



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

I. Tovenà Pécault

CEA/CESTA/DLP/SCAL/LPO
DO 28 04/04/11



diffusé le : 06/06/11

Résumé et/ou conclusions principales :

Tous les matériaux organiques présents dans l'environnement des optiques du LMJ doivent subir ce protocole. A partir d'avril 2011, ce test sera réalisé en substitution du test ASTM E 595 pour tous les matériaux restant à qualifier pour le LMJ. Les molécules recherchées tout particulièrement dans ce test sont les molécules condensables à savoir par exemple les phtalates, les siloxanes, le TXIB, le BHT et les organophosphorés.

En fonction des résultats à ce test, le CEA statuera sur l'acceptation de ces matériaux en regard de leur application sur le LMJ. Au cas par cas, le CEA pourra proposer des pré-étuvages des matériaux dans des conditions particulières, avant leur utilisation.

Rédacteur	Vérificateur	Approbateur	Emetteur
I. Tovenà Pécault CEA	L. Modin CEA	J. Néauport CEA	S. Seznec CEA
Visé le 16/05/2011	Visé le 16/05/2011	Visé le 21/05/2011	Visé le 30/05/2011

Avant toute utilisation de ce document, vérifiez dans SIROCO son statut d'applicabilité MOS03991B

LMJ-00362-F71-2SP-MOS03991B	Ce document est la propriété du CEA et ne peut être utilisé, reproduit ou communiqué sans son autorisation	Page : 1 / 8
-----------------------------	--	--------------

Etablissement public à caractère industriel et commercial R.C.S. PARIS B 775 685 019

LMJ Prod externe - Doc technique - Rév 3



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques **LMJ**

DOCUMENTS D'ENTREE :

REP	Référence	Ind	Titre
[1]	LMJ-00115-F71-2NT-MOS00078	A	Critères de sélection des matériaux
[2]	ASTM E595		"Total mass Loss and collected volatile condensable materials from outgassing in a vacuum environment", 1993
[3]	ECSS-Q-70-02 A		Thermal vacuum outgassing test for space materials (space product assurance)
[4]	Revue des essais industriels, Septembre 2008		I. Toven, L. Pepin, P. Kaluzny, M. Radilimanantsoa, A. Louit, <i>Tests de dégazage pour l'analyse du risque de contamination chimique des matériaux organiques du laser MégaJoule</i> ,
[5]	IEST-RP-CC031.1		Method for characterizing outgassed organic compounds from cleanroom materials and components,
[6]	SEMATECH-94022208A-XFR		Development of standard outgassing techniques for detecting volatile organic compounds from polymeric materials used in microenvironments,

Nature du Document (CR, NT,...)	SP
Identifiant 23c	LMJ-00362-F71-2SP-MOS03991-B
Référence documentaire de l'industriel	

Avant toute utilisation de ce document, vérifiez dans SIROCO son statut d'applicabilité

MOS 3991 Ind. B

LMJ- 00115-F712NT-MOS03991 B	Ce document est la propriété du CEA et ne peut être utilisé, reproduit ou communiqué sans son autorisation	Page : 2 / 8
------------------------------	--	--------------



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

SOMMAIRE

Sommaire	3
I. Introduction	5
II. Glossaire	5
III. Domaine d'application.....	5
III. Présentation des échantillons	6
IV. Protocole expérimental.....	6
IV. Résultats attendus	6
V. Laboratoires agréés	7



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

REPERTOIRE DES EVOLUTIONS

Rév.	Date Approb.	Nature de l'évolution	Pages modifiées
B	01/02/11	Technique : évolution des spécifications et du protocole pour prise en compte des résultats de la R&D menée par le CEA dans ce domaine et du retour d'expériences du NIF ¹	toutes
A	26/10/07	Emission initiale	

¹ LMJ-00361-ZWB-2CR-MOS09654A, Second séminaire CEA LLNL sur le thème de la propreté, 9 et 10 Juin 2010

Avant toute utilisation de ce document, vérifiez dans SIROCO son statut d'applicabilité

MOS 3991 Ind. B

LMJ- 00115-F712NT-
MOS03991 B

Ce document est la propriété du CEA et ne peut être utilisé,
reproduit ou communiqué sans son autorisation

Page : 4 / 8



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

I. INTRODUCTION

Compte tenu de notre REX LIL et des résultats de notre R&D, les tests de qualification des matériaux selon l'ASTM 595 « Total mass Loss and collected volatile condensable materials from outgassing in a vacuum environment, 1993 », ne sont plus suffisants.

Rappelons que, selon ce test, les spécifications étaient pour l'ensemble des matériaux organiques rentrant dans la fabrication des composants opto-mécaniques LMJ :

- un taux de perte de masse totale dégazée inférieure à 1% (TML)
- un taux de matière recondensée inférieur à 0,1%(CVCM) selon les tests ASTM E595 ou ECSS-Q-70-02A.

