

文章编号: 1003-501X(2009)01-0120-05

反应烧结碳化硅反射镜表面改性技术

徐领娣^{1,2}, 张学军¹, 王 旭^{1,2}

(1. 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 长春 130031;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘要: 为了解决新型优质光学材料—反应烧结碳化硅(RB-SiC)由SiC和Si两相结构引起的光学表面缺陷问题, 提出了反射镜表面改性方案并且从加工工艺的角度介绍了改性工艺流程。以空间反射镜的使用环境为依据, 对几种适用的RB-SiC改性材料进行了较为全面的分析比较。本文采用新的离子辅助沉积碳化硅(IAD-SiC)材料为改性层, 对改性层的表面形貌及部分性能进行了测试, 证明IAD-SiC膜层能够满足改性要求。在厚度为 $(6\pm 0.5)\mu\text{m}$ 的IAD-SiC膜层表面进行了一系列抛光工艺实验, 文中给出了超光滑表面抛光工艺参数和实验结果。对改性层进行精抛光后, 100 mm口径样片的面形精度为 0.033λ RMS($\lambda=632.8\text{ nm}$), 表面粗糙度优于 0.5 nm RMS 。结果表明, 本方法不仅可以很大程度提高元件表面质量, 还可以进一步精修面形, 为超光滑、低散射RB-SiC反射镜的加工提供了一条可行途径。

关键词: 反应烧结碳化硅; 表面改性; 表面粗糙度; 离子辅助沉积碳化硅; 超光滑表面

中图分类号: TQ171.6

文献标志码: A

Surface Coating Technique of Reaction Bonded SiC Mirrors

XU Ling-di^{1,2}, ZHANG Xue-jun¹, WANG Xu^{1,2}

(1. Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics,

Chinese Academy of Sciences, Changchun 130031, China ;

2. Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

Abstract: Recently, Reaction Bonded-SiC (RB-SiC) has become the most promising space mirror material due to its superior mechanical, thermal and physical properties. But surface roughness of polished RB-SiC is limited by the Si/SiC two phase structure of the material. To solve this problem, a kind of surface coating technique was introduced to obtain ultra-smooth optical surface. Firstly, according to the application environment of space mirrors, proper coating materials were analyzed generally. Secondly, SiC deposited by new Ion Assisted Depositing (IAD) technique was chosen to be the coating material and properties of IAD-SiC film were tested. Finally, a series of polishing experiments on $6\pm 0.5\mu\text{m}$ thick IAD-SiC layers were accomplished. Results show that surface roughness of the finished coating achieves less than 0.5 nm RMS and the final surface figure is 0.033λ RMS ($\lambda=632.8\text{ nm}$). The technique shows an access to process ultra-smooth and low scatter RB-SiC mirrors.

Key words: RB-SiC; surface coating; surface roughness; IAD-SiC; ultra-smooth surface

0 引 言

随着航天卫星、天基侦察器、天基拦截器等空间应用技术的高速发展, 人们对空间光学系统的核心元件—空间反射镜的材料及制造工艺都提出了极高要求。图 1 是常见反射镜材料的比刚度与热稳定性对比简

收稿日期: 2008-07-28; 收到修改稿日期: 2008-10-24

基金项目: 国家杰出青年基金资助项目(69925512)

作者简介: 徐领娣(1980-), 女(汉族), 河北保定人。博士生, 主要研究方向为先进光学制造技术。E-mail: xuldi@126.com。

图, 从中可以看出, 新型材料 RB-SiC 具有很高的比刚度及长期的空间稳定性^[1]。RB-SiC 具有较小的热膨胀系数、较高的导热系数和极高的化学稳定性, 比刚度仅次于铍和 CVD-SiC 而优于其它传统光学材料, 轻量化程度能够达到 75% 以上^[1-3]。另外, 反应烧结技术能够较方便地制作大尺寸(1 000 mm 以上口径)、形状复杂的轻量化 RB-SiC 反射镜净坯, 从而在提高了系统性能的同时有效地降低了制造和发射成本。所以, RB-SiC 已经成为国内外研制空间遥感器的首选材料。

