



5^{ème} Ecole Technologique
du réseau des Technologies du Vide
Toulouse, 19-22 juin 2023

Le vide et les températures extrêmes

Dégazage de matériaux spatiaux
de -75°C à 25°C

Guillaume Rioland, Mathieu Hubert, Baptiste Houret, Delphine Faye

guillaume.rioland@cnes.fr, delphine.faye@cnes.fr

Sommaire

❖ Introduction

❖ Mesures

- Equipements
- Mesure de perte de masse totale (TML)
- Couplage avec analyseur de gaz résiduel (RGA)

❖ Simulation

❖ Conclusion

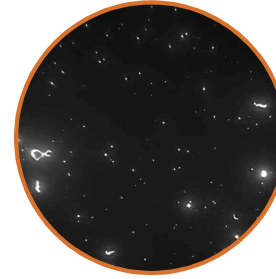
Introduction

contaminant (ECSS-Q-ST-70-01) : toute **matière étrangère** ayant un temps de résidence suffisamment long sur une surface ou dans un environnement fonctionnel pour en **dégrader les performances** ou la durée de vie



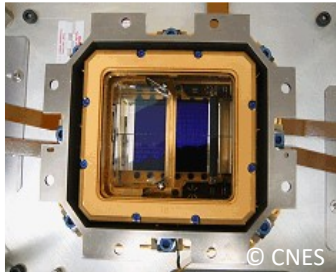
contamination moléculaire

accumulation de monocouches de molécules
(quelques 10 à 100 nm)
essentiellement en vol mais aussi au sol



contamination particulaire

dépôt visible de particules, fibres, copeaux...
(du μm à quelques mm)
essentiellement lors des opérations au sol



Niveaux de propreté selon la sensibilité
des équipements spatiaux

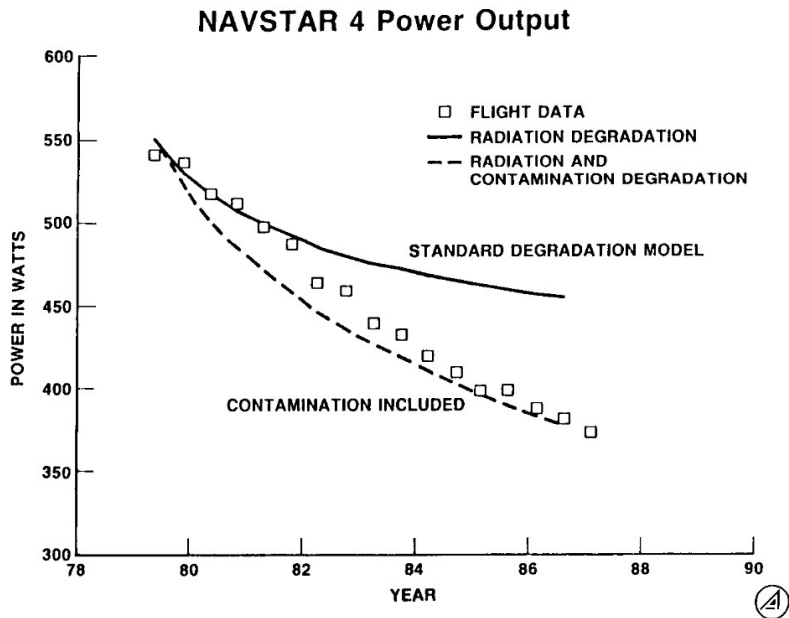


Budget à décliner et respecter tout au long
des différentes phases sol et vol :
fabrication, intégration et opération

Introduction

Exemples de contamination moléculaire

Panneaux solaires Navstar (GPS)



Effet d'un film de contaminants à la surface des radiateurs → **dégradation anormale des panneaux solaires** sur les satellites GPS Navstar

Données vol sur Navstar 5 → cohérent avec un dépôt de contaminant photoinduit sur les panneaux solaires

D. C. Marvin, W. C. Hwang, Contamination Effects of GPS Navstar Solar Array Performance, NASA Technical Reports

Mission Cassini (étude de Saturne)



Saturn images taken DOY 194, 2001. Filters from left to right: CL1/GRN, IR2/IR3 and CL1/MT3.

Halo autour de Saturne sur différentes images

Raisons :

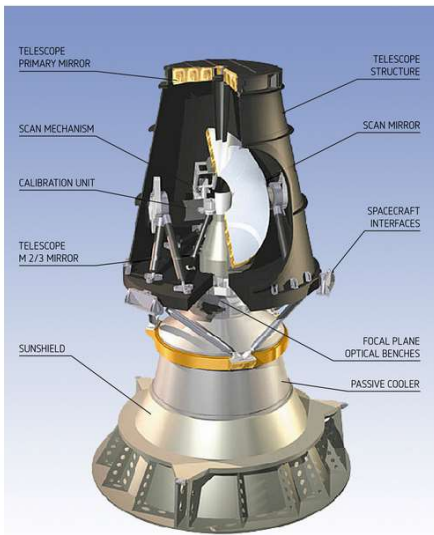
- Pas de prétraitement thermique de certaines MLI
- événement de dépressurisation de la caméra sous-dimensionnée

V. Haemmerle, J. Gerhard, Cassini Camera Contamination Anomaly: Experiences and Lessons Learned, SpaceOps 2006 Conference

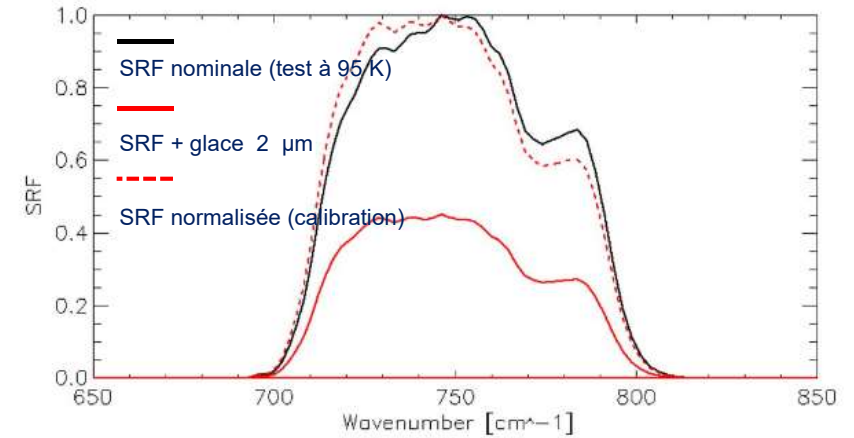
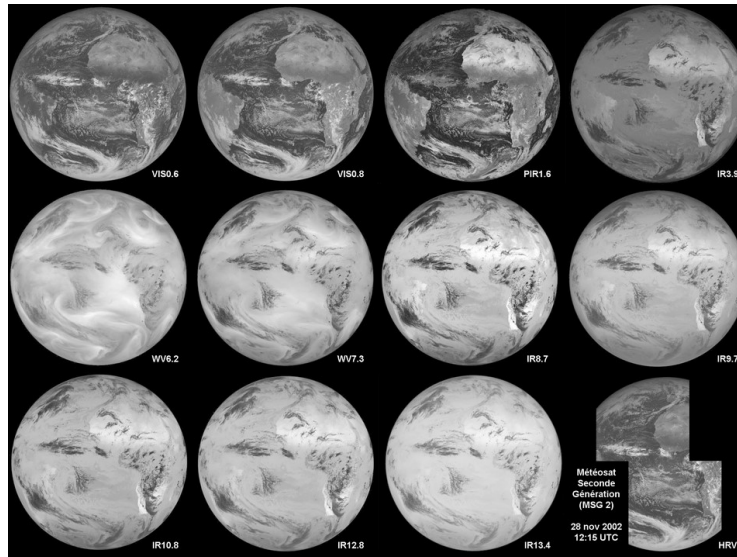
Introduction

