

# 提高反应烧结碳化硅反射镜光学性能的研究

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** 反应烧结碳化硅(RB-SiC)是一种性能良好的反射镜镜胚材料,但其固有的一些缺陷导致未经特殊处理无法获得光滑的光学表面。使用X射线衍射(XRD)测试了反应烧结碳化硅试片的晶体结构,结果表明其主要成分为多晶态碳化硅和多晶态硅。扫描电子显微镜和原子力显微镜的测试结果指出镜胚表面残留的孔洞及抛光形成的台阶是造成散射降低光学性能的原因。通过等离子辅助沉积技术在反应烧结碳化硅表面镀制了一层硅改性层,消除了缺陷,再精细抛光硅改性层,获得了质量良好的光学表面。自行搭建的总积分散射仪对镀制硅改性层前后的反应烧结碳化硅表面进行了测量,总积分散射分别为9.37%和1.84%,改性后数值降低到改性前的1/5。反应烧结碳化硅反射镜光学性能得到了明显提高,接近抛光良好的K9玻璃。

**关键词** 薄膜;反应烧结碳化硅;表面改性;总积分散射;等离子辅助沉积

中图分类号 O484; TN304 文献标识码 A doi: 10.3788/LOP51.093102

## Study on Improving the Optical Performance of Reaction Bonded Silicon Carbide Mirror

Wang Tongtong

*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** Reaction bonded silicon carbide (RB-SiC) is a kind of mirror substrate material with good performance, however, it's difficult to obtain fine surface without special treatment for the intrinsic defects. X-ray diffraction (XRD) is used to measure the crystal structure of the RB-SiC substrate, polycrystalline silicon carbide and polycrystalline silicon are the main composition. The residual pin holes and steps on the surface observed by scanning electron microscope (SEM) and atomic force microscope (AFM) cause the scattering and decrease the optical performance directly. A silicon surface modification coating is deposited on the RB-SiC surface by the plasma ion assisted deposition (PIAD), and the defects are eliminated, a fine optical surface is achieved after polishing the silicon surface modification coating. Total integrated scattering of bare RB-SiC and the surface after surface modification is measured by a self-made scatterometer, the results are 9.37% and 1.84%, respectively, the value after modification is only 1/5 compared to that of the bare RB-SiC. Great optical performance improvement of the RB-SiC mirror is achieved, and it's almost close to the performance of the fine polished K9 glass.

**Key words** thin films; reaction bonded silicon carbide; surface modification; total integrated scattering; plasma ion assisted deposition

**OCIS codes** 310.6760; 240.5450

## 1 引言

反射式光学系统在光学仪器中占有重要的地位,在望远镜、经纬仪、相机等方面都有广泛的应用。反射镜作为反射式光学系统中的关键光学元件,一直都是各国科研机构的重点研究对象之一。反应烧结碳化硅(RB-SiC)是一种新型的陶瓷反射镜镜胚材料,具有比刚度高、热稳定性好和近净尺寸成型等优点,因此吸

收稿日期: 2014-04-18; 收到修改稿日期: 2014-04-28; 网络出版日期: 2014-07-25

基金项目: 国家自然科学基金(60478035)

作者简介: 王彤彤(1979—),男,博士,副研究员,主要从事先进光学薄膜技术及制造方面的研究。

E-mail: wangtongtong@126.com

引许多科研工作者开展了相关的研究。由于反应烧结碳化硅反射镜镜胚在制作过程中会形成许多固有的缺陷,即使经过精密抛光,也很难获得光滑的表面,不能满足光学系统的使用要求,因此需要对镜面进行处理,以满足最终的指标要求<sup>[1-3]</sup>。

## 2 影响光学性能的原因

反应烧结碳化硅反射镜镜胚在制作过程中使用了碳化硅和硅两种材料,文中使用的是国内生产的  $\Phi 30$  mm 反应烧结碳化硅试片。

使用 X 射线衍射(XRD)测量了反应烧结碳化硅试片的晶体结构,测量仪器为 PANalytical 公司的 XPERT-PRO 型 X 射线衍射仪。测量参数:阳极材料为铜,功率为 1.6 kW,扫描角度为  $20^\circ \sim 70^\circ$ ,步长为  $0.05^\circ$ 。图 1 为测试结果。

