

文章编号: 1672-8785(2013)04-0034-04

# 红外探测器杜瓦夹层材料的 出气特性研究

张亚平 刘湘云 董 黎 朱颖峰

(昆明物理研究所, 云南昆明 650223)

**摘 要:** 内部夹层材料放气是长寿命杜瓦真空失效的主要原因之一。本文使用四级质谱仪测试了杜瓦夹层材料的出气特性, 出气成分主要是水, 甲烷、氢气等。基于非金属的放气理论和工程经验, 建立了夹层材料的放气特性模型。测试结果对材料的选择、真空除气工艺的优选和烘烤排气工艺的优化有参考意义。

**关键词:** 杜瓦; 真空寿命; 四级质谱仪; 出气特性

**中图分类号:** TN215 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2013.04.07

## Outgassing Characteristic Study of Internal Material in Dewar

ZHANG Ya-ping, LIU Xiang-yun, DONG-li, ZHU Ying-feng

(Kunming Institute of Physics, Kunming 650223, China)

**Abstract:** Vacuum failure of a long-lifetime Dewar is mainly due to internal outgassing. The outgassing properties of the internal material in a Dewar are tested by using a Quadrupled Mass Spectrometer(QMS). The analysis result shows that the gas consists mainly of H<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub> and so on. The model of outgassing properties is established according to the nonmetal outgassing theory. The result is valuable to material selection, optimization of outgassing techniques and Dewar exhausting.

**Key words:** dewar; vacuum life; Quadrupled Mass Spectrometer; outgassing characteristic

### 0 引言

杜瓦作为匹配红外探测器芯片和制冷机的重要部件, 其真空寿命会直接影响整个探测器组件的可靠性。夹层材料放气是制约杜瓦真空寿命的最主要失效模式, 其主要产生三大影响: 一是真空度下降会导致气体分子换热增加, 制冷机无法制冷到芯片的工作温度; 二是真空度下降严重会导致热负载增大, 加重制冷机负担, 影响制冷机的可靠性; 三是真空度变差会引起红外窗口起雾结霜, 使红外信号无法到达芯片。夹

层材料放出的气体首先由吸气剂吸收, 此时真空度稳定在良好状态。吸气剂饱和后, 内部压强逐渐增加, 当热负载超过 25% 时定义为真空失效<sup>[1]</sup>。了解夹层材料的出气特性有利于把握杜瓦的真空寿命特性, 而建立合适的夹层材料出气特性模型, 则可以为材料优选、材料真空除气工艺以及烘烤排气工艺提供参考。

### 1 出气特性测试

采用试验和理论外推的方法了解杜瓦夹层材料的出气特性。测试样品为随机抽取工艺线

**收稿日期:** 2013-03-23

**作者简介:** 张亚平(1986-), 男, 云南曲靖人, 硕士, 主要从事红外探测器杜瓦真空封装及可靠性评估方面的工作。E-mail: yp722.good@163.com

上的产品, 其漏气率通过超高灵敏度检漏仪控制在极低水平, 其夹层材料放气是出气的主要贡献部分。

测试设备采用两工位杜瓦气体分析仪, 用四级质谱仪监测分压强变化。其工作原理图如图 1 所示。

测试采用动态测试方法, 即边加热烘烤抽真空边监控压强变化。在器件上排气台后对其进行连续 15 天  $80^{\circ}\text{C}$  的加热烘烤, 这期间不对吸气剂做激活处理, 每天监控内部气体变化情况。

杜瓦内部安装的意大利 SAES 公司生产的吸气剂在没激活时, 表面有一层薄的且结实的氧化物钝化膜, 气体分子与其碰撞后被发射而不被吸气剂吸收<sup>[2]</sup>。监测时, 对于不同的出气成分可以选择不同质量数的峰值变化作为试验监测对象。因为测试试验是一个动态过程, 气体分子从夹层材料产生又不断地被真空系统抽走, 气体不进行累积, 所以测试到的质谱峰值反映的是出气速率<sup>[3]</sup>。

