

碳化硅表面硅改性层的特性研究

张峰 范迪 高劲松

(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 为了获得具有高质量光学表面的非球面碳化硅反射镜,需对碳化硅反射镜表面进行改性。介绍了离子束辅助沉积硅的碳化硅表面改性技术。对改性样片表面硅改性层的机械性能、光学加工性、表面粗糙度及反射率等特性进行研究。实验结果表明,碳化硅表面的硅改性层具有优良的机械性能和良好的光学加工性。光学抛光后,碳化硅表面硅改性层的表面粗糙度为 0.85 nm [均方根(RMS)值],在可见光波段反射率最高可达 98.5% (镀银反射膜)。采用数控加工方法对口径为 $\Phi 600 \text{ mm}$ 的表面改性离轴非球面碳化硅反射镜进行加工,最终反射镜面形精度的 RMS 值达到 0.018λ ($\lambda=0.6328 \mu\text{m}$),满足高精度空间非球面反射镜的技术指标要求。

关键词 光学表面;碳化硅;表面改性;离子束辅助沉积;表面粗糙度;表面反射率

中图分类号 O436 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/LOP49.032202

Study on Characteristics of Silicon Modification Layer on Silicon Carbide Surface

Zhang Feng Fan Di Gao Jinsong

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

Abstract In order to achieve high quality optical aspheric silicon carbide (SiC) mirror, the SiC surface must be modified primarily. Firstly, the modification technology of ion beam assisted deposition (IBAD) for depositing silicon (Si) on SiC mirror surface is introduced. Then, some characteristics, such as mechanical performance, optical fabrication capability, surface roughness and reflectivity, of Si modification layer on SiC surface are studied. The results of experiments show that the mechanical performance and the optical fabrication capability of Si modification layer on SiC surface are excellent. After polishing, the surface roughness and reflectivity of the Si modification layer on SiC are 0.85 nm [root mean square (RMS)] and 98.5% , respectively. Finally, an example of Si-modified SiC off-axis aspheric mirror ($\Phi 600 \text{ mm}$) is polished by computer-controlled optical surfacing technology. The testing result indicates that the surface accuracy of the mirror is 0.018λ ($\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$) RMS. It can meet the technical requirements of high quality space optical aspheric mirror.

Key words optical surface; silicon carbide; surface modification; ion beam assisted deposition; surface roughness; surface reflectivity

OCIS codes 220.4880; 220.4840; 220.5450; 240.5770; 240.0310

1 引言

碳化硅材料具有较高的比刚度、较小的热变形系数、良好的导热性能、较高的耐热冲击性、高度的尺寸稳定性以及各向同性的机械性能,越来越受到科研工作者的青睐,目前已成为高精度空间相机反射镜镜体的首选材料^[1~6]。作为陶瓷材料的碳化硅也有自身的缺陷。一方面,碳化硅表面致密程度远不如玻璃材料,残留的气孔等缺陷会使抛光后的碳化硅表面粗糙度仅能达到 $3\sim 4 \text{ nm}$ [均方根(RMS)值]^[7],不能满足高精度空间相机反射镜所需的表面粗糙度优于 1 nm (RMS)的技术指标要求。而粗糙的光学表面会引起较大的光线

收稿日期: 2011-07-28; **收到修改稿日期**: 2011-09-03; **网络出版日期**: 2012-01-07

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(61036015)资助课题。

作者简介: 张峰(1969—),男,研究员,博士生导师,主要从事先进光学制造技术方面的研究。

E-mail: zhangfjy@yahoo.com.cn

散射,在造成光能损失的同时,在光路中产生大量杂光,使整个光学系统的成像质量下降。另一方面,由于碳化硅的硬度和化学稳定性都很高,直接对其加工很难获得高精度的光学镜面。为了获得高精度的空间反射镜,一般先将碳化硅基底加工到一定精度后,再对其表面进行改性,即在碳化硅表面镀制一层致密的改性层用以覆盖碳化硅表面缺陷及改善其可加工性^[8~10]。最后,通过对碳化硅表面改性层的加工得到高精度空间反射镜^[11,12]。针对碳化硅表面改性层是否具有高精度空间反射镜应具备的特性问题。本文对采用离子束辅助沉积(IBAD)技术在碳化硅表面镀制的硅改性层的特性进行研究,以证明硅改性层具有优良的机械和光学特性。