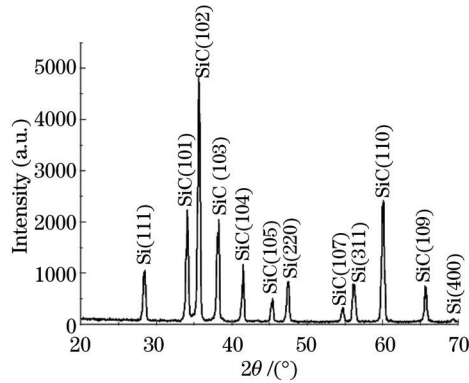


图 1 反应烧结碳化硅试片的 XRD 测试结果

Fig.1 XRD test result of the RB-SiC sample

从图 1 可以看出反应烧结碳化硅试片在  $20^\circ \sim 70^\circ$  衍射角范围内包含了多条分别属于碳化硅和硅的衍射峰,表 1 给出了衍射峰对应的材料及比对标准卡片后的晶体取向。

表 1 XRD 的详细结果

Table 1 Detailed XRD results

Material	$2\theta / (^\circ)$	Peak list		
		$h$	$k$	$l$
SiC	34.1590	1	0	1
	35.6792	1	0	2
	38.0578	1	0	3
	41.5738	1	0	4
	45.1767	1	0	5
	54.7295	1	0	7
	60.1164	1	1	0
	65.6614	1	0	9
Si	28.4134	1	1	1
	47.5186	2	2	0
	56.0244	3	1	1
	69.5843	4	0	0

从表 1 可以看出在  $20^\circ \sim 70^\circ$  衍射角范围内碳化硅材料有 8 条衍射峰,硅材料有 4 条衍射峰,说明以上两种材料是以多晶态存在的形式构成了反应烧结碳化硅反射镜镜胚。

均一材质的反射镜镜胚在进行抛光时可以获得稳定的去除函数,因此可以得到表面光滑的低散射镜面。而反应烧结碳化硅包含了碳化硅和硅两种性质不同的材料,其硬度相差近 300%,再加上多晶态的晶体结构使得反应烧结碳化硅反射镜镜胚在抛光时碳化硅和硅分别具有不同的去除函数,形成双金属效应。硅的硬度远小于碳化硅,在相同的抛光条件下去除量更多,因此在硅和碳化硅的交界处会形成台阶状结构,造

成入射光在镜面发生散射,降低光学性能。

微观结构可以直观地反映反应烧结碳化硅样品的表面形貌,图2和图3分别为使用日本电子生产的JSM-6510型扫描电子显微镜(SEM)在5 kV电压下放大2000倍和5000倍的测试结果。

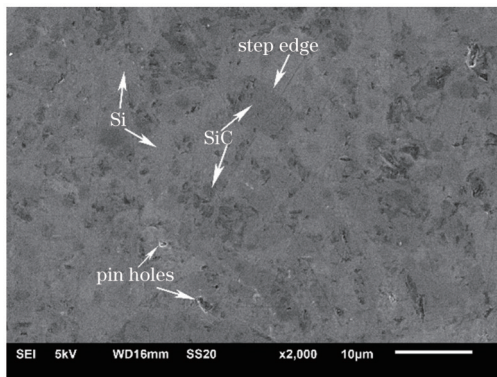


图2 反应烧结碳化硅表面放大2000倍的扫描电镜测试结果  
Fig.2 2000× amplifier of the bare RB-SiC tested by SEM

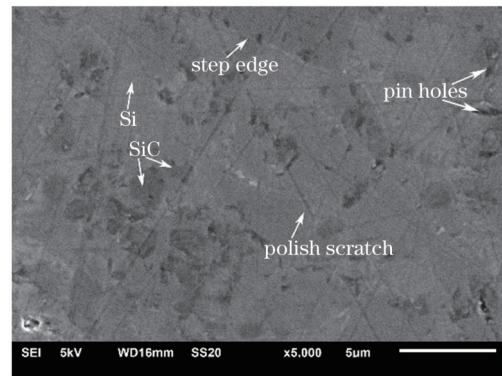


图3 反应烧结碳化硅表面放大5000倍的扫描电镜测试结果  
Fig.3 5000× amplifier of the bare RB-SiC tested by SEM

