

文章编号 1004-924X(2016)07-1557-07

2 m 大口径 RB-SiC 反射镜的磁控溅射改性

刘震*, 高劲松, 刘海, 王笑夷, 王彤彤

(中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所 光学系统先进制造技术重点实验室, 吉林 长春 130033)

摘要: 为了消除 RB-SiC 反射镜直接抛光后表面存在的微观缺陷, 降低抛光后表面的粗糙度, 提高表面质量, 针对大口径 SiC 的特性, 选择 Si 作为改性材料, 利用磁控溅射技术对 2 m 量级 RB-SiC 基底进行了表面改性。在自主研发的 $\Phi 3.2$ m 的磁控溅射镀膜机上进行基底镀膜, 利用计算机控制光学成型法对 SiC 基底进行了抛光改性。实验结果表明, 改性层厚度达到 $15 \mu\text{m}$; 在直径 2.04 m 范围内, 膜层厚度均匀性优于 $\pm 2.5\%$; 表面粗糙度由直接抛光的 5.64 nm(RMS) 降低到 0.78 nm。由此说明磁控溅射技术能够用于大口径 RB-SiC 基底的表面改性, 并且改性后大口径 RB-SiC 的性能可以满足高质量光学系统的要求。

关键词: 光学加工; 磁控溅射; 表面改性; RB-SiC; 大口径

中图分类号: O484.1; TN307 文献标识码: A doi:10.3788/OPE.20162407.1557

Surface modification of 2 m RB-SiC substrate by magnetron sputtering

LIU Zhen*, GAO Jin-song, LIU Hai, WANG Xiao-yi, WANG Tong-tong

(Key Laboratory of Optical System Advanced Manufacturing Technology,
Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics,
Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China)

*Corresponding author, E-mail: liuzhencl@163.com

Abstract: In order to eliminate the surface microdefect after the direct polishing of RB-SiC substrate, reduce the surface roughness and increase the surface quality, Si was selected as the modified material based on the features of large aperture SiC, where a 2 m-level RB-SiC substrate was modified by using the magnetron sputtering technology. The silicon film was deposited by a developed $\Phi 3.2$ m magnetron sputtering coating machine, and the SiC substrate was polished and modified based on the computer control optical molding method. The result indicates that the thickness of modified level reaches $15 \mu\text{m}$; the thickness uniformity of the film level is better than $\pm 2.5\%$ within the diameter of 2.04 m; the surface roughness decreases from 5.64 nm (RMS) to 0.78 nm. Therefore a the magnetron sputtering technology can be used in the surface modification of the large aperture RB-SiC, and the performance of the modified RB-SiC substrate can meet the requirements of high-quality optical systems.

Key words: optical fabrication; magnetron sputtering; surface modification; RB-SiC; large aperture

收稿日期: 2015-12-11; 修订日期: 2016-02-01.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 60478035)

1 引言

现代光学技术突飞猛进的发展,以及人们对地及对深空进行高分辨率探测的迫切需求,促使空间望远镜向着高分辨率、宽视场的方向发展。为了获得更高的角分辨率、更多的光通量以及更高的信噪比,需要制造更大口径的望远镜。空间望远镜通常采用由主镜和次镜组成的反射式光学系统。光学系统的口径及主要重量都由主镜决定,因此主镜应采用质量轻、硬度高、热膨胀系数小以及抛光性能好的光学材料^[1]。大口径望远镜常用的材料主要有超低膨胀系数玻璃(ULE),微晶玻璃(Zerodur),金属铍(Be),金属铝(Al)及碳化硅(SiC)。其中,SiC具有比刚度大、热导率大、热膨胀系数小、密度小等优异特性,是一种理想的空间用反射镜材料^[2-7]。近年来,SiC材料在空间望远镜的制造中扮演了重要角色^[6]。例如,HESCHEL和SPICA望远镜就采用了SiC材料^[7-8]。规划中的项目UVOIR的主镜口径将达到8~10 m量级,同样将SiC作为主镜候选材料^[9]。