2 碳化硅表面改性技术

目前较为成熟的碳化硅表面改性技术有化学气相沉积碳化硅(CVD SiC)和物理气相沉积硅(PVD Si)等^[8]。CVD SiC的改性技术是在一定的温度下,利用有机物质的化学反应,在碳化硅表面沉积一层致密的SiC改性层。CVD SiC改性层具有热导系数高、光学性能优异等优点,但CVD SiC改性层是在高温条件下沉积而成的,一般温度在1000℃以上,这样高的温度有可能造成已经具有一定面形精度的碳化硅基底表面形状的改变,严重时甚至使基底出现裂纹乃至破损。另外,CVD SiC还有沉积速率比较慢、所需设备昂贵、沉积改性层硬度高、加工困难等缺点。

物理气相沉积硅的改性方法工艺简单,在较低温度下即可在碳化硅基底上镀制一层结构致密的硅改性层。其中,离子束辅助沉积(IBAD)硅是近年来迅速发展起来的一种PVD Si改性技术,它是利用霍尔离子源辅助电子束蒸发Si的方法,在碳化硅基底上制备一层结构致密的硅改性层。IBAD方法所需反应温度低(300℃以下)、制备工艺相对简单、重复性好,制备的硅改性层具有结构致密、与基底结合牢固、光学加工性好等优点。因此,该技术更适合工程上高精度空间碳化硅反射镜的表面改性。由于碳化硅基底在改性前已经具备一定的面形精度,所以镀制的硅改性层不必太厚,能满足后续的光学加工要求即可,其厚度一般为10 μm左右。

3 碳化硅表面硅改性层的特性

实验样品为一批直径为80 mm的平面碳化硅样片。通过光学抛光使这些碳化硅样片面形精度RMS值优于 $\lambda/10$ ($\lambda=0.6328 \mu\text{m}$)。然后,采用IBAD技术在碳化硅样片表面制备一层厚度约为10 μm的硅改性层,对改性层的特性进行研究。

3.1 硅改性层的牢固度

从这批表面改性的碳化硅样片中随机抽取5片,分别在这5个样片表面5 mm×5 mm面积范围内均匀施加约150 N拉力($6 \times 10^6 \text{ Pa}$),进行改性层牢固度实验。牢固度实验后,使用500倍显微镜测得其中一个样片的硅改性层的微观结构如图1所示。图1(a)是碳化硅基底的微观结构,图1(b)是牢固度实验后的硅改性层的微观结构,图1(b)中硅改性层表面结构致密,未露出如图1(a)所示的粗糙表面结构,说明改性层未脱落。经过测试,其他样片均未发现硅改性层脱落现象。上述实验表明硅改性层与碳化硅基底有良好的附着性,结合得非常牢固。

3.2 硅改性层的抗热冲击性

在这批表面改性的碳化硅样片中随机抽取5个样品,放置到液氮(77 K)中20 min,接着迅速取出,再投入到沸水中20 min,反复进行5次,进行热冲击实验。热冲击实验后,使用500倍显微镜测得其中一个样片的硅改性层的微观结构如图2所示。图2(a)是碳化硅基底的微观结构,图2(b)是热冲击实验后硅改性层的微观结构,硅改性层表面结构致密,说明改性层未龟裂脱落。通过对其他样片改性层进行测试均无龟裂脱落迹象,这说明硅改性层抗热冲击性能优异。

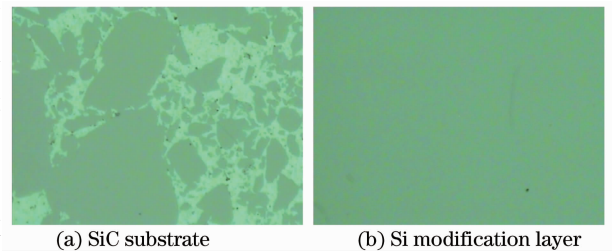


图1 牢固度实验后 Si 改性层的微观结构
Fig. 1 Microstructure of the Si-modified SiC surface sample after fastness experiment

3.3 硅改性层的光学加工性

碳化硅表面硅改性层的硬度比碳化硅基底的硬度小得多,不必像碳化硅加工那样采用具有高硬度的金刚石微粉作为抛光粉,而只需采用硬度适当、物理和化学性质适合的抛光粉进行抛光即可,与碳化硅基底相比硅改性层具有更为良好的光学加工性。