在2000倍的放大倍率下可以清楚地看到深灰色大小不一、形状各异的是碳化硅颗粒,浅灰色的填充物是硅,在碳化硅和硅交界处,由于抛光速率不同形成了台阶,另外还有少量的硅未完全填充残留的孔洞。

在5000倍的放大倍率下还观察到有许多在抛光过程中形成的直线划痕,这可能是为了追求较高的去除速率施加了过大的压力所致。由于扫描电子显微镜测量的是二维结果,不能直观地体现台阶等三维结构,因此使用美国 Digital Instrument 公司的 Dimension 3100 型原子力显微镜(AFM)测量了反应烧结碳化硅表面  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  区域的表面形貌,测试结果如图4所示。

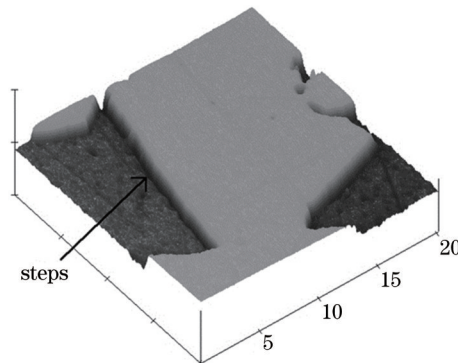


图4 原子力显微镜测试结果  
Fig.4 AFM test result

图4说明碳化硅和硅硬度的不同所导致的去除速率差异最终会在两种材料的交界处形成台阶状缺陷。当光入射到反应烧结碳化硅表面时,会发生强烈的散射,从而使基于反应烧结碳化硅材料制作的反射镜的光学性能降低,因此可以通过消除缺陷的方法最终达到提高光学性能的目的。

### 3 表面改性技术

表面改性技术是指在基底表面涂覆或沉积一层新的材料,从而改变表面原有的一些特性。可以使用该技术在反应烧结碳化硅表面沉积一层厚的硅改性膜层,使表面的性质表现为单一均质的硅<sup>[4]</sup>。通过表面改性技术消除了反应烧结碳化硅表面的台阶、孔洞等缺陷,再对硅改性层进行抛光能够获得均匀的去除速率,得到无缺陷的超光滑表面,最终降低了散射,实现了提高反应烧结碳化硅反射镜光学性能的目的。图5为反应烧结碳化硅改性技术的流程图。

实验用镀膜机为成都南光机器有限公司生产的 zzs-2500 型箱式镀膜机。等离子辅助沉积技术通过荷能粒子的轰击作用提高膜层的牢固度<sup>[5-7]</sup>,本文硅改性层通过等离子辅助沉积工艺制备,图6为工艺示意图。

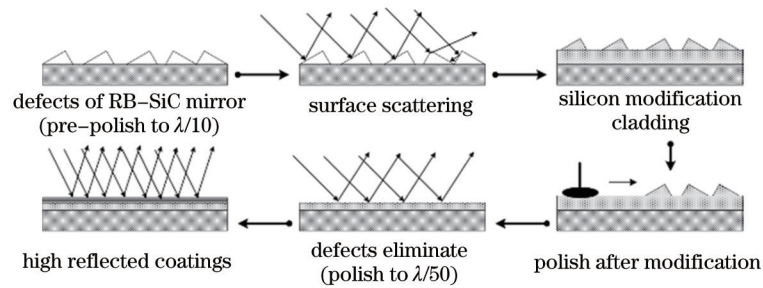


图5 反应烧结碳化硅表面改性流程图

Fig.5 Flow of RB-SiC surface modification

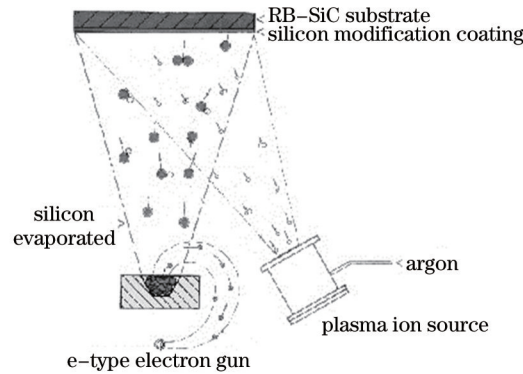


图6 硅改性层制备工艺示意图

Fig.6 Schematic diagram of fabrication of the silicon surface modification coating