SiC的制造方法通常有热压烧结、常压烧结、反应烧结(Reactive Bonded-SiC, RB-SiC)及化学气相沉积等。相较而言,反应烧结的方法能够制备大尺寸、形状复杂的SiC镜体,并且制备时温度低、时间短、成本低,能获得几乎完全致密的SiC烧结体结构,适用于制造大口径反射镜,因此成为空间大口径反射镜基底的首选材料^[10-13]。虽然RB-SiC拥有众多优异特性,但是在制备时需要将单质Si材料渗入到SiC材料当中,这使RB-SiC中存在Si和SiC两种成分。这两种材料的物理性质差异导致Si在抛光过程中的去除速率较快而SiC则较慢,因而在两相成分交界之处形成微台阶。RB-SiC表面存在的这种凹凸不平导致其直接抛光后获得的光学表面质量并不是很高,且存在严重的散射现象^[14]。为了降低表面散射,必须对RB-SiC表面进行改性。改性后再进行抛光的RB-SiC反射镜可以应用到可见光甚至近紫外波段。

常用的RB-SiC改性方法有化学气相沉积法、电子束蒸发法和磁控溅射法。其中,化学气相沉积法通常需要加热基底,如镀制Si改性层,温

度一般为600℃,不适合大口径SiC的改性。磁控溅射镀制的改性膜具有膜层聚集度高、致密性能好、与基底附着力强、镀膜过程中温度低(100℃以内)等优点,因此在高温下不会造成大口径反射镜的面形改变及镜体裂纹。此外,磁控溅射法可以采用面向上的方式镀膜,避免了大口径反射镜翻转面临的巨大风险,更适合大口径RB-SiC基底改性。本文采用磁控溅射法对2 m量级的RB-SiC基底进行了改性,并对改性后的SiC性能进行了测试,从而为表面大口径SiC的改性提供技术支持。

2 实验

如图1所示,Φ2.04 m RB-SiC基底由长春光机所研制,是目前国际公开报道中口径较大的镜坯。



(a) 铣磨后

(a) After milling



(b) 直接抛光后

(b) After direct polishing

图1 Φ2.04 m RB-SiC基底照片

Fig. 1 Photos of Φ2.04 meter RB-SiC substrate

本课题组研制了一台 $\Phi 3.2$ m 的磁控溅射镀膜机,用于 2 m 量级镜坯的基底镀膜。该设备如图 2 所示,其真空室内径为 3.2 m,分为上下两部分。上室体由四根液压支柱支撑,可以进行升降运动;下室体安装在移动车上,可以沿轨道进行平移。四个溅射阴极安装在上室体,靶面向下,溅射阴极的角度及阴极到基底的距离是可调的。

在镀制 2.04 m RB-SiC 反射镜的改性层之前,课题组研究了不同工艺参数下(如气压、功率、气体流量、靶基距等)Si 膜的成膜质量,并获得了最佳工艺参数。首先将 RB-SiC 基底表面进行清洗,使用吊车将反射镜运送到镀膜机下室内,下降上室体,然后开始抽真空。本底气压小于 1.0×10^{-3} Pa 后,利用中频磁控溅射镀制 Si 改性层,改性后的 RB-SiC 基底如图 3 所示。



图 2 $\Phi 3.2$ m 磁控溅射镀膜机照片

Fig. 2 Photo of $\Phi 3.2$ m magnetron sputtering coater

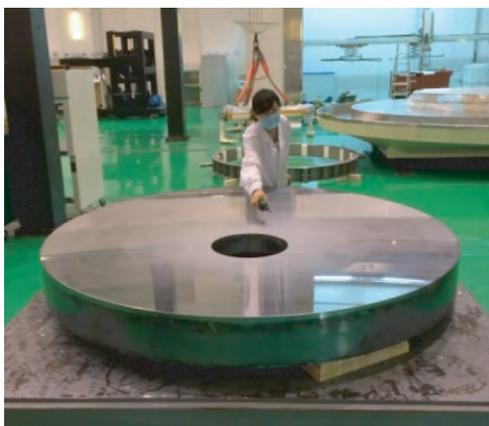
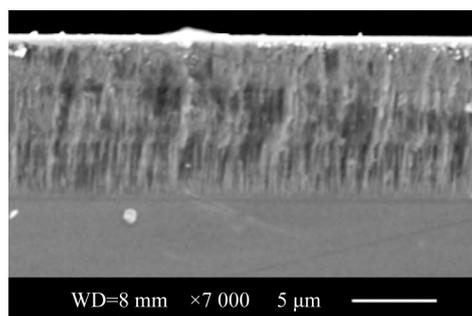