Plus que la quantité dégazée, c'est la nature chimique des molécules dégazées qui rend l'utilisation des matériaux organiques critiques. En effet, ce sont les molécules condensables ou les molécules à fortes affinités chimiques avec la silice qui sont critiques. Définir un seuil critique a priori pour chacune de ces molécules est difficile dans la mesure où ce qui est critique c'est la quantité déposée sur les optiques après dégazage du matériau et non la quantité dégazée par le matériau en absolu. Par ailleurs, la quantité déposée sur les optiques dépend :

- du rapport volume ou masse du matériau/surface de l'optique en regard,
- du rapport masse de matériau/volume clos englobant l'optique et le matériau organique,
- du temps d'exposition de l'optique au matériau dégazant.

Nous présentons donc dans ce qui suit un protocole d'analyse chimique du dégazage de matériaux que nous préconisons pour l'ensemble des matériaux organiques ou plastiques du LMJ.

II. GLOSSAIRE

TML : Total mass loss ou perte de masse du matériau testé selon le protocole ASTM E 595 ou ECSS-Q-70-02 A

CVCM : Collected Volatile Condensable Material ou masse du matériau recondensée sur une surface collectrice dans les conditions du test ASTM E 595 ou ECSS-Q-70-02 A

III. DOMAINE D'APPLICATION

A partir d'avril 2011, ce test sera réalisé en substitution du test ASTM E 595 pour tous les matériaux restant à qualifier pour le LMJ.



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

IV. PRESENTATION DES ECHANTILLONS

Deux types d'échantillons sont envisageables :

- Matériaux solides : ce type d'échantillon est éventuellement découpé afin d'être introduit dans le réacteur cylindrique du réacteur de dégazage,
- Matériaux liquides (exemple : peinture, enduits) : ce type de matériau est appliqué par l'industriel, sur des disques en inox de 50 mm de diamètre (éventuellement multi couches). Le support en inox devra être pré-nettoyé à l'acétone puis à l'éthanol avant d'être pesé. Il sera de nouveau pesé après dépôt du matériau liquide en respectant le temps de séchage prévu par le fournisseur.

Ces matériaux ou ces préparations seront conditionnés sous film aluminium, qualité alimentaire pour le transport au laboratoire qui réalisera le dégazage et les analyses chimiques correspondantes.

V. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Le protocole de test fait l'objet d'une publication [4]. Il est inspiré des tests IEST-RP-CC031.1 [5] et SEMATECH-94022206A-XFR [6] :

- a) L'échantillon de matériau est introduit dans un réacteur spécifique car non contaminant, hermétique et dont le volume du réacteur est renouvelé par un gaz propre.
- b) L'échantillon est ensuite porté à la température T1 pendant une durée fixée au préalable. Pendant toute la durée de la désorption l'air du réacteur est prélevé.
- c) L'étape b) est reproduite sur le même échantillon à la température T2, trois fois.
- d) Les analyses sont réalisées par couplage chromatographie en phase gaz - spectrométrie de masse (CPG-SM)

La température T1 est fixée à 30°C afin de représenter le dégazage à température ambiante. La durée du dégazage est alors de 48h.

La température T2 est fixée à 50°C sous réserve que cette température n'excède pas la température de dégradation du matériau indiquée par le fabricant. Nous procédons alors à 3 cycles de 1h30.

Ce test permet donc de détecter la présence des molécules jugées critiques avec une sensibilité de l'ordre du ng/g.

VI. RESULTATS ATTENDUS

Le traitement des données permet de connaître :

- Qualitativement, la signature chimique du matériau étudié à chaque température.
- Quantitativement (ou semi quantitativement) les masses dégazées de manière globale et pour chaque composé identifié, pour chaque température.



Protocole de dégazage quantitatif et qualitatif des matériaux organiques LMJ

Les résultats sont exprimés en masse de la molécule X dégazée par masse d'échantillon dégazé puis en pourcentage massique à une température donnée et à pression atmosphérique.

On recherche en particulier la quantité de phtalates, de TXIB, BHT, organophosphorés et de siloxanes dégazées en fonction de la température.

Dans le tableau 1. , on donne les valeurs seuils admissibles pour les matériaux testés :

	Quantité dégazée à T1 (30°C)	Quantité dégazée à T2 (50°C) à chaque désorption
phtalates	<10ng/g	<100 ng/g
siloxanes	<10ng/g	<100 ng/g
TXIB	<10ng/g	<100 ng/g
Total <i>molécules condensables</i>	<100ng/g	<500 ng/g

Ces informations seront analysées par le CEA qui jugera au cas par cas de l'acceptation de ces matériaux organiques en regard de leur application.

VII.PRE-ETUVAGE DES MATERIAUX AVANT UTILISATION

En fonction des résultats obtenus (VI), un pré-étuvage des matériaux pourra être recommandé par le CEA.

VIII. LABORATOIRES AGREES

Sur demande, le CEA pourra conseiller des laboratoires aptes à réaliser les dégazages et les pré-étuvages (cf.VII).