但是 RB-SiC 是一种 Si\SiC 两相结构的材料(Si 含量一般为 15%~30%), 其中 Si 的去除速率较快而 SiC 的去除速率较慢, 导致了反射镜光学表面粗糙度及散射率的升高, 无法满足高质量光学系统尤其是短波光学系统的要求。

为了满足我国轻型、超光滑 RB-SiC 反射镜制造技术发展的迫切需求, 本文将从加工工艺的角度对 RB-SiC 改性工艺进行探讨。以空间反射镜的使用环境为依据, 对几种适用的 RB-SiC 改性材料进行了较为全面的分析比较, 并采用自主研发的离子辅助沉积碳化硅(IAD-SiC)为改性材料, 对改性层性能及改性层抛光工艺进行了研究。

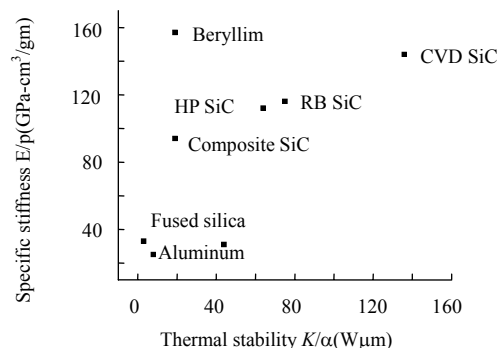


图 1 各种反射镜材料比刚度与热稳定性对比简图

Fig.1 Specific stiffness versus thermal stability for different materials

1 RB-SiC 反射镜表面改性工艺流程

RB-SiC 反射镜的改性工艺包括改性层的沉积工艺和改性层加工工艺。图 2 即为 RB-SiC 反射镜改性工艺流程图。首先, 改性前的 RB-SiC 镜坯应该经过粗磨成型、细磨、抛光达到一定的面形精度及表面质量。因为基体的表面状态在一定程度上影响改性材料的原子集团在基体表面的附着、凝聚、成核和生长过程, 而基底的面形精度直接影响着改性层的加工去除量。然后, 在基底的抛光表面镀一层改性膜, 厚度一般只有几个微米到 1 个毫米。由于沉积过程中膜层几乎是等厚生长, 工件表面的原有缺陷仍有体现, 所以还要对改性层进行均匀抛光, 以优化反射镜表面粗糙度, 并且通过反复的面形检测和精抛光进一步修整面形直到满足加工要求。为了提高抛光效率可以将改性层的抛光分为粗抛光和精抛光两个阶段。

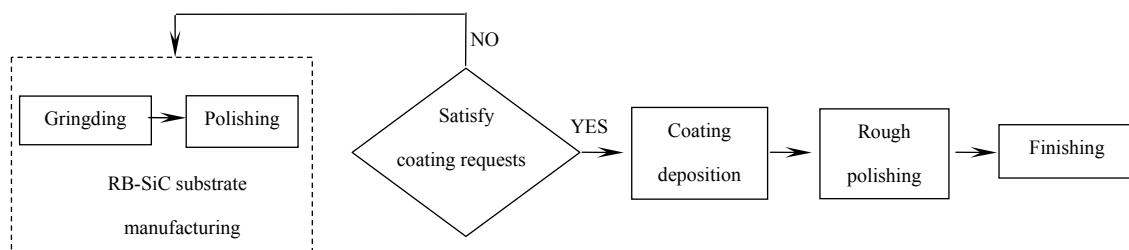


图 2 RB-SiC 反射镜改性工艺流程图

Fig.2 Process chart of surface coating technique of RB-SiC mirrors

2 RB-SiC 改性材料

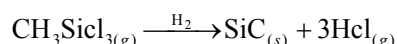
2.1 改性材料分析

由于碳化硅反射镜一般用于空间光学系统中, 常受到温度急剧变化的冲击、高能辐射及负氧离子的侵蚀, 碳化硅反射镜的表面改性层材料的选择需要满足以下要求: 1) 改性层的热性能应该与 SiC 基底材料相匹配; 2) 改性层应该具有良好的光学加工性能; 3) 有良好的空间稳定性及化学稳定性。除此之外, 材料来源及我国的研究生产现状也是必须要考虑的因素^[5-6]。