基底用平面夹具固定。等离子源置于真空室绝缘基板中心,和平面夹具垂直距离为 100 cm,和基底垂直。蒸发材料为纯度为 99.95% 的单质硅粒,蒸发前预熔,基底材料为国内生产的反应烧结碳化硅试片。基底在镀膜前都经过乙醇和丙酮的超声清洗。真空室压强抽至  $7.0 \times 10^{-4}$  Pa。拱型夹具旋转速率定为 5 r/min。沉积过程开始时,电子枪加 6 kV 高压,硅蒸发材料在电子枪阴极灯丝发出的高能电子的作用下开始蒸发,沉积速率和薄膜厚度通过 IC/5 石英晶体控制仪监控,沉积膜层厚度为 10  $\mu\text{m}$ 。

#### 4 散射测量

反应烧结碳化硅表面的台阶及孔洞等缺陷造成的表面粗糙引起的强烈散射是降低光学性能的直接原因。因此可以通过测量改性前后的散射数值评价光学质量的变化。

目前相关的理论有标量理论和矢量理论两种<sup>[8]</sup>。总积分散射属于标量理论,可以较好地评价光入射到样品表面时的散射强度,因此自行搭建了总积分散射测量仪(TIS)用于测试样品<sup>[9]</sup>。图7为该设备的原理图,

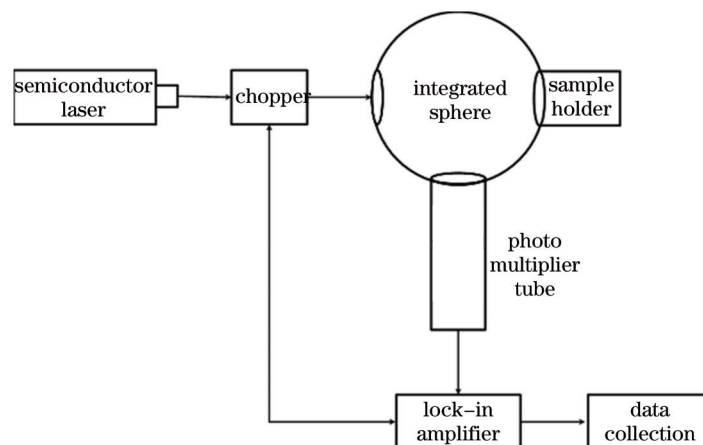


图7 散射测量仪原理图

Fig.7 Schematic diagram of the TIS



主要包括光源、斩波器、积分球、光电倍增管和锁相放大器等。

输入光源采用单色性和稳定性能较好的半导体激光器,工作波长为 635 nm。利用积分球采集相关的光信号,然后通过光电倍增管和锁相放大器把采集到的光信号转换成电信号,经过锁相放大处理,以电压数值的形式输出显示。由于散射光信号相对于入射光和反射光信号来说十分微弱,为保证测量的准确性,测量系统必须能够有效地鉴别并收集散射光信号,同时要尽可能地消除系统有害噪声的干扰。此系统中利用斩波器对输入光信号进行调制,然后通过锁相放大器放大有用信号,同时剔除噪声信号的干扰。为了提高测量的准确性,所有测试均在暗室条件下进行,并测量了背底噪声,在计算时把这部分数值去除。

搭建的散射测量仪本质上是测量能量的变化,由于引入的光电倍增管和锁相放大器可以将能量变化转换为电信号,相关的参数可以用电压的形式表示,因此只要测得总入射辐射  $V_t$ , 散射辐射  $V_s$ , 镜面反射  $V_r$  和背景信号  $V_b$  等数值就可以计算出镜面反射率  $R$ , 半球反射率  $R_h$  和总积分散射  $S_{\text{TI}}$  等相关量。