Exemples de contamination moléculaire

Meteosat → instrument SEVIRI : Détection et suivi des masses nuageuses, brouillards nocturnes, température de surface, étude des terres émergées vs λ



Inside the SEVIRI instrument



SRFs dans le canal 9 à 13.4 μm

- shift 2 cm^{-1} + modification de SRF
- changements SRF = biais

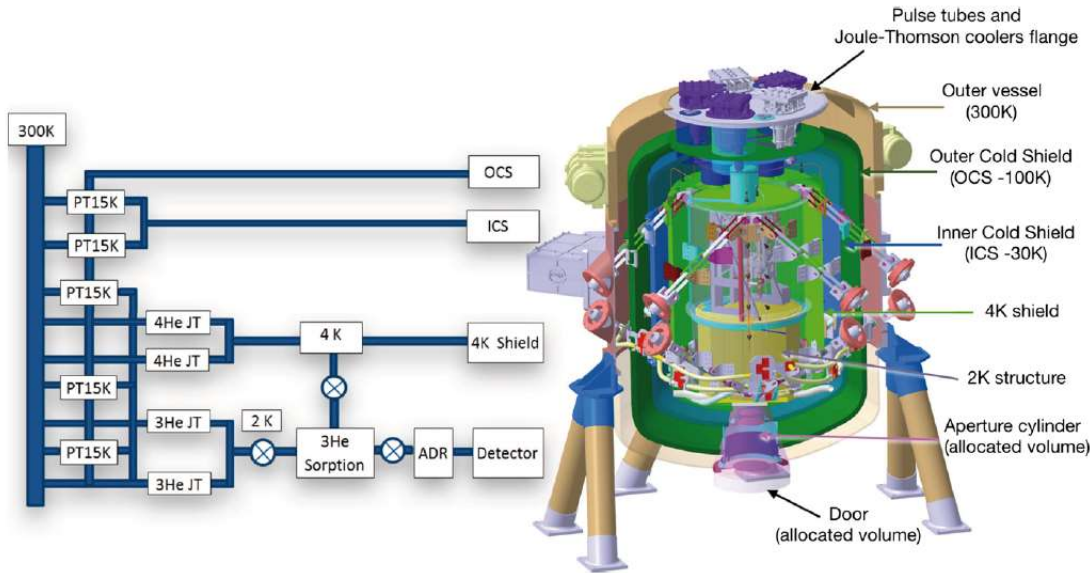
La contamination affectera le gain des canaux associés et leur SRF, qui influence le bruit radiométrique et modifie les radiances calibrées de l'instrument.

Tim J. Hewison, J. Müller, Ice Contamination of Meteosat/SEVIRI implied by Intercalibration Against Metop/IASI, IEEE Transactions on geoscience and remote sensing, Vol. 51, No 3, 2013

Introduction

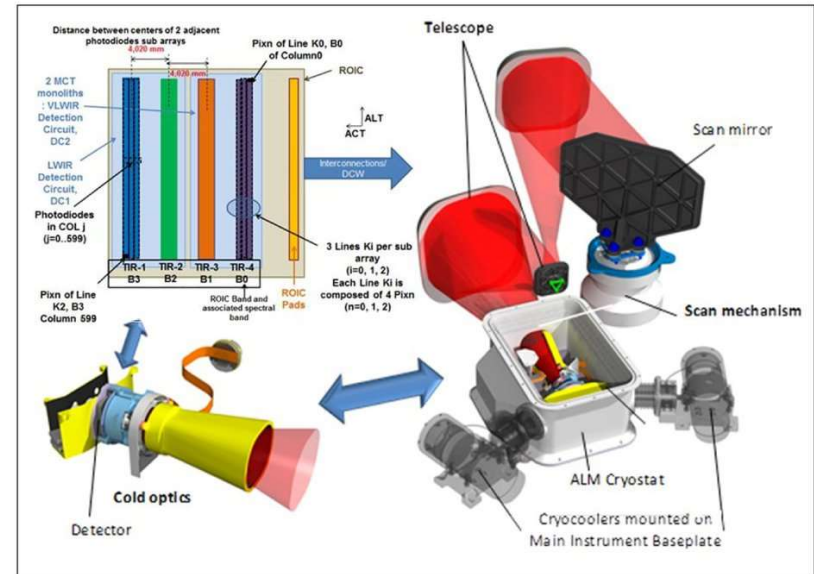
Augmentation des missions cryogéniques

Température cryogénique → surfaces sensibles → performance affectée par la contamination



Athena X-ray Integral Field Unit (X-IFU)

Pajot, F., Barret, D., Lam-Trong, T. *et al.*, The Athena X-ray Integral Field Unit (X-IFU) *J Low Temp Phys* 193, 901–907 (2018)



Trishna

Buffet, L., Gamet, P., Maisongrande, P. *et al.*, The TIR instrument on TRISHNA satellite: a precursor of high resolution observation missions in the thermal infrared domain, *Proc. SPIE* 11852, International Conference on Space Optics - ICSSO 2020, 118520Q (2021)

MicroCarb, MTG, CO2M, LSTM, CHIME et autres

Dégazage à température cryogénique → négligeable ? → pas de données expérimentales