图 3 $\Phi 2.04$ m RB-SiC 基底经磁控溅射改性后的照片

Fig. 3 $\Phi 2.04$ m RB-SiC substrate after surface modification by magnetron sputtering

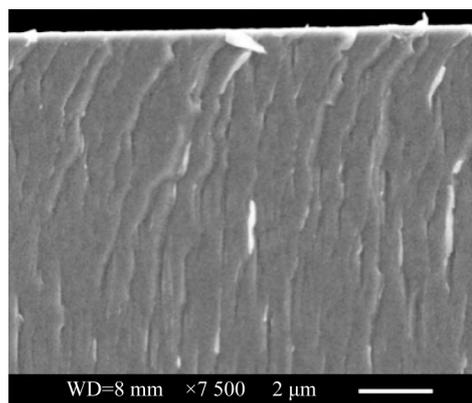
3 测试结果

镀膜参数直接影响改性层膜层的质量。这里选取两组典型参数下镀制的改性层,对其截面进行扫描电镜(SEM)测量,结果如图 4 所示。对比两个改性层的质量,从而了解不同工艺参数对膜层微观结构的影响。由图 4(a)中可以看出膜层不够致密,且膜层沿厚度方向的均匀性差。图 4(b)则明显看出膜层均匀、致密。因此选取合适的功率、压强、靶基距等参数可以得到致密、均匀的高质量膜层。



(a) 功率 10 kW, 压强 0.5 Pa, 靶-基距 20 cm

(a) Power=10 kW, pressure=0.5 Pa and target-substrate distance=20 cm



(b) 功率 15 kW, 压强 0.2 Pa, 靶-基距 10 cm

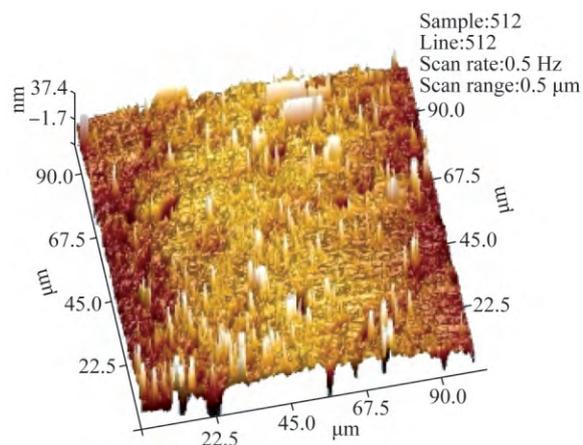
(b) Power=15 kW, pressure=0.2 Pa and target-substrate distance=10 cm

图 4 不同工艺参数下制备的 Si 改性层截面的扫描电镜(SEM)图

Fig. 4 SEM images of cross section of Si modification layer deposited with different coating parameters

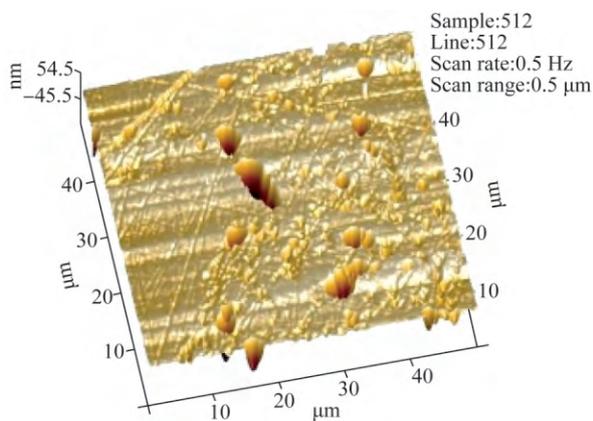
图 5 为电子束蒸发(样品 A)与磁控溅射两种

方法(样品 B)改性的样品的原子力显微镜(AFM)测量结果。改性前,样品 A 与样品 B 基底的粗糙度(R_a)分别为 6.96 nm 和 7.16 nm。改性后样品 A 与样品 B 的粗糙度分别为 10.5 nm 和 9.54 nm。测量结果显示,两个样品改性后的粗糙度都有变差的趋势,但是样品 A 的变化趋势更明显。为了对比两种改性方法镀制的 Si 改性层的抛光特性,对样品 A 与样品 B 进行抛光实验。磨头在样品固定位置抛光 5 000 转之后,样品 A 与样品 B 的粗糙度(R_a)分别为 8.20 nm 和 4.64 nm,如图 6 所示。综上可知,在相同抛光工艺条件下,磁控溅射法镀制的改性层更容易获得光滑表面,抛光效率更高,对于大口径 SiC 抛光更为有利。