镜面反射率公式为

$$R = \frac{V_r - V_b}{V_t - V_b}, \quad (1)$$

半球反射率公式为

$$R_h = \frac{V_r + V_s - V_b}{V_t - V_b}. \quad (2)$$

总积分散射公式为

$$S_{\text{TI}} = \frac{V_s - V_b}{V_r + V_s - V_b}. \quad (3)$$

进行测试时,为了提高测量的准确性,降低背底的噪声,所有的测试均在暗室条件下进行。测量的步骤为:激光器工作稳定后,入射激光束直接从积分球的中心穿出,此时采集背景信号  $V_b$ ;接着将激光入射到积分球内并照射到出光口附近的内壁上,测得总入射辐射  $V_t$ ;随后将待测样品垂直放在样品架上并紧贴积分球出光口,激光束以小角度(小于  $5^\circ$ )入射到样品上,并使样品表面的镜面反射光从积分球入口输出,测得样品的散射辐射  $V_s$ ;最后将激光束以小角度(小于  $5^\circ$ )直接投射到待测样品表面,然后使反射光进入积分球内并投射到出光口附近的内壁上,测得镜面反射  $V_r$ 。按照以上步骤对样品进行测试,将得到的结果代入(1)~(3)式即可计算得到镜面反射率  $R$ , 半球反射率  $R_h$  和总积分散射  $S_{\text{TI}}$ 。

## 5 结果和讨论

为了评价改性效果,分别采用了改性前后的反应烧结碳化硅试片作为测试对象,同时选择了抛光良好的 K9 玻璃基底作为比对样品。反应烧结碳化硅基底和 K9 玻璃基底在未镀膜前反射率很低,改性后的反应烧结碳化硅基底反射率也只有 30% 左右,因此为了准确表征改性层的性能,在相同的条件下镀制了一层铝反射膜。镀制的铝反射膜厚度为 160 nm,理论上在可见光区的反射率约为 90%,并且铝反射膜在空气中自然氧化形成一层保护膜,保证反射率不会随着时间的改变产生明显的变化。在暗室条件下进行测试时以降低背景辐射。半导体激光器需要预热 0.5 h,调节输出稳定后,多次测量降低测试误差。

表 2 为使用搭建的总积分散射测量仪进行测试的数据,并且为了验证测量的准确性,使用 Perkin Elmer 公司生产的 Lambda900 UV/Vis/NIR 分光光度计测量了试片在波长 635 nm 的镜面反射率以验证总积分散射测量仪的准确性, Lambda900 测量的镜面反射率用  $R_L$  表示。

反应烧结碳化硅表面的台阶和孔洞导致入射光在这种粗糙微结构的表面发生强烈的散射,在散射测量仪中经过光电转换的散射电压达到了 49.93 mV,经过镀制硅改性层后,散射电压下降到 10.29 mV,计算得出总积分散射由 9.37% 下降到 1.84%,改性后的总积分散射只有改性前的 1/5,说明经过表面改性处理后,反应烧结碳化硅基底的散射得到了明显的抑制,同抛光良好的 K9 玻璃相比,只有 0.48% 的差距,性能已经十分接近。

半球反射率是光入射到反射镜表面时,在  $180^\circ$  半球范围内各个角度反射率之和,包含了镜面反射和散射。镜面反射率和半球反射率越接近说明反射镜产生的散射越小,带给光学系统的杂散光越少,光学系统的性能越好。反应烧结碳化硅试片在改性前后的半球反射率相近,分别为 88.17% 和 89.69%,总积分散射的降低说明进入光学系统的杂散光减少,成像质量提高。