基于以上分析对常用的反射镜材料进行挑选, 将以下能够满足 RB-SiC 改性要求的碳化硅和硅作为备选材料进行分析比较。

1) 化学气相沉积碳化硅(CVD-SiC)

在 1 300℃ 左右的沉积温度下用 H_2 或 H_2/Ar 混合气体作为载体, 将热解碳化硅沉积在 RB-SiC 镜坯上, 形成高纯度的 β -SiC 沉积层。反应式如下:



CVD-SiC 的优点是致密程度非常高; 有良好的光学性能, 可以加工出接近衍射极限的光学表面; 耐辐射能力强等。目前采用化学气相沉积技术制备 SiC 改性层也有不足之处: 第一是沉积工艺复杂, 国内大口径、均匀 CVD-SiC 膜层的制备工艺还不是很成熟。第二是 CVD-SiC 材料的硬度很高。这些都无疑增加了加工成本。还有, 沉积过程的高温可能带来较高的膜层应力, 尤其是对于大口径、轻质、脆性元件。

2) 物理气相沉积碳化硅(PVD-SiC)

物理气相沉积碳化硅是在较低沉积温度(一般低于 700℃)下, 使用电子源或离子源轰击高纯度碳化硅晶体, 使碳化硅表面气化, 部分碳化硅蒸汽在温度较低的基底上沉积形成膜层。常用的物理气相沉积方法有: 真空溅射、电子束物理气相沉积(EP-PVD)、离子溅射(IBS)等^[7]。

理论上, 物理气相沉积方法可以通过选择不同的沉积方案及工艺参数得到致密的非定形 SiC 改性层, 与基底的热性能更匹配, 而且均匀、致密的 PVD-SiC 膜层具有良好的光学加工性能。但是低的沉积温度常常会降低沉积速度, 使得膜层的均匀性难以得到保证, 这就对沉积工艺提出了较高的要求。

3) Si

表 1 列出了 RB-SiC 和 Si 两种光学材料热性能的主要参数, 可以看到二者的热性能较匹配, 可以将硅作为改性材料^[5]。

硅膜的制备工艺一般也采用物理气相沉积和化学气相沉积两种方法, 均能得到致密的改性层, 其优良的光学性能已经得到了广泛认同。Si 的硬度较小, 对于大口径工件的小磨头抛光方式来说, 可以大大缩短加工周期。但是 Si 的化学稳定性较 SiC 材料差^[7-8]。

表 1 RB-SiC 和 Si 两种光学材料的主要热性能参数

Table 1 Thermal performance of RB-SiC and Si

Material	α /(ppm/K)	K /(W/mK)	D	α/K	α/D
RB-SiC	2.4	170	80	0.014	0.030
Si	2.6	156	89	0.017	0.029

2.2 IAD-SiC 改性层

采用自主研发的 IAD-SiC 作为改性层材料, 膜层为非结晶结构的 SiC。该沉积工艺优点是沉积温度低于 600 K, 沉积过程中基底的热变形很小, 不易在膜层和基底之间引起较高的内应力; 膜层的附着力良好。

用 Di 3100 型原子力显微镜对厚度约为 6 μm 的 IAD-SiC 改性层微观表面形貌进行检测, 扫描范围为 20 μm 。从图 4 中可以看到, 改性层抛光前表面除了基底原有缺陷外, 还伴有许多幅度在 10 nm 之内的高频表面形貌, 是由结晶结构以及微孔、结瘤等表面微缺陷造成的。