采用目前工程上非球面加工常用的、较为成熟的小磨头计算机数控抛光方法来研究硅改性层的光学加工特性。碳化硅表面硅改性层的光学加工实验是在如图 3 所示的 FSGJ 非球面数控加工中心进行的^[11]。

在实验室温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下,使用直径为 30 mm 的抛光盘,分别采用水基微米级氧化铝(Al_2O_3)、水基微米级氧化铈(CeO_2)以及有机溶剂基纳米级氧化硅(SiO_2)三种抛光液对碳化硅样片表面硅改性层进行抛光。抛光结果表明:水基微米级氧化铝的抛光效率较低,水基微米级氧化铈和有机溶剂基纳米级氧化硅的抛光效率相当,使用有机溶剂基纳米级氧化硅抛光后的硅改性层表面粗糙度最好^[12]。可见,有机溶剂基纳米级氧化硅抛光液最适合碳化硅表面硅改性层的加工,加工出的硅改性表面面形精度高、粗糙度值小。这同时也从侧面反应出硅改性层具有良好的光学加工性。

3.4 硅改性层的表面粗糙度

在 FSGJ 非球面数控加工中心,使用有机溶剂基纳米级氧化硅抛光液,采用直径为 30 mm 的抛光盘对直径为 80 mm 的碳化硅样片表面硅改性层进行抛光,10 h 后,用 WYKO 表面粗糙度测量仪对碳化硅样片表面硅改性层的表面粗糙度进行检测,检测结果如图 4 所示。

从图 4 可以看到,硅改性层的表面粗糙度达到 0.85 nm(RMS),优于空间高精度反射镜要求的 1 nm (RMS)的技术指标。

3.5 硅改性层的表面反射率

将上述使用有机溶剂基纳米级氧化硅抛光液抛光后的 $\Phi 80\text{ mm}$ 碳化硅样片表面硅改性层镀制一层银膜,对其表面反射率进行测试,测试结果如图 5 所示。从图 5 可以看到,碳化硅样片表面硅改性层的表面反射率在可见波段最高达到 98.5%,已经非常接近微晶玻璃的反射率,达到高精度空间反射镜技术指标要求。

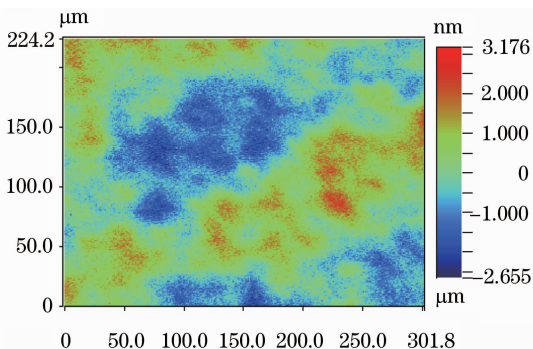


图 4 使用有机溶剂基纳米级氧化硅抛光液抛光后硅改性层的表面粗糙度

Fig. 4 Roughness of the Si modification layer on SiC surface sample polished by nano- SiO_2

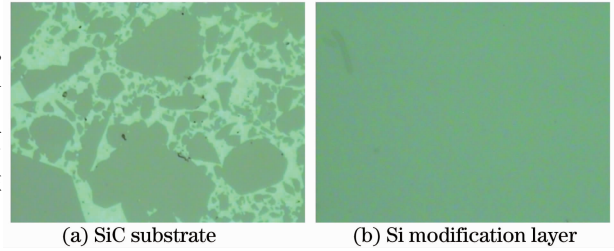


图 2 热冲击实验后 Si 改性层的微观结构
Fig. 2 Microstructure of the Si-modified SiC surface sample after heat-resistance experiment



图 3 非球面数控加工中心
Fig. 3 Computer-controlled machine for manufacturing aspheric

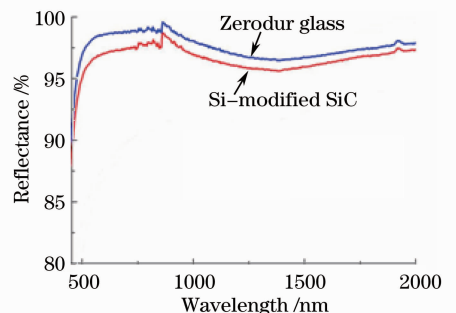


图 5 使用有机溶剂基纳米级氧化硅抛光液抛光后硅改性层样片反射率

Fig. 5 Reflectivity of the Si-modified SiC surface sample polished by nano- SiO_2