表2 散射测量仪及分光光度计测试和计算结果

Table 2 Test and calculation results of the scatterometer and the spectrometer

Sample	RB-SiC (bare)	RB-SiC (after surface modification)	K9 glass
Total radiation $V_t$ /mV	600	600	600
Scatter radiation $V_s$ /mV	49.93	10.29	7.73
Specular radiation $V_r$ /mV	479.12	527.93	531.47
Background radiation $V_b$ /mV	0.4	0.4	0.4
Specular reflectance $R$ /%	79.84	87.98	88.57
Hemispherical reflectance $R_h$ /%	88.17	89.69	89.86
$S_{T1}$ /%	9.37	1.84	1.36
Specular reflectance by Lambda900 $R_L$ /%	78.71	89.06	89.63
Difference between $R$ and $R_L$ /%	1.13	1.08	1.06

对于反射式光学系统,反射镜的反射率和信噪比有直接的关系<sup>[4]</sup>。以经典的三反射式消像散系统为例,光学系统中包含主、次、三和折叠镜4块反射镜,光进入光学系统后要反射4次才能进入成像单元。反应烧结碳化硅反射镜在改性之前总反射率只有40.63%,在改性之后,总反射率提高到59.92%,提升幅度达到19.29%,因此反应烧结碳化硅反射镜在光学性能提高的同时,也提升了光学系统的信噪比。

Lambda900分光光度计测试的镜面反射率和总积分散射仪计算得到的反射率差值略大于1%,证明搭建的总积分散射测量仪的测试结果可信,可以准确表征反应烧结碳化硅改性前后的效果。

## 6 结 论

SEM和AFM的测试表明反应烧结碳化硅反射镜表面的台阶状微结构和孔洞缺陷是造成散射的直接原因,使用等离子辅助沉积技术在其表面镀制一层硅改性层后,消除了缺陷,经过精细抛光后光学性能接近抛光良好的K9玻璃,自行搭建的总积分散射仪表明总积分散射从改性前的9.37%下降到改性后的1.84%,实现了提高反应烧结碳化硅反射镜光学性能的目的。

## 参 考 文 献

- 1 R A Paquin, M B Magida, C L Vernold. Large optics from silicon carbide [C]. SPIE, 1991, 1618: 53-60.
- 2 N Ebizuka, H Eto, Y Dai, *et al.*. SiC ultralight mirror for large space telescope and for extremely huge ground based telescope II [C]. SPIE, 2004, 5487: 1013-1017.
- 3 A P Iwona, G Isaac. Developing SiC for optical system applications [C]. SPIE, 2004, 5524: 14-20.
- 4 Tongtong Wang, Jinsong Gao, Xiaoyi Wang, *et al.*. Surface modification on a silicon carbide mirror for space application [J]. Chin Opt Lett, 2010, 8(s1): 183-185.
- 5 Fu Xiuhua, Sun Yingjie, Liu Dongmei, *et al.*. Study and fabrication of visible and infrared broadband antireflection coating [J]. Acta Optica Sinica, 2013, 33(3): 0331002.  
付秀华, 孙英杰, 刘冬梅, 等. 可见与近红外宽带减反膜的研制[J]. 光学学报, 2013, 33(3): 0331002.
- 6 Dong Maojin, Wang Duoshu, Xiong Yuqing, *et al.*. Optics characterization of multi-spectrum HfON thin film [J]. Acta Optica Sinica, 2013, 33(s2): s231002.  
董茂进, 王多书, 熊玉卿, 等. 多光谱氮氧化钬薄膜光学特性研究[J]. 光学学报, 2013, 33(s2): s231002.
- 7 Liu Huasong, Wang Lishuan, Jiang Chenghui, *et al.*. Dispersive properties of optical constants of SiO<sub>2</sub> films in the visible and infrared regions [J]. Acta Optica Sinica, 2013, 33(10): 1031002.  
刘华松, 王利栓, 姜承慧, 等. SiO<sub>2</sub>薄膜的可见光与红外波段光学常数的色散特性[J]. 光学学报, 2013, 33(10): 1031002.
- 8 J C Stover. Optical Scattering, Measurement and Analysis [M]. New York: McGraw Hill, 1990.
- 9 H E Bennett, J O Porteus. Relation between surface roughness and specular reflectance at normal incidence [J]. J Opt Soc Am, 1961, 51(2): 123-129.