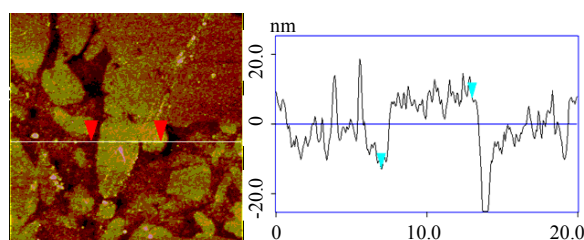


图 3 IAD-SiC 表面抛光前 AFM 截面分析图

Fig.3 AFM section analysis picture of IAD-SiC

optical surface before polishing

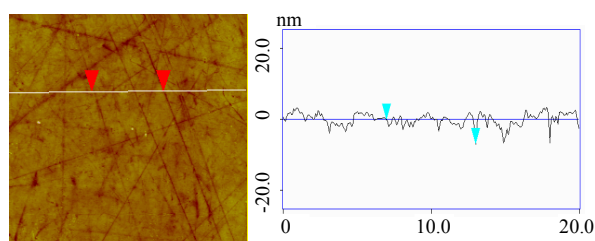


图 4 IAD-SiC 抛光表面的 AFM 微观形貌检测图

Fig.4 AFM microphotograph of IAD-SiC surface after polishing

IAD-SiC 改性层表面缺陷层的厚度为 1~2 μm , 需要对改性层进行抛光。如图 4 为 IAD-SiC 膜层抛光后的表面 AFM 检测图, 扫描范围为 20 μm 。可以看到, 抛光后的 IAD-SiC 为致密的光学材料, 没有结瘤、针孔等明显表面缺陷。但是, 厚度仅有几微米的薄膜材料与对应的块状材料相比光学加工难度较大, 极易

出现表面划痕和膜层磨穿等现象。因此有必要对 IAD-SiC 膜层的加工工艺展开进一步的研究。

3 抛光工艺实验及检测结果

为了得到表面粗糙度的均方根值低于 0.6 nm 的超光滑表面, 使用 H016 型四轴透镜研磨机结合自由研磨法对 RB-SiC 基底及 IAD-SiC 膜层进行了一系列的抛光工艺实验。

3.1 RB-SiC 基底的加工

改性前基底表面质量及面形精度对改性层的加工性能有很大的影响。鉴于大量的实验结果, 基底改性前面形精度的 PV 值通常控制在 $1/10\lambda \sim 1\lambda$ ($\lambda=632.8$ nm, 以下同): 首先, 面形偏差太大会增加改性层抛光难度, 导致抛光后膜层厚度不均甚至被磨穿; 其次, 膜层的沉积过程不可能是理想的等厚生长, 追求过高的面形精度对改性层加工的意义不大, 反而延长了加工周期。表面粗糙度的均方根值一般控制在 5 nm 以下。

在 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 的室温下, 对有效口径为 100 mm 的 RB-SiC 镜坯进行平面加工。经过研磨和充分抛光后, 基最终面形检测结果为 0.073λ (RMS)、 0.628λ (PV); 表面粗糙度的检测结果为 $1.391 \sim 2.707$ nm(RMS)。其中, 表面粗糙度使用 Di 3100 型原子力显微镜进行随机采样测量, 采样点数取 11(以下同)。图 5 即为改性前 RB-SiC 表面粗糙度的 AFM 观测图。

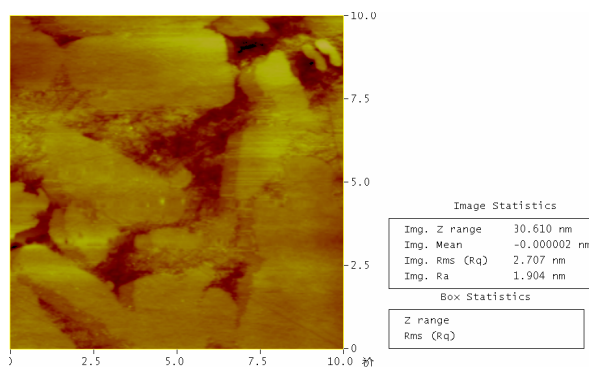


图 5 改性前 RB-SiC 反射镜光学表面 AFM 检测图

Fig.5 AFM picture of the RB-SiC mirror before coating optical surface before polishing