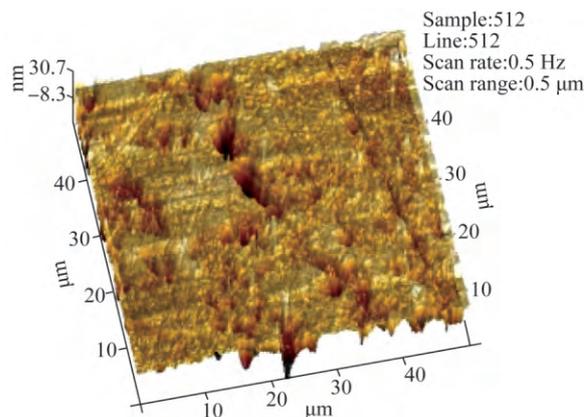
(a) 样品 A 改性前

(a) Sample A before surface modification



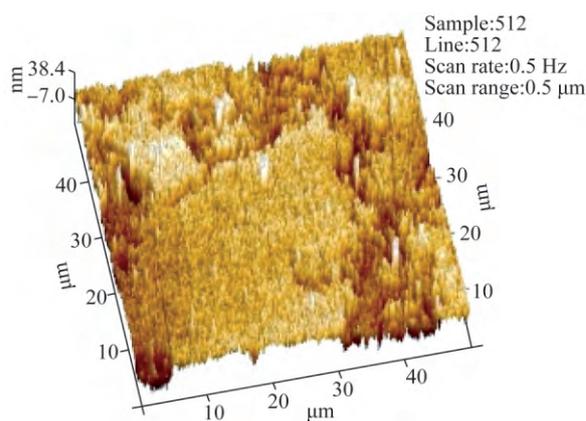
(b) 样品 A 改性后

(b) Sample A after surface modification



(c) 样品 B 改性前

(c) Sample B before surface modification

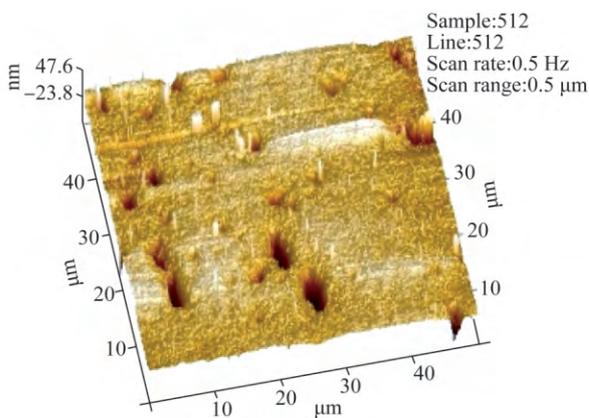


(d) 样品 B 改性后

(d) Sample B after surface modification

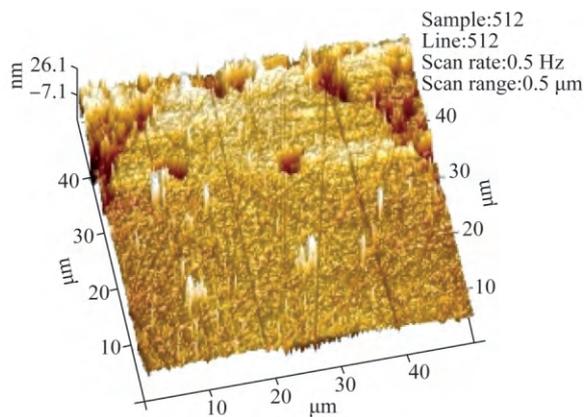
图 5 原子力显微镜测量的样品 A、B 的表面形貌

Fig. 5 Surface topographies of samples A and B tested by AFM



(a) 样品 A 的表面形貌

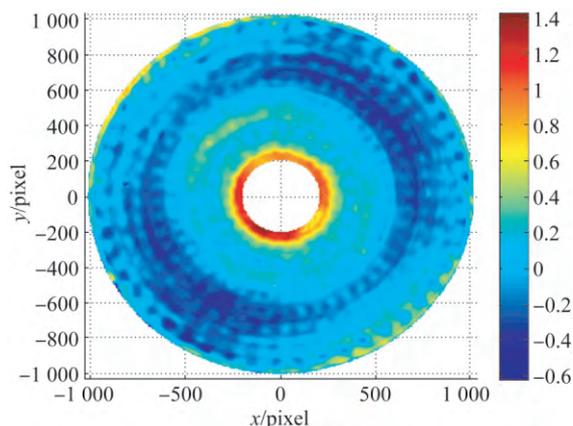
(a) Surface topography of sample A



(b) 样品 B 的表面形貌

(b) Surface topography of sample B

图 6 抛光改性层之后样品 A、B 的原子力显微镜测量结果