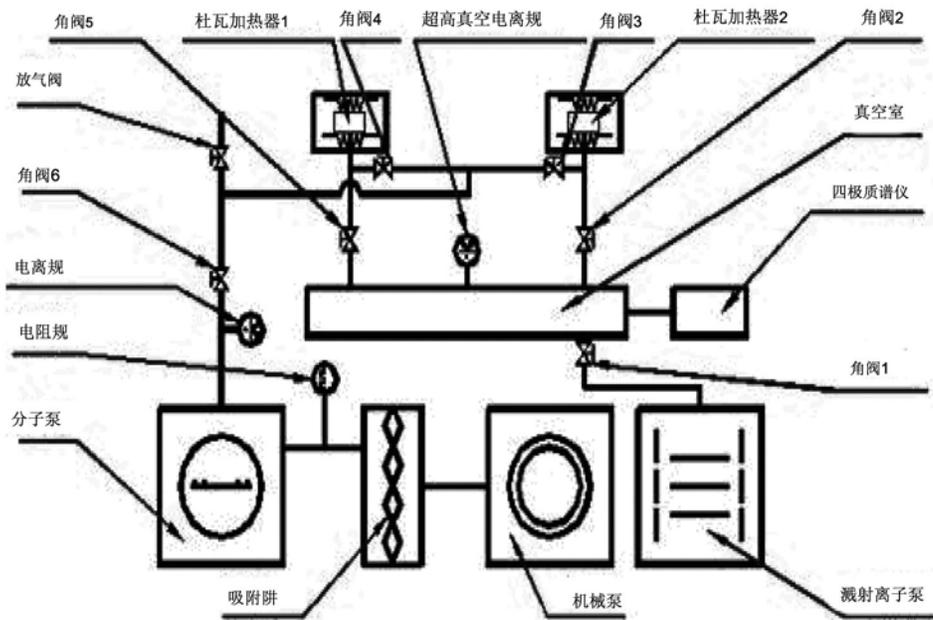


图 1 测试设备原理图

## 2 测试结果讨论

### 2.1 出气成分

杜瓦刚加热到  $80^{\circ}\text{C}$  的出气质谱如图 2 所示。其离子主峰主要出现在质量数为 2、15、

16、17、18、19 处。结合常用气体的图形系数和副峰的离子流大小进行分析, 可判定主要气体成分是氢气、甲烷、水汽。排气 7 天后的出气质谱如图 3 所示, 排气 15 天后的出气质谱如图 4 所示。