Introduction

Objectifs : quantifier le dégazage à température cryogénique

Optimisation de la chambre de dégazage CNES

Mesures de cinétiques de dégazage de matériaux spatiaux usuels



Refroidissement de matériaux, protocole

Identification de la nature chimique des molécules dégazées



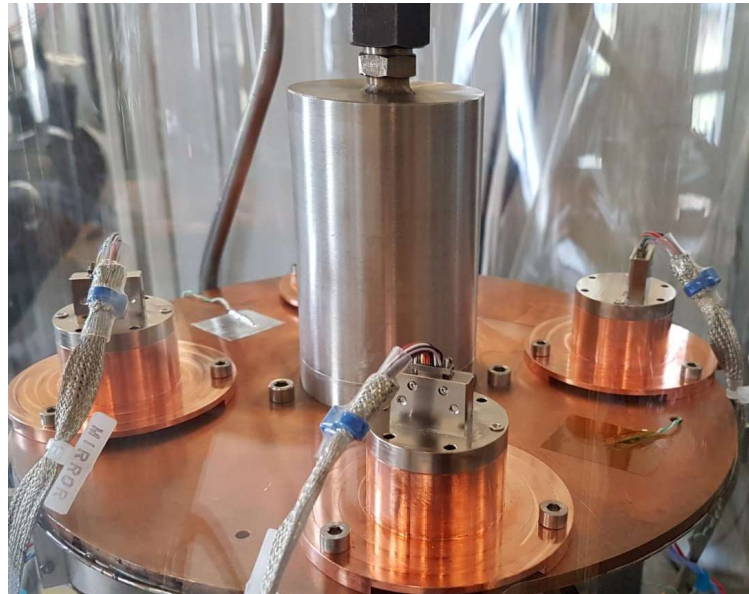
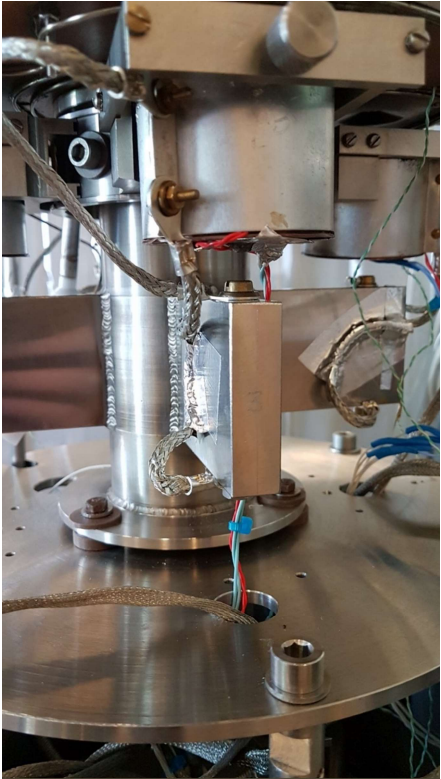
Couplage RGA, modification des fours

Prédiction du dégazage à basse température



Simulation avec modèle Arrhenius

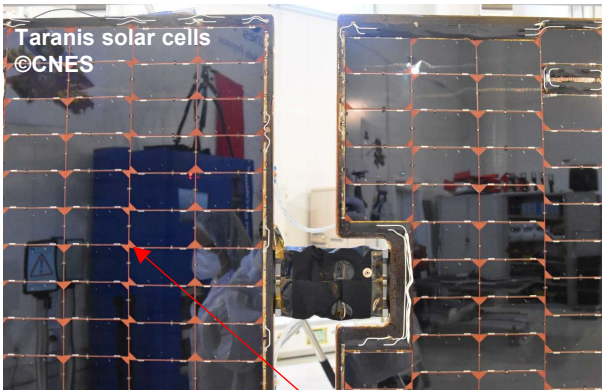
Optimisation de la chambre de dégazage



Optimisation du contrôle thermique pour refroidir les fours de dégazage à basse température

Optimisation de la température du four
→ sensibilité RGA

Matériaux et protocole



Adhésif RTV-S 691

Paramètres :

- 12 g de matériau
- NDK® CQCM, $S = 2.38 \cdot 10^8$ (Hz/g)/cm²
- $T_{\text{CQCM}} = -165^\circ\text{C}$
- $T_{\text{matériau}} = -75^\circ\text{C}$ to 25°C

Protocole:

- Echantillons placés dans les fours
- Balayage GN₂ puis injection LN₂ à pression ambiante
- A une certaine température, mise en route du système de pompage
- Refroidissement jusqu'à -165°C
- Démarrage du dégazage et du RGA

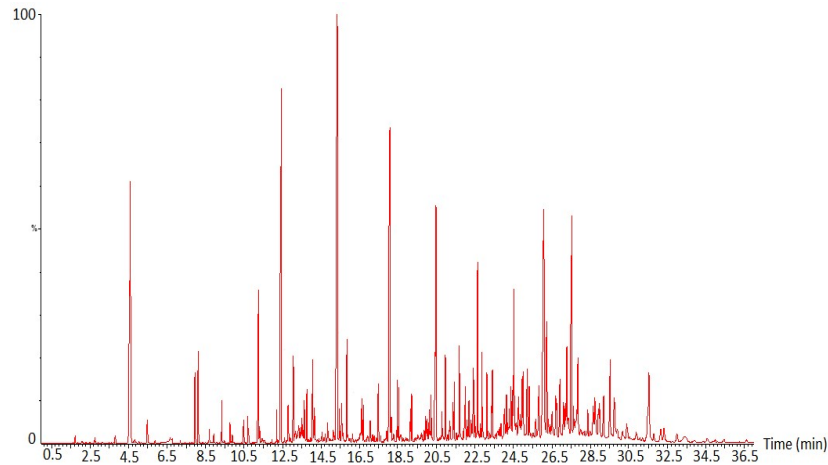


*MLI cryogénique
(52 feuilles + espaceurs polyester)*

TD-GC/MS

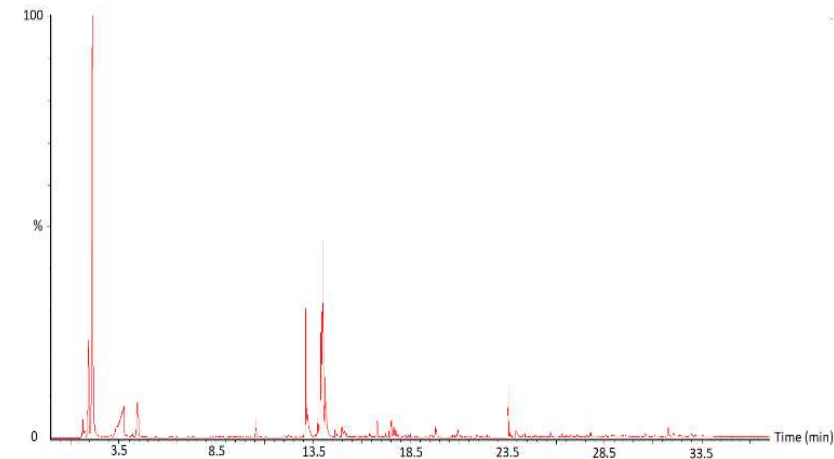
désorbeur thermique TurboxMatrix 300 TD
Couplage chromatographe Clarus 500 (colonne PerkinElmer Elite 5-MS (60 m × 0.25 mm × 0.25 µm)
spectromètre de masse Clarus 500 (MS)

Paramètres: 200°C, délai de solvant de 1 min, pression atmosphérique



Chromatogramme adhésif RTV-S 691

- Benzène au temps de rétention (tr) = 4.6 min
- Toluène (tr = 7.9 min)
- Siloxanes cycliques et linéaires (tr = 12.4, 15.3, 18.1, 20.5, 26.1, 27.5 min)