3.2 IAD-SiC 改性层的抛光

在基底表面沉积一层厚度为 $(6 \pm 0.5) \mu\text{m}$ 的 IAD-SiC 改性层。然后对改性层进行抛光以去除表面缺陷并精修面形。抛光阶段分为粗抛光和精抛光。

3.2.1 粗抛光工艺

IAD-SiC 膜层沉积后反射镜的表面粗糙度和面形偏差都较大。粗抛光阶段的目的: 一是快速均匀去除表面缺陷层, 使表面质量达到精抛光阶段的要求; 二是较快的收敛面形。

在室温 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 条件下对改性层进行均匀抛光并控制表面面形偏差低于 $1/10\lambda$ (RMS), 采用的主要工艺参数为: 55#平面沥青抛光盘(直径为 80 mm)和中心粒度为 $0.9 \mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 抛光液; 主轴转速为 40 转/分钟; 磨头压力约为 10 N。

对改性层均匀抛光 30 min 后, 用 500 倍电子显微镜观察到表面质量明显改善, 面形精度为 0.059λ (RMS)、 0.646λ (PV), 进入到精抛光阶段。

3.2.2 精抛光工艺

精抛光阶段为了进一步提高表面质量并且避免表面产生划痕采取了一系列措施:

1) 改用中心粒度为 $0.2 \mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 抛光液。如图 6 为 IAD-SiC 表面粗糙度与磨料中心粒度关系图, 表明了抛光表面粗糙度随着磨料粒度的增加明显增大。

2) 室温升至 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$, 较高的环境温度使抛光盘的硬度下降, 磨粒嵌入抛光盘的部分尺寸增大并且降低了非嵌入颗粒的数目, 从而提高了抛光表面质量。

3) 尽量调小磨头压力; 每次加入抛光液后都要经过充分抛光, 有效去除较大颗粒在表面产生的划痕。

不仅如此, 精抛光过程中要通过反复的面形检测以修整抛光表面的面形精度。最终, 表面粗糙度的 AFM 检测结果为 $0.379 \sim 0.411$ nm(RMS), 面形精度为 0.033λ (RMS)、 0.435λ (PV) 并且可以进一步优化。图 7 为

