研究所致力于 15 MHz 分子污染监测仪的研制<sup>[6]</sup>,但这些研究均不成熟。这些 QCM 采用石英晶体电极镀金抛

光,同时又要求高基频,需特定工艺,成本较高。而在国外,5 MHz 或 6 MHz 的 QCM 技术虽已发展成熟,但也价格不菲,如 Q-sense E4 价值人民币 24 万,且这些产品主要针对的是电化学、生物医学、有机化学<sup>[7-8]</sup>等研究领域中的液相情况下的应用,并不完全适用于检测真空试验中的污染沉积量。本文提出了一种 10 MHz 镀铝石英晶体微天平。该天平不但保证了质量灵敏度,降低了晶体成本,而且实用性好,能实时检测到真空环境中的污染沉积量,可在地面或星载使用。这不仅为光学表面污染量预估提供了一种有效手段,也给材料筛选和污染防护提供了参考。

## 2 10 MHz QCM 基本原理

石英晶体微天平主要由石英晶体传感器及其驱动电路、等精度频率计数器和实时数据处理、显示及存储模块构成。为尽量消除环境因素(如温度)对晶体振荡频率的影响,引入参考石英晶体;为保证 QCM 在真空试验低温条件下仍能实时测量,石英晶体传感器含有测温、控温模块。

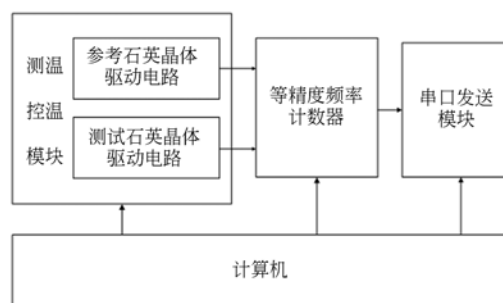


图1 石英晶体微天平总体结构

Fig.1 Overall structure of quartz crystal microbalance

由于参考晶体的引入,不需严格限制控温精度,故采取开环控温,保证电路板的工作温度在



图 2 污染量测试装置  
Fig. 2 Pollution test device

10~32 ℃。在后续实验中,为最大限度地消除温度对石英晶体振荡频率的影响,采取 PID 方法进行闭环控温。

QCM 的总体结构框图如图 1 所示。图 2 给出了实际的污染量测试装置。QCM 的核心元件是具有一定厚度,两面喷涂金属电极(金、铝或铂等)的石英晶体薄片,具有逆压电效应,在交变电场作用下会产生机械变形,从而产生声波,该声波称为厚度剪切声波(Thickness Shear Mode, TSM)。若晶体厚度为  $h$ ,垂直于晶体表面的剪切波速为  $v$  ( $v=3\ 340\text{ m/s}$ ),则在谐振电路驱动下,石英晶体的谐振基频为:

$$f_0 = \frac{v}{2h} \quad (1)$$

此时,若电极表面涂覆薄膜或沉积外来污染物质,所沉积的物质将随着晶体振荡而产生移位,石英晶体振荡频率降低。

1959 年,德国物理学家 Sauerbrey 推导出高真空条件下<sup>[9]</sup>,石英晶体电极表面沉积的单位面积质量  $\Delta m/A$  与晶体频率变化量  $\Delta f$  之间的关系为:

$$\Delta f = -\frac{2f_0^2 \cdot \Delta m}{\sqrt{\rho\mu} \cdot A} \quad (2)$$

式中:  $f_0$  为石英晶体振荡基频;  $\rho=2.648\text{ g/cm}^3$ , 为石英晶体密度;  $\mu=2.974 \times 10^6\text{ N/cm}^2$ , 为石英晶体的剪切模量;  $A$  为晶体有效电极面积。

式(2)代入已知参数值后,简化得:

$$\Delta f = -2.269 \times 10^{-6} f_0^2 \Delta m/A \quad (3)$$

该方程仅在沉积膜为刚性均匀且沉积质量不超过晶体本身质量的 2% 时适用。对于 10 MHz 的石英晶体,其理论质量灵敏度为  $4.42 \times 10^{-9}\text{ g/cm}^2$ 。