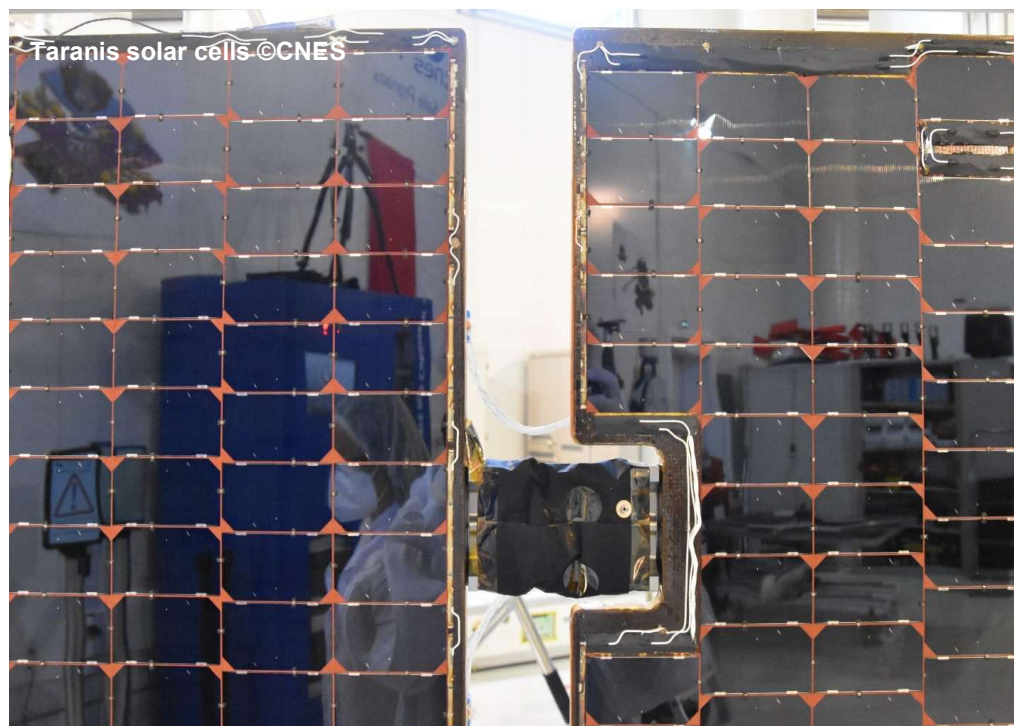


Chromatogramme MLI cryogénique

- Alcools tels que 1-heptanol, 6-méthyl- (tr = 13.9 min)
- Acide benzoïque, ester phenyl (tr = 23.5 min)

Mesures

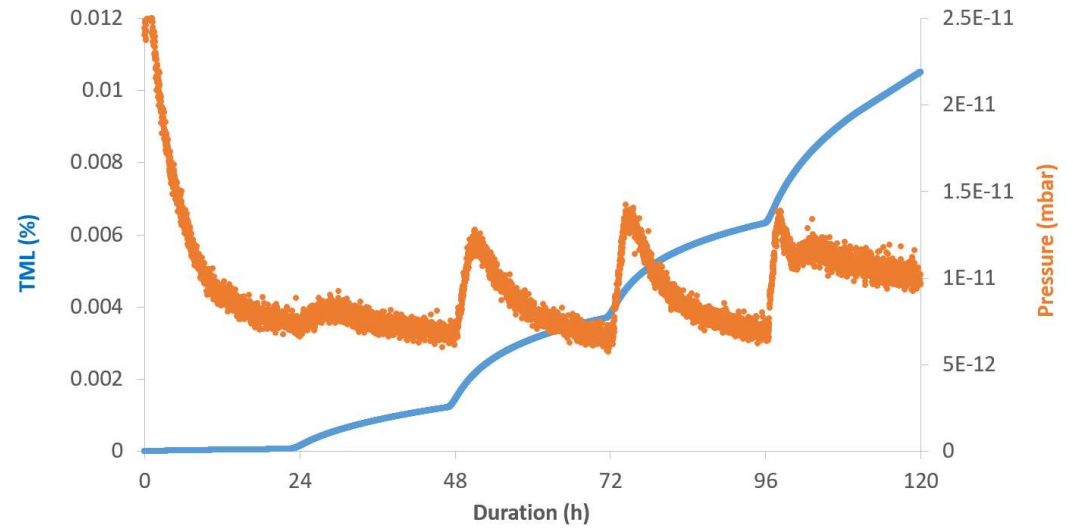
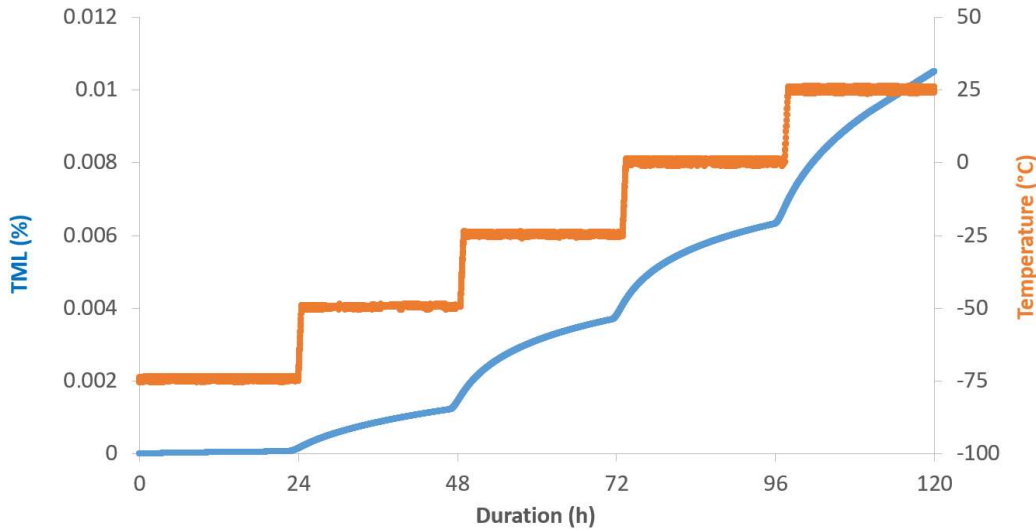
Adhésif RTV-S 691



Mesures

Adhésif RTV-S 691 : dégazage et analyse (désorption d'eau)

12 g de matériau, $T_{RTV-S691} = -75^\circ\text{C}$ à 25°C , $T_{CQCM} = -165^\circ\text{C}$



Début de dégazage à partir de -50°C (0.001 %)

Eau → désorption à partir de -50°C jusqu'à 25°C

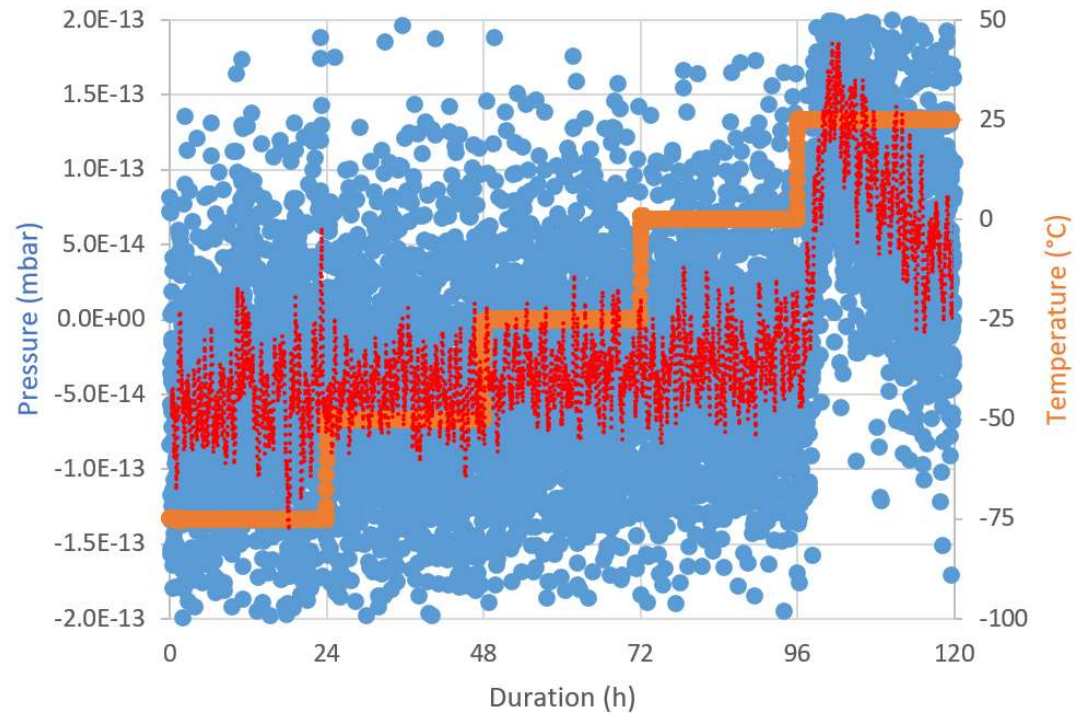
$$\Delta P_{18_{-50^\circ\text{C}}} = 2.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{18_{-25^\circ\text{C}}} = 6.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{18_{0^\circ\text{C}}} = 7.5 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{18_{25^\circ\text{C}}} = 7.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar}$$