4 表面改性非球面碳化硅反射镜加工实例

待加工非球面反射镜参数及技术要求如下:反射镜口径为 $\Phi 600$ mm,离轴量为 450 mm,面形为椭球面,材料为碳化硅,面形精度要求 RMS 值优于 $\lambda/50$ ($\lambda=0.6328 \mu\text{m}$),表面粗糙度要求优于 1 nm(RMS)。

首先,按照待加工非球面反射镜参数及技术要求,将碳化硅反射镜研磨成最接近球面。然后,在如图 3 所示的 FSGJ 非球面数控加工中心,采用小磨头数控加工方法,利用金刚石微粉对非球面碳化硅反射镜进行研磨和粗抛光。当非球面碳化硅反射镜面形精度 RMS 值优于 $\lambda/10$ ($\lambda=0.6328 \mu\text{m}$)时停止抛光,利用 IBAD 方法沉积硅,对其表面进行改性, Si 改性层厚度约为 $10 \mu\text{m}$ 。

在非球面数控加工中心,采用有机溶剂基纳米级氧化硅抛光液对非球面碳化硅反射镜的硅改性层表面进行精密抛光,直至非球面反射镜的面形精度达到要求。

图 6 为表面改性非球面碳化硅反射镜最终的面形检测结果,其面形精度的 RMS 值达到 0.018λ ($\lambda=0.6328 \mu\text{m}$),优于 $\lambda/50$ 的设计指标。同时,对相同工艺加工的碳化硅样片表面硅改性层的表面粗糙度进行测试,其表面粗糙度值为 0.66 nm (RMS),满足设计指标要求。

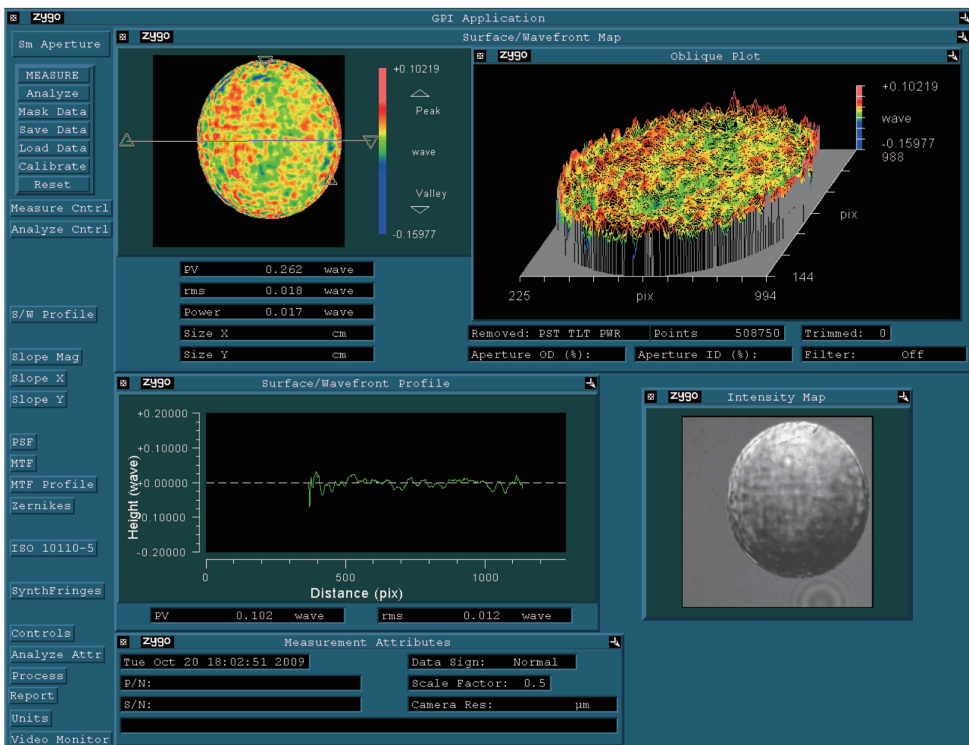


图 6 表面改性非球面碳化硅反射镜最终的面形检测结果

Fig. 6 Surface accuracy of the Si-modified SiC off-axis aspheric mirror polished by nano-SiO₂