不过实际质量灵敏度需要进行实验标定。本文采取绝对标定的方式,配置不同浓度的乙醇松

香溶液,采用移液枪吸取微量溶液,滴加至石英晶体电极表面,静置几分钟,待乙醇挥发完全,一定质量的松香将粘附在电极表面。通过测定滴加前后石英晶体的振荡频差和乙醇松香溶液的滴加质量,可得到单位面积的沉积质量  $\Delta m/A$  与  $\Delta f$  的关系,如图 3 所示。

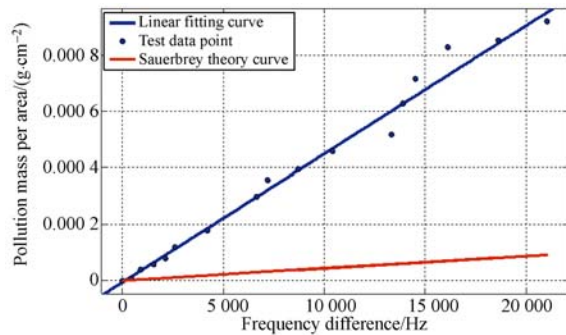


图 3 QCM 质量灵敏度标定曲线  
Fig. 3 Calibration curves of QCM mass sensitivity

实验所得 QCM 质量灵敏度的线性拟合方程为:

$$\Delta m/A = 4.553 \times 10^{-8} \Delta f - 5.625 \times 10^{-6} \quad (R\_SQUARE=0.996\ 1)$$

由拟合方程可知,QCM 质量灵敏度线性符合得较好,但与 Sauerbrey 理论有所出入,这可能与实际所用 QCM 工作环境(如外加驱动电压)以及实际质量沉积的非均匀性有关。在后续工作中,将采取 3D 有限元分析方法进一步分析 10 MHz 镀铝石英晶体的质量灵敏度。

### 3 真空试验污染量检测结果

真空试验中,污染源的工作温度分为 32 ℃ 高温恒温段,32~-27 ℃ 降温段,低温保持段(包括 -27 ℃ 低温恒温段,-27~-2 ℃ 升温段,-2 ℃ 低温恒温段)及 -2~32 ℃ 升温段。实验中,真空度保持在  $6.5 \times 10^{-3}\text{ Pa}$  以下,而 QCM 通过串口发送模块,每间隔 3.2 s 采集一次石英晶体的振荡频率。依次完成不同阶段的试验后,可得石英晶体振荡频差曲线分别如图 4~图 7 所示,具体结果如表 1 所示。

文中,频差  $\Delta f = f_{TC} - f_{RC}$ ,温差  $\Delta T = T_{PS} - T_{PTD}$ 。

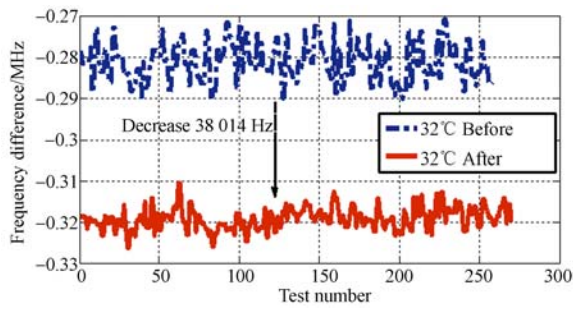


图 4 高温段石英晶体振荡频差曲线

Fig. 4 Quartz crystal oscillation frequency difference curve in high temperature stage

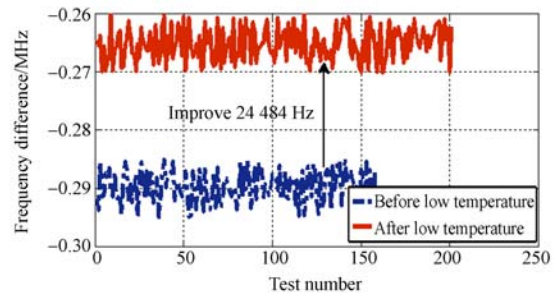


图 6 低温段石英晶体振荡频差曲线

Fig. 6 Quartz crystal oscillation frequency difference curve in low temperature stage