Fig. 6 AFM images of samples A and B coated with polished Si modification layer



(b) 改性后面形

(b) After surface modification

图 8 $\Phi 2.04$ m RB-SiC 基底改性后面形

Fig. 8 Surface shapes of $\Phi 2.04$ m SiC substrate before and after surface modification

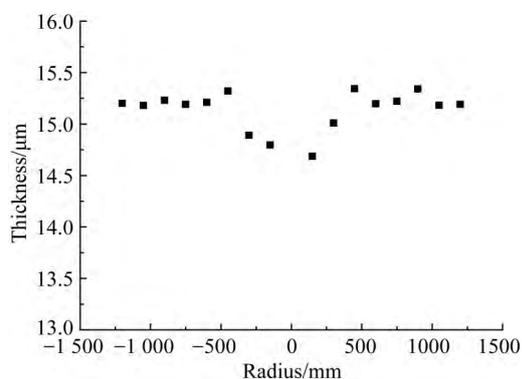
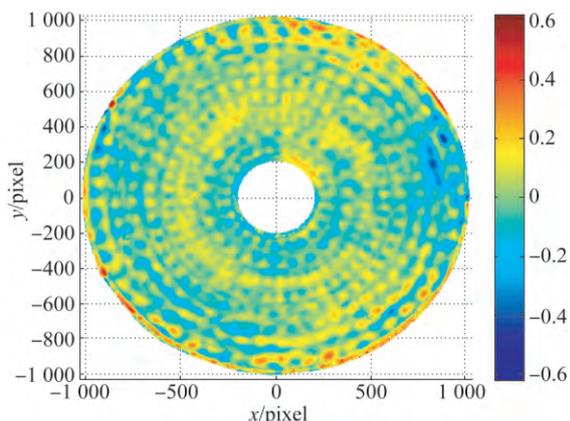


图 7 沿半径方向的膜层厚度

Fig. 7 Thickness distribution along radius direction



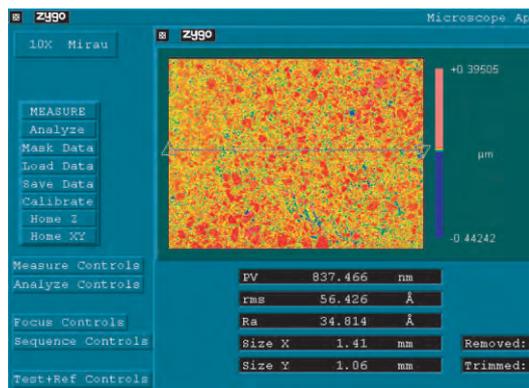
(a) 改性前面形

(a) Before surface modification

图 7 是沿直径方向选取 16 个采样点,利用光谱分析方法测量得到的膜层厚度。结果显示在直径 2.04 m 的范围内,膜厚均匀性优于 $\pm 2.5\%$ 。图 8 是 Zygo 激光干涉仪测量 RB-SiC 基底改性前后的面形结果,测量波长为 632.8 nm,镜头 F 数为 1.3。测量结果显示,改性前的面形为 0.156λ (RMS),改性后的面形为 0.406λ (RMS)。面形测量结果也印证了膜厚均匀性的测试结果。