Mesures

Adhésif RTV-S 691, analyse RGA

Fragment siloxane : SiC_3H_9

73 fragment (moving average)



Fragment siloxane → désorption potentielle à partir de 0°C

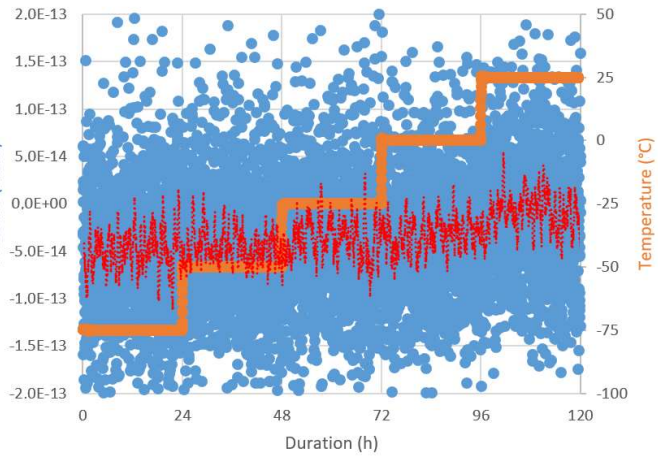
$$\Delta P_{73_25^\circ\text{C}} = 2.5 \cdot 10^{-13} \text{ mbar}$$

Mesures

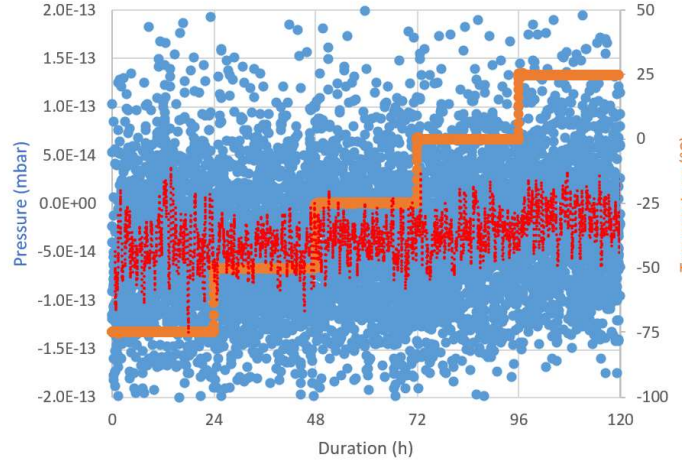
Adhésif RTV-S 691, analyse RGA

Fragments benzène : C_6H_6 , C_6H_5 , C_4H_3 , C_3H_3

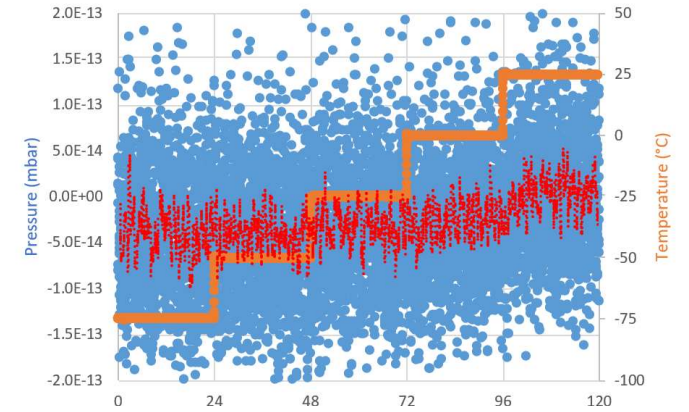
78 fragment (moving average)



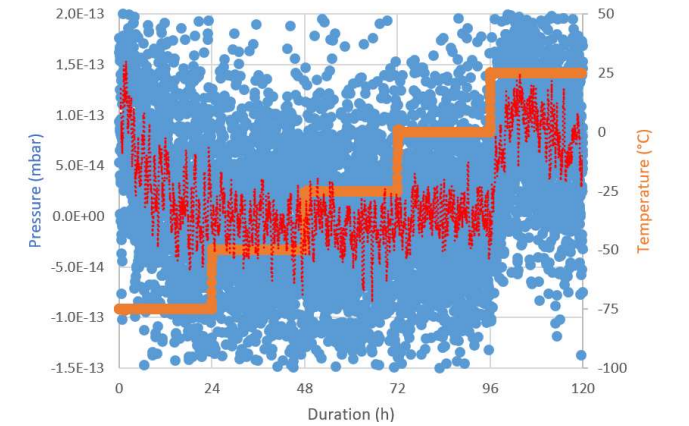
77 fragment (moving average)



51 fragment (moving average)



39 fragment (moving average)