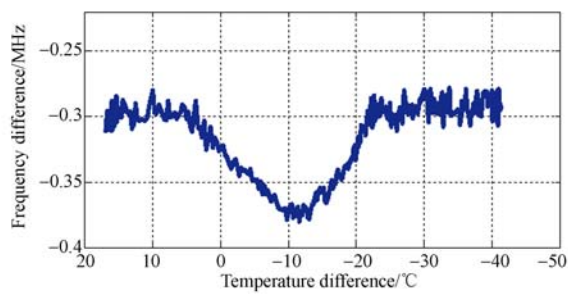


图 5 石英晶体振荡频差与温差的关系曲线

Fig. 5 Quartz crystal oscillation frequency difference vs. temperature difference

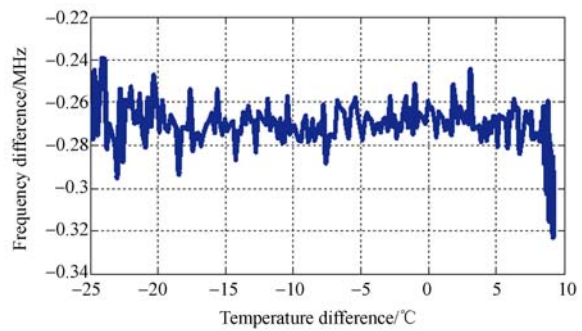


图 7 石英晶体振荡频差与温差的关系曲线(局部)

Fig. 7 Quartz crystal oscillation frequency difference vs. temperature difference (partial)

表 1 真空试验污染量检测结果

Tab. 1 Results of pollution amount in vacuum test

测试阶段 (按污染源温度划分)	石英晶振板温度 /°C	持续时间 /h	频率变化量/Hz (+为升, -为降)	单位面积的污染沉积量 /(g · cm <sup>-2</sup> )(+为沉积, -为解吸)
32 °C 高温恒温段	25.0	15.75	-38 014	+1.68 × 10 <sup>-4</sup>
32 ~ -27 °C 降温段	14.4	2.20	-79 860, +87 335	-3.30 × 10 <sup>-5</sup>
-27 °C 低温恒温段	14.4	6.76		
-27 ~ -2 °C 升温段	31.1	1.15	+24 484	-1.08 × 10 <sup>-4</sup>
-2 °C 低温恒温段	20.2	15.46		
-2 ~ 32 °C 升温段	22.8	3.00	ΔT > 5 °C, 频率下降	

有机非金属材料的出气机制主要有解吸、扩散和解体 3 种。其中解吸出气与时间的关系近似为  $t^{-1} \sim t^{-2}$ , 并随时间的推移迅速衰减; 而解体需要较高的能量, 不易发生。因此, 扩散是有机非金属材料出气的主要机制, 其时间依赖性为  $t^{-1/2}$ 。因此, 根据 T. J. Girerd 提出的长期扩散理论<sup>[10]</sup>和 Arrhenius 表达式, 平均出气速率可表示为:

$$q(t, T) = \frac{K_{398}}{\sqrt{t}} \exp\left(\frac{E}{RT_0} - \frac{E}{RT}\right), \quad (4)$$

式中:  $K_{398}$  由标准试验确定,  $T_0 = 398 \text{ K}$ ,  $R$  为气体常数,  $E$  为激活能,  $t$  为时间,  $T$  为温度。

本文依据辐射热传递方法分析污染的传输<sup>[11]</sup>。假定晶体电极表面(敏感表面)为表面 1, 污染源表面为表面 2, 则污染沉积示意图如图 8 所示。某个确定表面的解吸附速率与沉积速率之和等于该表面的入射流。

考虑到晶体表面无自身平均出气速率, 污染传输方程经过简化后得:

$$\dot{m}_1 = F_{11}(1 - S_1)\dot{m}_1 + F_{21}\frac{A_2}{A_1}(\dot{m}_{02} + (1 - S_2)\dot{m}_2), \quad (5)$$

$$\dot{m}_2 = F_{12}\frac{A_1}{A_2}(1 - S_1)\dot{m}_1 + F_{22}(\dot{m}_{02} + (1 - S_2)\dot{m}_2), \quad (6)$$

式中:  $\dot{m}_j$  为表面  $j$  污染入射流,  $F_{ji}$  是表面  $j$  对表面  $i$  的角系数,  $\dot{m}_{0j}$  是表面  $j$  的平均出气速率,  $S_j$  是表面  $j$  的沉积系数,  $A_j$  为  $j$  表面的面积。其中  $i, j=1, 2$ 。