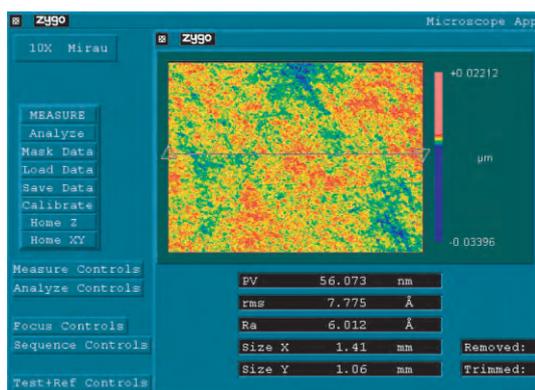
由于改性层为单一物质 Si,因此通过抛光改性层可以获得高质量的光滑表面。利用计算机控制光学成型法^[17](抛光盘直径为 300 mm)对 $\Phi 2.04$ m RB-SiC 基底进行抛光。图 9 为 Zygo 白光干涉仪(物镜倍率为 10 倍,视场为 $1.46\text{ mm} \times 1.06\text{ mm}$)的测量图片。结果显示,RB-SiC 基底经过改性之后,未抛光时的粗糙度为 5.64 nm (RMS),再经抛光粗糙度下降为 0.78 nm (RMS),能够满足高质量光学系统的要求。图 10 为改性后 2.04 m RB-SiC 基底的图片。

为了测试改性层的抗热震性能,将改性后的样品投入液氮中(温度为 77 K)20 min,再投入沸水中 20 min,反复清洗 3 次,改性层均无龟裂脱落现象。为了测试改性层与基底结合的牢固度,将 1.5 kg 正拉力施加在 $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 的面积上,薄膜与基底未发生剥离现象。测试结果表明,磁控溅射法镀制的改性层的抗热震性能优良、与基底结合牢固,能够满足空间项目的工程应用需求。



(a) 抛光前

(a) Before polishing

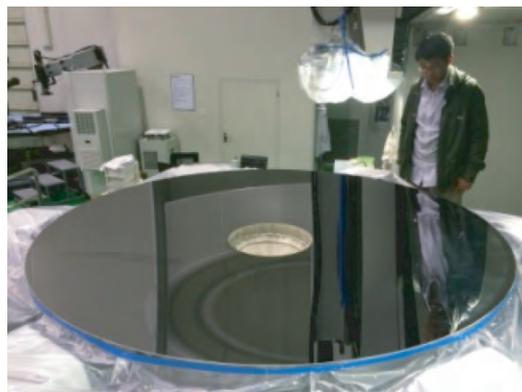


(b) 抛光后

(b) After polishing

图 9 改性后 RB-SiC 基底抛光前及抛光后的表面粗糙度

Fig. 9 Surface roughnesses of RB-SiC substrate with Si modification layer before and after polishing

图 10 $\Phi 2.04$ m RB-SiC 基底改性后再抛光照片Fig. 10 Photo of modified $\Phi 2.04$ m RB-SiC substrate after polishing

5 结 论

根据空间大口径光学系统对反射镜的要求,本文在自主研制的 $\Phi 3.2$ m 磁控溅射镀膜设备上对直径为 2.04 m 的 RB-SiC 反射镜进行了改性镀膜。测试结果表明,改性层膜厚的不均匀性在 2.04 m 直径范围内小于 5%,表面粗糙度由改性抛光前的 5.64 nm(RMS) 显著下降到 0.78 nm(RMS)。研究及测试结果表明,磁控溅射制备的 Si 改性层具有较强的抗热震能力,膜基结合力牢固,能够满足空间高精度光学系统的要求。由此证明了磁控溅射技术在大口径 RB-SiC 改性上的可行性。

参考文献:

- [1] STEVE J. SiC coatings on RB SiC mirrors for ultra-smooth surfaces [J]. *SPIE*, 1993, 2018(11): 237-247.
- [2] LEE H B, SUK J Y, BAE J I. Trade study of all-SiC lightweight primary mirror and metering structures for spaceborne telescopes [J]. *SPIE*, 2015, 9574:95740D-95740D-12.
- [3] 赵文兴, 张舸, 赵汝成, 等. 轻型碳化硅质反射镜坯体的制造工艺[J]. *光学 精密工程*, 2011, 19(11): 2609-2617.
ZHAO W X, ZHANG G, ZHAO R CH, *et al.*. Fabrication of silicon carbide lightweight mirror blank[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2011, 19(11): 2609-2617. (in Chinese)