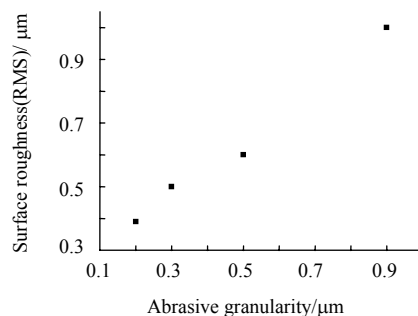


图 6 IAD-SiC 抛光表面粗糙度与磨料中心粒度的关系图

Fig.6 Relationship between abrasive granularity and surface roughness of IAD-SiC

IAD-SiC 改性层精抛光表面的 AFM 检测图及 ZYGO 面形检测图。

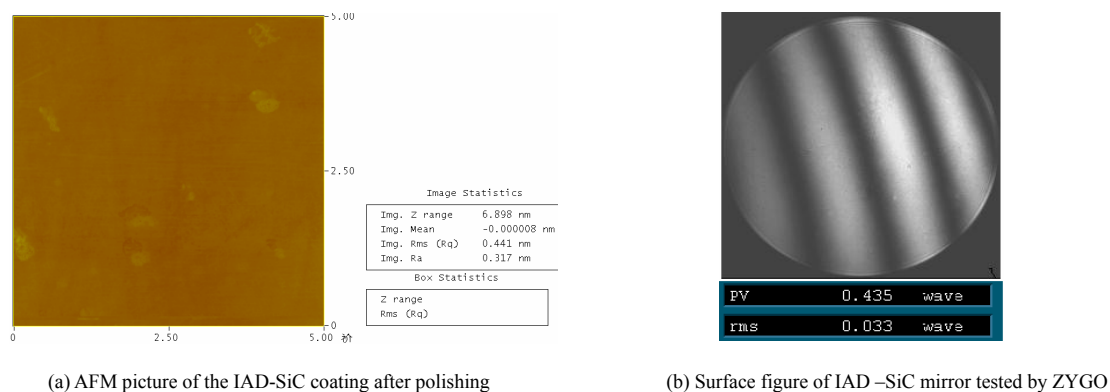


图 7 IAD-SiC 改性层抛光表面 AFM 及 ZYGO 面形检测图

Fig.7 AFM and ZYGO pictures of the IAD-SiC coated mirror after finished

3.3 结论与分析

从实验结果可以看出：IAD-SiC改性层具有良好的光学加工性能；新的抛光工艺稳定可靠，实现了微米级IAD-SiC层的超精加工，也表明了表面IAD-SiC改性技术是提高RB-SiC反射镜表面质量的有效途径。

本工艺加工成本较低，抛光表面不存在下表面破坏层，满足超光滑表面的要求，但是对光学车间的的清洁度要求很高(较大颗粒的粉尘容易造成表面划痕)，对环境温度的要求也不可忽视。

结束语

反应烧结碳化硅是 20 世纪 70 年代发展起来的新型优质光学材料，对其改性工艺的研究将大大推动我国大口径、超光滑、轻型空间反射镜制造技术的发展。本文采用自由研磨法结合优化后的加工工艺参数对厚度仅为 $(6 \pm 0.5) \mu\text{m}$ 的 IAD-SiC 膜层进行抛光，得到了表面粗糙度优于 0.5 nm (RMS)并且面形精度低于 $1/20\lambda$ (RMS)的超光滑表面。不仅证明了新的离子辅助沉积方法制备的 SiC 膜层具有良好的光学加工性能，也为大口径、低散射 RB-SiC 反射镜的制造提供了有力的技术支持。

参考文献：

- [1] Joseph Robichaud. SiC Optics for EUV, UV, and Visible Space Missions [J]. **SPIE**, 2003, **4854**: 39-49.
- [2] 张舸, 赵汝成, 赵文兴. 大尺寸轻型碳化硅质镜体的制造与材料性能测试 [J]. **光学 精密工程**, 2006, **14**(5): 759-763.
ZHANG Ge, ZHAO Ru-cheng, ZHAO Wen-xin. Fabrication and test of large scale light-weight SiC mirror [J]. **Optics and Precision Engineering**, 2006, **14**(5): 759-763.
- [3] 马文礼, 沈忙作. 碳化硅轻型反射镜技术 [J]. **光学 精密工程**, 1999, **4**(2): 8-12.
MA Wen-li, SHEN Mang-zuo. Weightlight SiC mirror technology [J]. **Optics and Precision Engineering**, 1999, **4**(2): 8-12.
- [4] Matthew B Magida, Roger A Paquin. Dimensional stability of bare and coated reaction bonded silicon carbide [J]. **SPIE**, 1990, **1335**: 60-69.
- [5] 范镛. 大口径碳化硅质反射镜数控光学加工的研究 [D]. 长春: 长春光学精密机械与物理研究所, 2004.
FAN Di. The study on CCOS of large-diameter SiC mirrors[D]. Changchun: Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, 2004.
- [6] 杨力. 先进光学制造技术 [M]. 北京: 科学出版社, 2001.
YANG Li. **Fabricate techniques in advanced optics** [M]. Beijing: Science Press, 2001.
- [7] TANG Hui-dong, HUANG Zheng-ren, TAN Shou-hong. PVD-SiC and PVD-Si coatings on RB-SiC for surface modification [J]. **SPIE**, 2006, **6149**: 1-6.
- [8] 周玉锋, 张宇民, 韩杰才. 硅膜制备 [J]. **材料导报**, 2005, **19**(12): 84-86.
ZHOU Yu-feng, ZHANG Yu-min, HAN Jie-cai. Preparation of Silicon Coating [J]. **Materials Review**, 2005, **19**(12): 84-86.