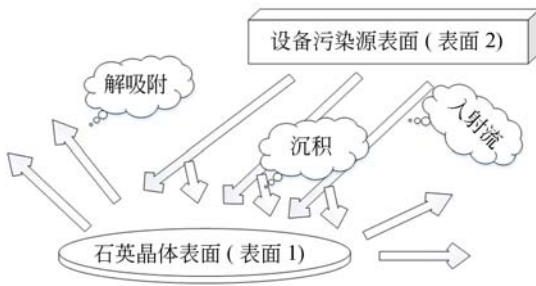


图 8 污染沉积示意图

Fig. 8 Schematic diagram of pollution deposition

污染沉积系数与污染源和敏感表面温度、污染源物理性质等有关,而现有理论和试验不足,无法精确获得。因此,本文采用简化的经验表达式<sup>[12]</sup>:

$$S_i = \frac{T_j - T_i}{200}, \quad (7)$$

式中:  $T_j$  和  $T_i$  分别是污染源与敏感表面的温度。

由上文可知,只有当  $\dot{m}_1 > 0$  且  $S_1 > 0$  时,敏感表面才存在污染沉积。因此这里针对真空试验不同测试条件下的污染沉积状况,进行了污染沉积过程的定性分析。

#### (1) 32 °C 高温恒温段

此时,污染源表面的出气速率最大。温差  $\Delta T = 7$  °C,两表面沉积系数  $S_1 > 0, S_2 = 0$ 。污染物的沉积主要集中在该时间段。

#### (2) 32 ~ -27 °C 降温段

当温差  $\Delta T > 0$  °C 时,沉积系数  $S_1 > 0$ ,且随温差的降低而下降,故石英晶体振荡频差  $\Delta f$  的下降速率逐渐变缓。

当温差  $0$  °C  $> \Delta T > -14$  °C 时,仍沉积污染。此时  $T_{\text{PTD}}$  维持在 14.4 °C 左右。推测可知,只要  $T_{\text{PS}} > 0$  °C,通过污染源的扩散和解吸,就会产生

出气污染分子,并以一定速率沉积在晶体表面,但此时的沉积系数不能由式(7)得到。

$T_{\text{PS}} < 0$  °C 后,污染源基本不出气,沉积系数  $S_1 = 0$ ,晶体表面无污染沉积。但通过晶体表面污染解吸附,石英晶体振荡频差  $\Delta f$  上升。

#### (3) 低温保持段

$T_{\text{PS}}$  一直低于 0 °C,出气速率接近 0,且  $\Delta T < 0$  °C,沉积系数  $S_1 = 0$ ,故晶体表面无污染沉积。但由于晶体表面的解吸附作用,晶体振荡频差会有所上升。晶体表面污染物的解吸主要集中在此低温保持时间段。

#### (4) -2 ~ 32 °C 升温段

温差  $\Delta T < 5$  °C 时,石英晶体振荡频差  $\Delta f$  基本不变。由此推测可知,经过前段时间的出气,污染源出气速率下降。 $T_{\text{PS}}$  达到 27 °C 以上,石英晶体振荡频差  $\Delta f$  才开始下降,沉积污染。

## 4 结 论

光通信终端设备表面有机非金属材料的出气污染沉积在光学表面,将导致光学性能下降。本文所研制的 10 MHz 镀铝石英晶体微天平,能够实时有效地检测真空试验不同测试条件下的污染沉积量。实验结果表明,污染物质的沉积取决于污染源表面的出气速率、敏感表面解吸附速率和沉积速率。只有当污染源表面的出气速率和敏感表面的沉积系数均大于 0 时,才会沉积污染。其中,出气速率与时间  $t$  和温度  $T$  密切相关。沉积系数在简化条件下取决于污染源和敏感表面的温度差。这里污染物质沉积集中在试验开始的高温恒温段,温差  $\Delta T > 0$  °C,单位面积的平均沉积速率为  $1.067 \times 10^{-5}$  g/(cm<sup>2</sup> · h);污染物质解吸附集中在低温保持段,温差  $\Delta T < -22$  °C,单位面积解吸附速率为  $4.621 \times 10^{-6}$  g/(cm<sup>2</sup> · h);此真空试验总的单位面积污染沉积量为  $2.7 \times 10^{-5}$  g/cm<sup>2</sup>,从而为光学表面在高真空环境下的污染量预估与污染防治提供了依据。