- [4] 申振峰, 高劲松, 王笑夷, 等. RB-SiC 基底反射镜表面改性工艺的改进[J]. *光学 精密工程*, 2009, 17(15):969-974.
SHEN ZH F, GAO J S, WANG X Y, *et al.*. Improvement of technological process for surface modification of RB-SiC mirror[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2009, 17(15):969-974. (in Chinese)
- [5] 张舸, 赵汝成, 赵文兴. 碳化硅陶瓷新型反应连接技术[J]. *光学 精密工程*, 2008, 16(6):1037-1041.
ZHANG G, ZHAO R CH, ZHAO W X. Novel reaction-formed joint technology for reaction bonded silicon carbide ceramics [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2008, 16(6):1037-1041. (in Chinese)
- [6] 李俊峰. 碳化硅凸非球面反射镜的加工与检测[J]. *中国光学*, 2014, 7(2):287-292.
LI J F. Fabrication and test of SiC convex aspheric

- mirror [J]. *Chinese Optics*, 2014, 7(2): 287-292. (in Chinese)
- [7] 赵汝成, 包建勋. 大口径轻质 SiC 反射镜的研究与应用[J]. *中国光学*, 2014, 7(4): 552-558.
ZHAO R CH, BAO J X. Investigation and application of large scale lightweight SiC mirror [J]. *Chinese Optics*, 2014, 7(4): 552-558. (in Chinese)
- [8] JACQUES R. Polishing, coating and integration of SiC mirrors for space telescopes [J]. *SPIE*, 2008, 7018: 70180E-1-70180E-8.
- [9] EMMANUEL S, YVES T, JACQUES B, *et al.*. A new generation of large SiC telescope for space [J]. *SPIE*, 2004, 5528: 83-95.
- [10] YVES T, JACQUES B, DOMINIQUE P, *et al.*. The 3, 5 m all SiC telescope for SPICA [J]. *SPIE*, 2004, 5487: 1001-1012.
- [11] REDDING D C, FEINBERG L, POSTMAN M, *et al.*. Beyond JWST: performance requirements for a future large UVOIR space telescope [J]. *SPIE*, 2014, 9143: 914312-1-10.
- [12] 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 G, ZHAO R CH, ZHAO W X. Fabrication and test of large scale light weight SiC mirror [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006, 14(5): 759-763. (in Chinese)
- [13] 张舸, 赵汝成, 赵文兴. 空间用反应烧结碳化硅反射镜坯体制备技术研究[J]. *空间科学学报*, 2011, 31(3): 401-405.
ZHANG G, ZHAO R CH, ZHAO W X. Study on fabrication technology of reaction bonded silicon carbide mirror blank for space [J]. *Chi. J. Space Sci.*, 2011, 31(3): 401-405. (in Chinese)
- [14] ZHANG X, ZENG X, HU H, *et al.*. Manufacturing and testing large SiC mirrors in an efficient way [J]. *SPIE*, 2015, 9628: 96280S-96280S-11.
- [15] ZHANG Z, WANG B, GONG H, *et al.*. Research on materials for the large aperture space mirror [C]. *International Symposium on Optoelectronic Technology and Application 2014, International Society for Optics and Photonics*, 2014: 929818-929818-6.
- [16] 高劲松, 申振峰, 王笑夷, 等. 空间反射镜基底材料碳化硅表面改性研究[J]. *光学学报*, 2009, 29(9): 2624-2629.
GAO J S, SHEN ZH F, WANG X Y, *et al.*. Research on surface modification of space used SiC mirror [J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, 29(9): 2624-2629. (in Chinese)
- [17] 康健, 宣斌, 谢京江. 表面改性碳化硅基底反射镜加工技术现状[J]. *中国光学*, 2013, 6(6): 824-833.
KANG J, XUAN B, XIE J J. Manufacture technology status of surface modified silicon carbide mirrors [J]. *Chinese Optics*, 2013, 6(6): 824-833. (in Chinese)

作者简介:



刘震(1980—),男,河北邯郸人,博士,助理研究员,2003年于长春理工大学获得学士学位,2011年于中科院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要从事光学薄膜理论和制备方面的研究。E-mail: liuzhencl@163.com



高劲松(1968—),男,吉林白城人,博士,研究员,博士生导师,1989年于浙江大学获得学士学位,2005年于中科院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要从事光学薄膜的前沿研究以及特种光学薄膜的制备等。E-mail: gaojs@ciomp.ac.cn