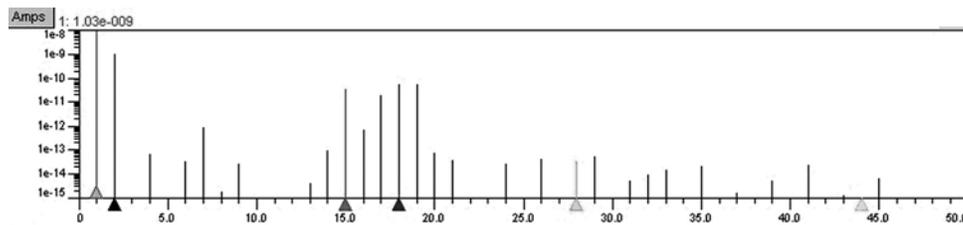


图 2 加热稳定到  $80^{\circ}\text{C}$  时的出气质谱图

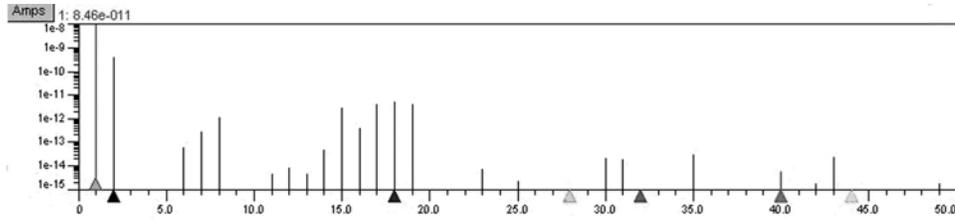


图 3 烘烤排气 7 天后的出气谱图

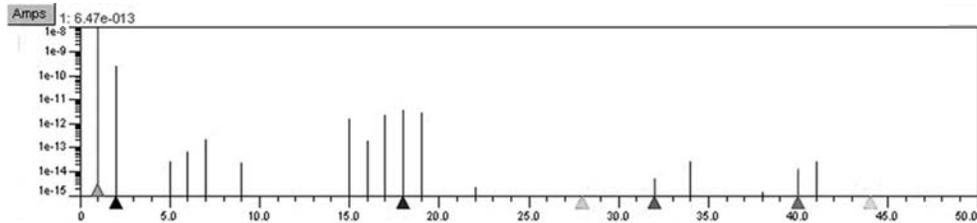


图 4 烘烤排气 15 天后的出气谱图

### 2.2 主要出气峰的变化规律

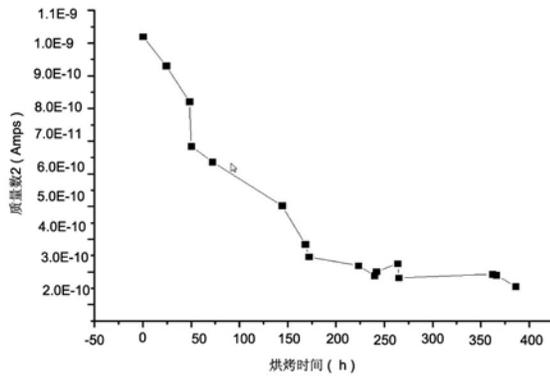


图 5 在质量数 2AMU 处的出气特性实验数据

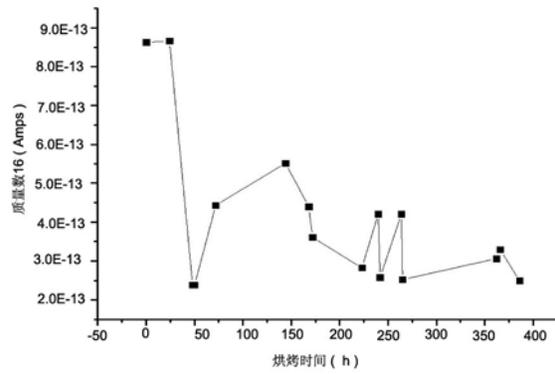


图 7 在质量数 16AMU 处的出气特性实验数据

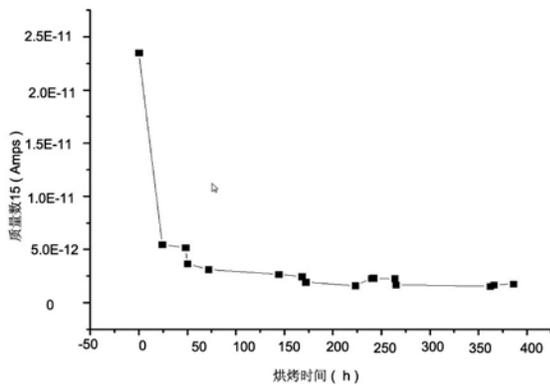


图 6 在质量数 15AMU 处的出气特性实验数据

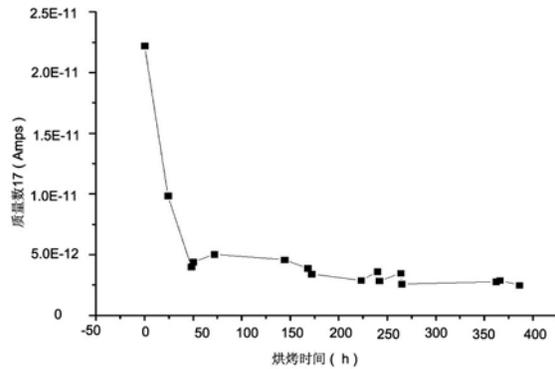


图 8 在质量数 17AMU 处的出气特性实验数据

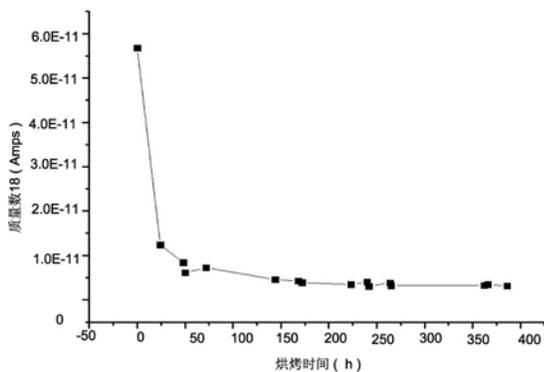


图 9 在质量数 18AMU 处的出气特性实验数据

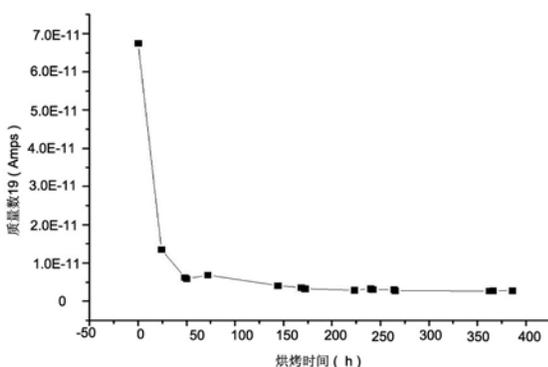


图 10 在质量数 19AMU 处的出气特性实验数据

测试杜瓦在 80 °C 连续烘烤排气 15 天的主要出气离子峰 2、15、16、17、18、19 的变化如图 5 到图 10 所示。

由图可知, 主要出气峰随排气时间的变化规律为初期下降很快, 后期下降很慢且不为零。这表明排气时间必须充分以保证杜瓦真空对长寿

命的要求, 但不能靠无限延长排气时间来获得真空环境。有研究表明排气时间 14 天的器件的真空寿命要比排气 7 天的器件的大一倍<sup>[4]</sup>。可见, 从烘烤排气中获得的出气特性规律可用于指导真空寿命评估, 亦可用于确定合适的排气工艺。