5 结 论

采用 IBAD 沉积硅的碳化硅表面改性技术在具有一定面形精度的碳化硅基底上沉积一层硅改性层,可使碳化硅表面的光学性能大大改善。对实验样片的研究表明,碳化硅表面的硅改性层表面粗糙度优于 1 nm (RMS),在可见光波段反射率最高可达 98.5%(镀银反射膜)。同时,硅改性层抗热冲击性高、与碳化硅基底结合牢固。IBAD 沉积硅的方法适合工程上高精度空间非球面碳化硅反射镜的表面改性,改性的反射镜经过光学加工后各项技术指标均满足设计要求。

参 考 文 献

- 1 Mark A. Ealey, Gerald Q. Weaver. Development history and trends for reaction bonded silicon carbide mirrors [C]. SPIE, 1996, **2856**: 66~72

- 2 Ma Wenli, Shen Mangzuo. Weightlight SiC mirror technology[J]. *Optics and Precision Engineering*, 1999, **7**(2): 8~12
马文礼, 沈忙作. 碳化硅轻型反射镜技术[J]. *光学精密工程*, 1999, **7**(2): 8~12
- 3 Yang Bingxin. Research of SiC reflection mirror for space camera [J]. *Spacecraft Recovery & Remote Sensing*, 2003, **24**(1): 15~18
杨秉新. 空间相机用碳化硅(SiC)反射镜的研究[J]. *航天返回与遥感*, 2003, **24**(1): 15~18
- 4 Zhang Jianhan, Zhang Yumin, Han Jiecai *et al.*. Design, fabrication and testing of space-borne SiC mirror[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2006, **14**(2): 179~184
张剑寒, 张宇民, 韩杰才 等. 空间用碳化硅反射镜的设计制造与测试[J]. *光学精密工程*, 2006, **14**(2): 179~184
- 5 Zhang Ge, Zhao Rucheng, Zhao Wenxing. Fabrication and test of large scale light-weight SiC mirror[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2006, **14**(5): 759~763
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
- 6 Gao Minghui, Liu Lei, Ren Jianguyue. Characteristic test of SiC for space camera's mirror [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2007, **15**(8): 1170~1174
高明辉, 刘 磊, 任建岳. 空间相机反射镜碳化硅材料性能测试[J]. *光学精密工程*, 2007, **15**(8): 1170~1174
- 7 Fan Di, Zhang Zongyu, Niu Haiyan *et al.*. Surfacing fabrication of silicon carbide optical mirror [J]. *J. Chinese Ceramic Society*, 2003, **31**(11): 1096~1100
范 镒, 张忠玉, 牛海燕 等. 碳化硅光学镜面加工[J]. *硅酸盐学报*, 2003, **31**(11): 1096~1100
- 8 Liu Guiling, Huang Zhengren, Liu Xuejian *et al.*. Recent developments of surface coatings and optical fabrication of silicon carbide [J]. *J. Inorganic Materials*, 2007, **22**(5): 769~774
刘桂玲, 黄政仁, 刘学建 等. 碳化硅表面改性和光学镜面加工的研究现状[J]. *无机材料学报*, 2007, **22**(5): 769~774
- 9 Sheng Zhenfeng, Gao Jinsong, Wang Xiaoyi *et al.*. Improvement of technological process for surface modification of RB-SiC mirror [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2009, **17**(5): 969~974
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**(5): 969~974
- 10 Gao Jinsong, Shen Zhenfeng, Wang Xiaoyi *et al.*. Research on surface modification of space used SiC mirror [J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, **29**(9): 2624~2629
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
- 11 Zhang Feng, Fan Di, Li Ruigang *et al.*. Fabrication and testing of aspheric silicon carbide mirror [J]. *J. Applied Optics*, 2008, **29**(6): 1004~1008
张 峰, 范 镒, 李锐钢 等. 非球面碳化硅反射镜的加工与检测[J]. *应用光学*, 2008, **29**(6): 1004~1008
- 12 Zhang Feng, Xu Lingdi, Fan Di *et al.*. Fabrication of surface modification aspheric SiC mirror[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2008, **16**(12): 2479~2484
张 峰, 徐领娣, 范 镒 等. 表面改性非球面碳化硅反射镜的加工[J]. *光学精密工程*, 2008, **16**(12): 2479~2484