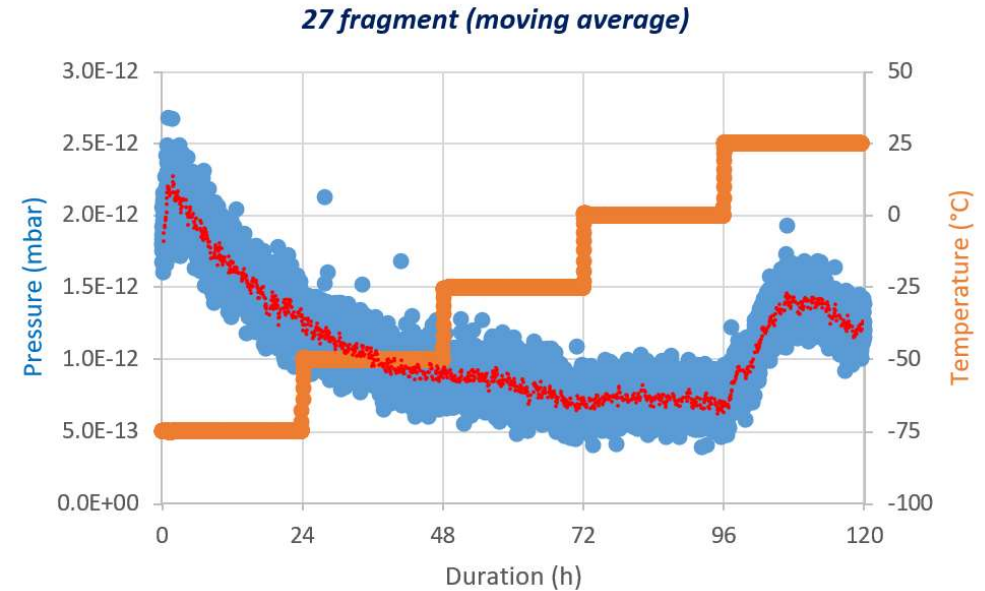
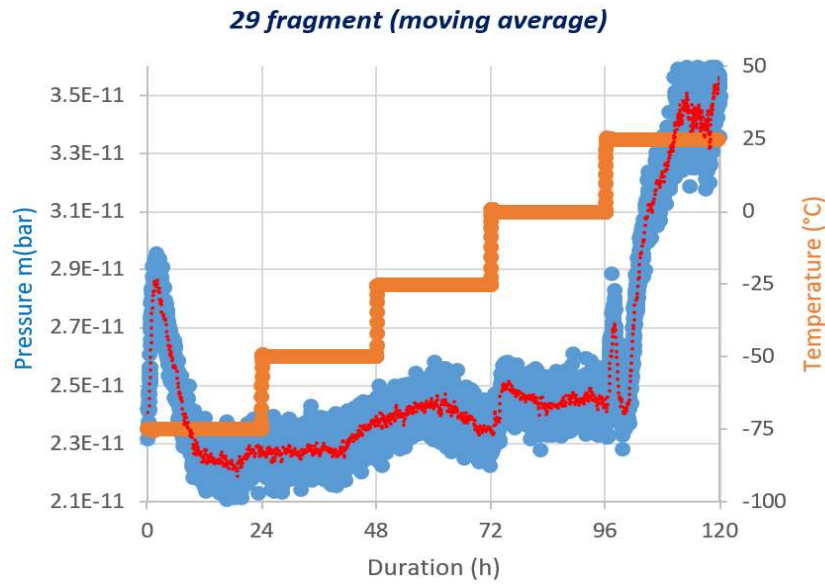
Fragments benzène → désorption potentielle à partir de 0°C

$$\Delta P_{39_25^\circ C} = 1.5 \cdot 10^{-13} \text{ mbar}$$

Mesures

Adhésif RTV-S 691, analyse RGA

Fragments C_xH_y : C_2H_5 , C_2H_3

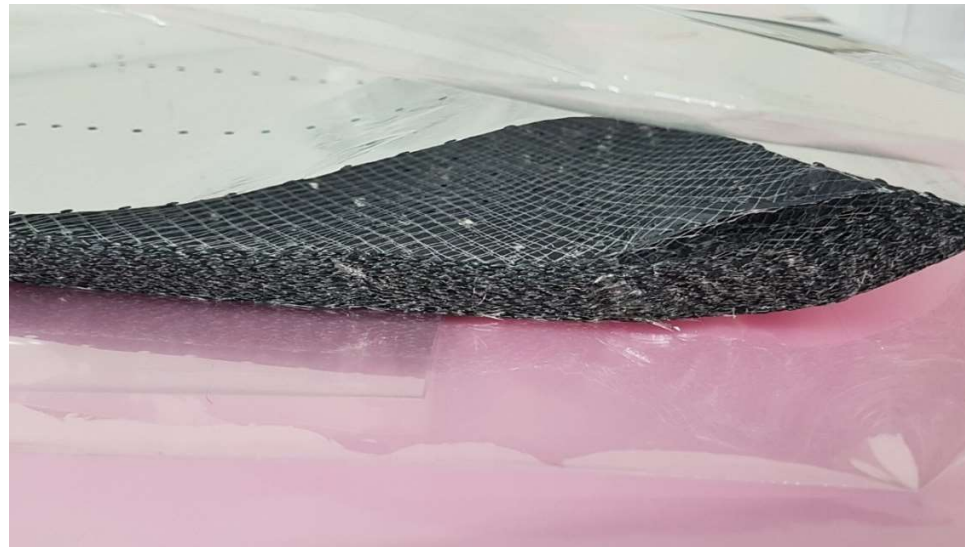


Fragments C_xH_y → désorption à partir de -75°C mais significativement à 25°C

$$\Delta P_{29_{-75^\circ\text{C}}} = 5.5 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{29_{25^\circ\text{C}}} = 1.1 \cdot 10^{-11} \text{ mbar} ; \Delta P_{27_{25^\circ\text{C}}} = 1.5 \cdot 10^{-12} \text{ mbar}$$

Mesures

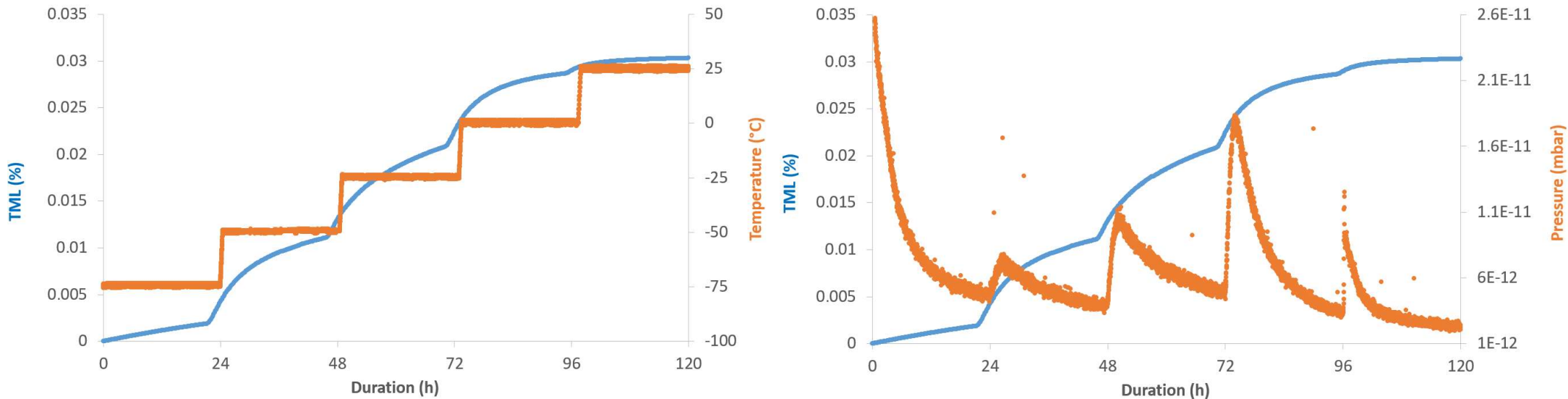
MLI cryogénique



Mesures

MLI cryogénique : dégazage et analyse RGA (désorption d'eau)

12 g de matériau, $T_{MLI} = -75^{\circ}\text{C}$ à 25°C , $T_{CQCM} = -165^{\circ}\text{C}$



Début de dégazage à partir de -75°C (0.002 %)