在本文的基础上开展的后续研究工作主要有:(1)分析影响 QCM 实际质量灵敏度的因素;(2)对 QCM 装置精确控温,进一步降低温度变化带来的误差;(3)建立更准确的污染沉积动态分析模型;(4)研发低温 QCM,用于空间低温光学系统的污染检测。

## 参考文献:

- [1] 黄本诚. 空间环境工程学[M]. 北京:宇航出版社, 1993.  
HUANG B CH. *Space Environment Engineering* [M]. Beijing: Aerospace Press, 1993. (in Chinese)
- [2] MANSFIELD E, KAR A, QUINN T P, *et al.*. Quartz crystal microbalances for microscale thermogravimetric analysis [J]. *Analytical Chemistry*, 2010, 82(24): 9977-9982.
- [3] 臧卫国, 于钱. 石英晶体微量天平污染量测试准确性的试验验证[J]. *航天器环境工程*, 2006, 23(6): 337-339.  
ZANG W G, YU Q. Calibration of quartz crystal microbalance for contaminated quantity measurement [J]. *Spacecraft Environment Engineering*, 2006, 23(6): 337-339. (in Chinese)
- [4] 黄本诚, 马有礼. 航天器空间环境试验技术[M]. 北京:国防工业出版社, 2002.  
HUANG B CH, MA Y L. *Technology of Spacecraft Environment Test* [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2002. (in Chinese)
- [5] 周传良, 于钱. 10 MHz 温控石英晶体微量天平的研制[J]. *航天器环境工程*, 2003, 20(3): 25-29.  
ZHOU CH L, YU Q. The development of thermal controlled 10 MHz quartz crystal microbalance [J]. *Spacecraft Environment Engineering*, 2003, 20(3): 25-29. (in Chinese)
- [6] 贺天兵, 王先荣, 王鸫, 等. 15 MHz 分子污染监测仪的研制[J]. *真空与低温*, 2006, 12(3): 145-148.  
HE T B, WANG X R, WANG C, *et al.*. Development of 15 MHz molecular contamination monitor sensor [J]. *Vacuum and Cryogenics*, 2006, 12(3): 145-148. (in Chinese)
- [7] LATIF U, CAN S, HAYDEN O, *et al.*. Sauerbrey and anti-Sauerbrey behavioral studies in QCM sensors—Detection of bioanalytes [J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2013, 176: 825-830.
- [8] MUSTAFA M K, NABOK A, PARKINSON D, *et al.*. Detection of  $\beta$ -amyloid peptide (1 - 16) and amyloid precursor protein (APP 770) using spectroscopic ellipsometry and QCM techniques: A step forward towards Alzheimers disease diagnostics [J]. *Biosensors and Bioelectronics*, 2010, 26(4): 1332-1336.
- [9] SCHEUTJENS J M H M. Polymers at interfaces [J]. *Physics of Polymer Surfaces and Interfaces*, 2013: 117.
- [10] GIRARD T J, PAYTON R M. Method of conservatively predicting long-term outgassing and deposition levels based on diffusion-limited outgassing theory [C]. SPIE's 1994 *International Symposium on Optics, Imaging, and Instrumentation*. International Society for Optics and Photonics, 1994: 150-159.
- [11] 焦子龙, 杨东升. GEO 卫星整星分子污染初步预估 [J]. *航天器环境工程*, 2008, 25(6): 526-532.  
JIAO Z L, YANG D SH. The GEO satellite star molecule pollution preliminary estimates [J]. *Spacecraft Environment Engineering*, 2008, 25(6): 526-532. (in Chinese)
- [12] CHEN P T C, HEDGELAND R J, THOMSON S R. Surface accommodation of molecular contaminants [C]. *Optical System Contamination: Effects, Measurement, Control II*. International Society for Optics and Photonics, 1990: 327-336.

## 作者简介:



马晶(1956—),男,教授,博士生导师,现为空间光通信技术研究中心主任,可调谐激光技术国家级重点实验室副主任,卫星激光通信技术国防重点学科实验室副主任,主要研究方向为卫星光通信、激光干涉计量、光学信息处理和激光全息。E-mail: majing@hit.edu.cn



朱福南(1991—),女,硕士研究生,2014年于哈尔滨工业大学获得学士学位,主要研究方向为卫星光通信。E-mail: zijxfn@sina.com