### 3 出气特性模型

杜瓦夹层材料的内部出气件有不锈钢、无氧铜、可伐、陶瓷、粘接胶和焊料等, 主要的出气部分是非金属材料出气件 (粘接胶)。故可采用非金属材料在真空环境下的出气模型描述杜瓦夹层材料的出气特性。非金属材料在真空环境下的出气模型由如下关系式描述<sup>[5,6]</sup> :

$$m = m_0 \exp^{(BT)} [1 - \exp(-t/A)] \quad (1)$$

$$dm/dt = (m_0/A) \exp^{(BT)} \exp(-t/A) \quad (2)$$

在一定的烘烤温度下, 有

$$dm/dt = C \exp(-t/A) \quad (3)$$

式中, m 为出气量; C、m<sub>0</sub> 为常数; t 为时间; T 为温度; B 为材料出气总量特征常数; A 为由材料性质和温度决定的出气时间特征常数。对特定制作工艺特定烘烤温度下的杜瓦瓶, A 有固定值。

采用上述出气特性模型, 对测试数据进行出气特性拟合, 得到的拟合结果见表 1。

表 1 杜瓦夹层材料的出气特征常数

质量数	2	15	16	17	18	19
C	$8.3 \times 10^{-10}$	$6.3 \times 10^{-12}$	$5.1 \times 10^{-13}$	$7.8 \times 10^{-12}$	$1.3 \times 10^{-11}$	$1.2 \times 10^{-11}$
A	285.7	232.6	588.2	294.1	222.2	196.1

### 4 结论

杜瓦夹层材料的主要出气成分是水、甲烷、氢气。质量数为 2、15、16、17、18、19 的离子峰随烘烤排气时间的变化可表征主要出气成

分的放气率大小随时间的变化规律。拟合的特征常数可为特定烘烤温度下确定合理的排气时间提供参考。

根据拟合的出气特性模型, 可外推几十年

(下转第 42 页)