Eau → désorption à partir de -50°C jusqu'à 25°C

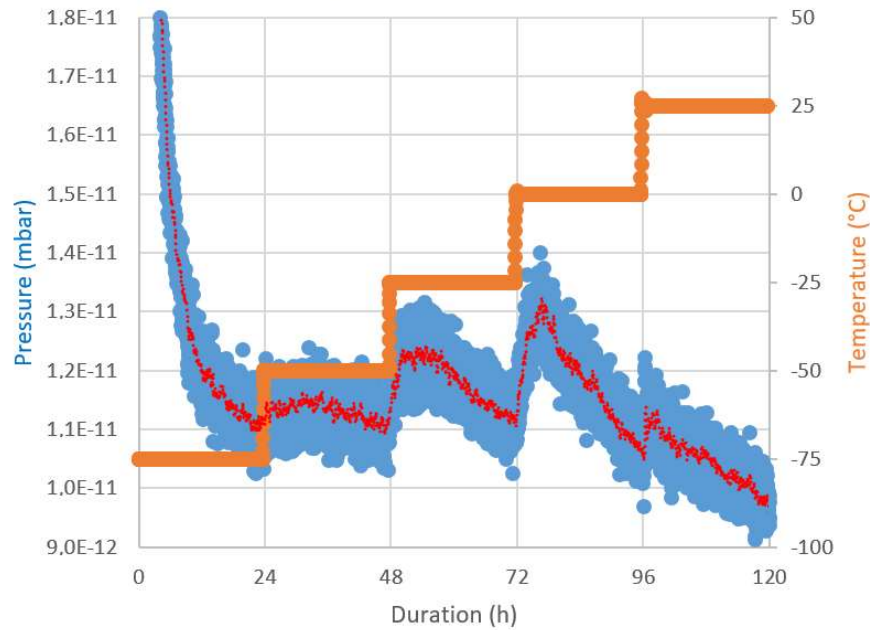
$$\Delta P_{18_{-50^{\circ}\text{C}}} = 2.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{18_{-25^{\circ}\text{C}}} = 6.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{18_{0^{\circ}\text{C}}} = 12.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{18_{25^{\circ}\text{C}}} = 7.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar}$$

Mesures

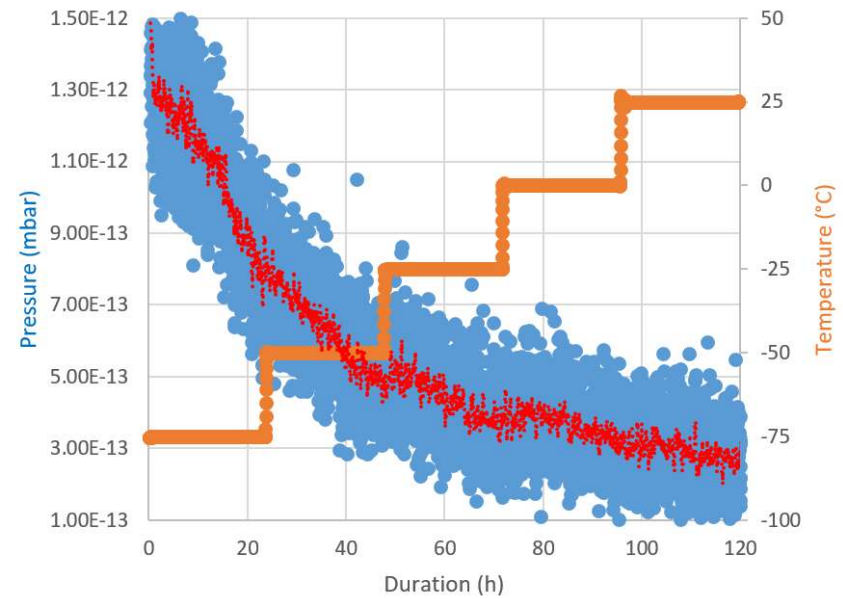
MLI cryogénique, analyse RGA

Fragments C_xH_y : C_2H_5 , C_2H_3

29 fragment (moving average)



27 fragment (moving average)



Fragments C_xH_y → désorption à partir de -50°C

$$\Delta P_{29_{-50^\circ\text{C}}} = 5.0 \cdot 10^{-13} \text{ mbar} ; \Delta P_{29_{-25^\circ\text{C}}} = 1.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} ; \Delta P_{29_{0^\circ\text{C}}} = 2.0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar}$$

Simulation

LP/VB5E → calculs, simulation et base de données

- Calculs → loi de désorption 1^{er} ordre, 5 espèces chimiques dégazées considérées avec une volatilité décroissante

$$\frac{d\mu(t)}{dt} = k_{i(t)}(\mu_i - \mu_{i(t)}) \text{ avec } \mu_{i(t_0)} = 0$$

$$\mu(t) = \sum_{i=1}^n \int_{t_0}^t (\mu_i - \mu_{i(t)}) \cdot (1 - e^{-k_{i(t)} dt})$$

$$k_{i(t)} = A_i e^{\frac{-E_i}{RT(t)}}$$

- trouver les coefficients $(\mu, E, A)_{1 \text{ à } 5}$ à partir d'un test de dégazage (paliers de température croissants)
- Simulation du dégazage pour un matériau donné en utilisant les coefficients $(\mu, E, A)_{1 \text{ à } 5}$ avec différents profils de dégazage
- Base de données → pour calculs ultérieurs

Simulation

Valeur des coefficients après ajustement pour les matériaux MLI cryogénique et adhésif RTV-S 691

		MLI cryogénique	Adhésif RTV-S 691
Exponentielle 1	μ (%)	1.10^{-3}	0
	E (kcal / mol)	1.6	1
	A (1 / s)	3.10^{-3}	9.10^{-4}
Exponentielle 2	μ (%)	9.10^{-3}	1.10^{-3}
	E (kcal / mol)	15	17
	A (1 / s)	2.10^{10}	2.10^{12}
Exponentielle 3	μ (%)	10.10^{-3}	2.10^{-3}
	E (kcal / mol)	17	19
	A (1 / s)	7.10^{10}	1.10^{13}
Exponentielle 4	μ (%)	8.10^{-3}	3.10^{-3}
	E (kcal / mol)	18	21
	A (1 / s)	3.10^{10}	3.10^{12}
Exponentielle 5	μ (%)	3.10^{-3}	6.10^{-3}
	E (kcal / mol)	18	21
	A (1 / s)	2.10^9	8.10^{10}

Simulation correcte → même ordre de grandeur pour μ (cf données expérimentales)

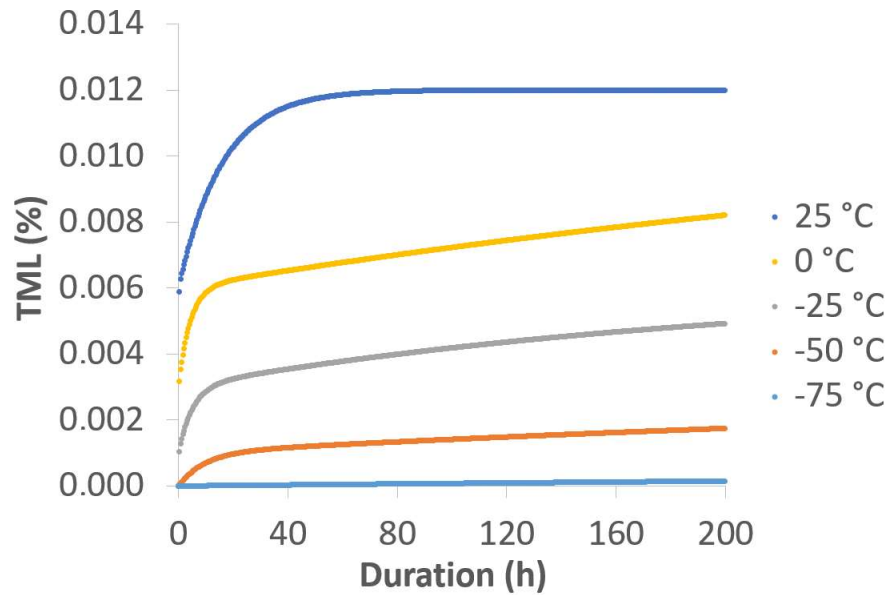
Energies d'activation inférieures à 20 kcal / mol → désorption (< 10 kcal / mol) et diffusion (< 15 kcal / mol)

John J. Scialdone. (1982), Characterization Of The Outgassing Of Spacecraft Materials, Proc. SPIE 0287, Shuttle Optical Environment.

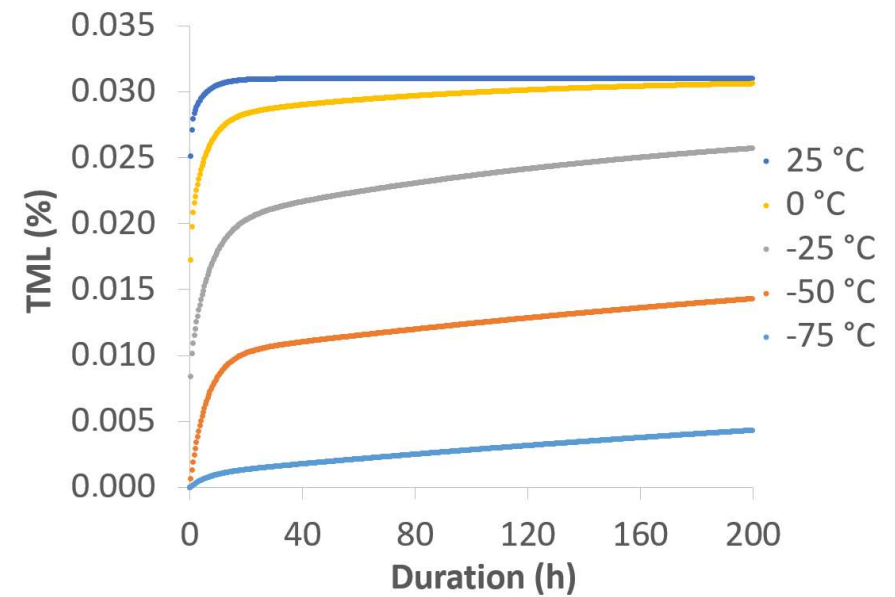
Prédiction

Prédiction à partir des coefficients $(\mu, E, A)_{1 \text{ à } 5}$ calculés

RTV-S 691



MLI cryogénique



Dégazage des matériaux négligeable à -75°C mais commence à -50°C
Travail sur les modèles

Conclusion

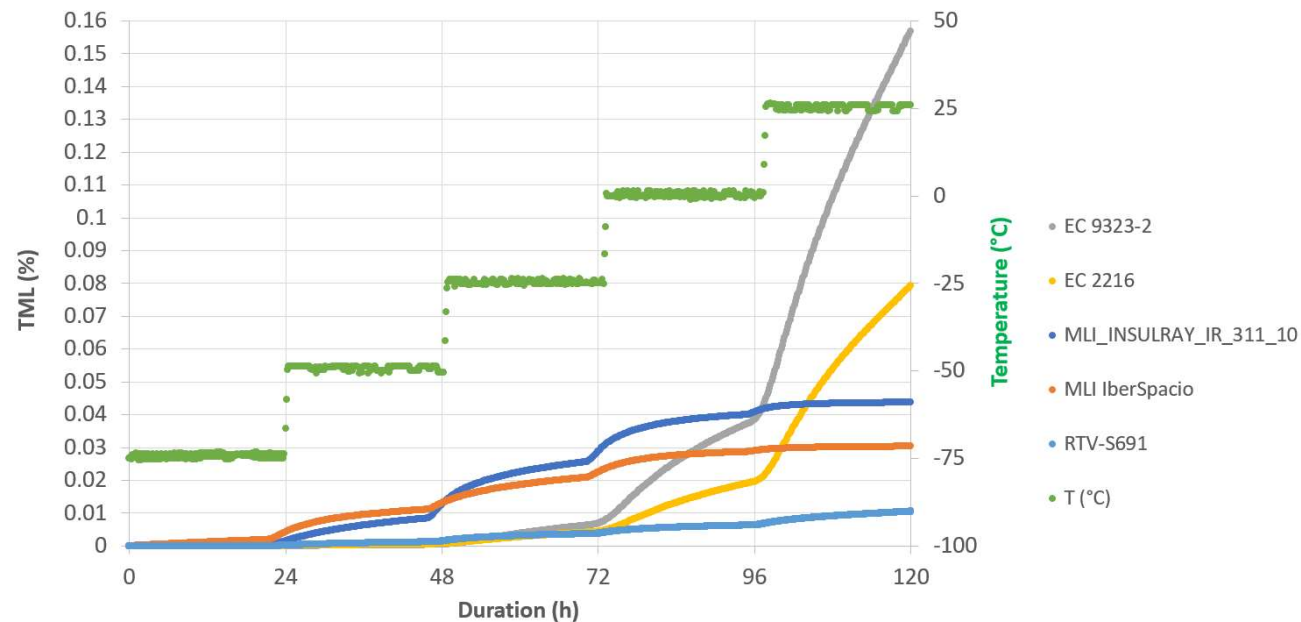
- Chambre de dégazage CNES modifiée pour mener des tests de dégazage de différents matériaux à température cryogénique
- Début de dégazage à -75°C (eau) et à -50°C pour quelques fragments de solvant
- Dégazage dominé par la désorption / diffusion d'eau

Température	-75°C	- 50°C	- 25°C	0°C	25°C
TML pour adhésif RTV-S 691 (%)	0	0.001	0.002	0.003	0.004
TML pour MLI cryogénique (%)	0.002	0.01	0.01	0.007	0.001

- Publication : Outgassing of Three Space Materials from -75°C to 25°C, G. Rioland *et al.*, *Journal of Spacecraft and Rockets*, 59, 4, 2022

Conclusion

- Données RGA → augmenter le rapport S/N
- Chaque matériau possède un comportement spécifique à basse température



- Modèles prédictifs à retravailler et valider à ces températures pour être physiquement réalistes
→ collaboration CNES / ADS
- Travail actuel : dégazage de 25°C à -75°C et implémentation de modèle de diffusion

Remerciements

Collaborateurs CNES

- M. HUBERT
- B. HOURET
- D. FAYE

Support financier

