

文章编号: 0253-2239(2009)09-2624-06

# 空间反射镜基底材料碳化硅表面改性研究

高劲松 申振峰 王笑夷 王彤彤 陈 红 郑宣鸣

(中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 中国科学院光学系统先进制造技术重点实验室, 吉林 长春 1300332)

**摘要** 直接抛光后的 SiC 反射镜表面光学散射仍较大, 无法满足高质量空间光学系统的应用需求。为此必须对 SiC 反射镜进行表面改性, 以获得高质量的光学表面。目前国际上较为流行的是制备 Si 或 SiC 改性层进行表面改性。分别采用离子辅助电子束蒸发方法制备 Si 和 SiC 改性层进行改性, 相关测试结果表明: Si 改性层结构为立方相, 改性后基底表面粗糙度(rms)降到 0.620 nm, 散射系数减小到 1.52%; SiC 改性层结构为非晶相, 改性后基底表面粗糙度(rms)降到 0.743 nm, 散射系数减小到 2.79%。两种改性层均与基底结合牢固, 温度稳定性较高。从可靠性方面考虑, 目前在国内第一种方法更适于实际工程应用。该工艺改性后 SiC 基底表面散射损耗大大降低, 表面质量得到明显改善, 镀 Ag 后表面反射率接近于抛光良好的微晶玻璃的水平, 已能够满足高质量空间光学系统的应用需要。

**关键词** 薄膜; 表面改性; 离子辅助; Si 薄膜; SiC 薄膜; SiC 反射镜

**中图分类号** O484.4; TN307 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS20092909.2624

## Research on Surface Modification of Space Used SiC Mirror

Gao Jinsong Shen Zhenfeng Wang Xiaoyi Wang Tongtong  
Chen Hong Zheng Xuanming

(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** The SiC material can't meet the application requirement of high quality space-used optical system because the considerable surface scattering on the SiC mirror after polish. So the surface modification must be taken on in order to obtain high quality optical surface on the SiC mirror before use. The two prevailing international methods for surface modification are to use of Si coating and SiC coating. Surface modifications are made by the two means using e-beam evaporation with ion assisted. Test results show that the Si coating is cubic phase. Surface roughness(rms) of the SiC substrate is reduced to 0.620 nm and scattering coefficient is reduced to 1.52% after Si coating modification. The SiC coating is amorphous. Surface roughness(rms) of the SiC substrate is reduced to 0.743 nm and scattering coefficient is reduced to 2.79% after SiC coating modification. The modification coatings both have a good temperature stability and a high adhesion to the SiC substrate. Evaluated by the reliability the method of using Si coating is much more compatible for the engineering application interiorly. After the surface modification by means of using Si coating, the wastage of surface scattering is reduced greatly and the quality of optical surface is improved obviously. The surface reflectance with Ag coating is obviously enhanced to that of fine polished zerodur glass, thus it can meet the application requirement of high quality space-used optical system.

**Key words** thin films; surface modification; ion assisted; Si coating; SiC coating; SiC mirror

## 1 引 言

随着人类航天事业的飞速发展, 人们对天基遥感光学系统的幅宽和分辨率要求越来越高, 使之不可避

免的向着大口径、长焦距的方向发展, 而与之对应的矛盾是光学系统的轻量化问题。为此, 空间光学系统多采用轻量化效果最好的全反式系统, 同时反射系统

**收稿日期**: 2008-10-10; **收到修改稿日期**: 2008-11-18

**基金项目**: 国家自然科学基金(60478035)资助项目。

**作者简介**: 高劲松(1968—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要从事光学薄膜的前沿研究、特种光学薄膜及雷达隐身相关领域等方面的研究。E-mail: gaojs@ciomp.ac.cn

中镜体材料采用物理性能良好的且适宜轻量化加工的轻质材料。<sup>[1]</sup>与传统的反射镜基底材料如微晶玻璃、金属铍等相比, SiC 材料具有密度较小、比刚度大、热变形系数小、抗辐照性和抗热振性极佳、无形状滞后现象等优异的物理特性和机械特性, SiC 材料已经成为空间用大口径反射镜基底的首选材料之一<sup>[2~5]</sup>。然而由于直接抛光的 SiC 基底很难获得高质量的光学表面, 表面光散射损耗较大, 无法满足高质量空间光学系统的应用要求。为解决这一矛盾, 就必须要对 SiC 基底进行表面改性, 设法提高其表面的光学质量, 以满足空间应用的要求<sup>[6,7]</sup>。

## 2 SiC 材料表面改性的必要性

SiC 镜体材料的制备方法很多, 目前工艺上比较成熟且工程上常用的主要有两种: 反应烧结法制备的 SiC 基底(RB-SiC)和常压烧结法制备的 SiC 基底(S-SiC)。图 1 所示为直接抛光后的两种基底表

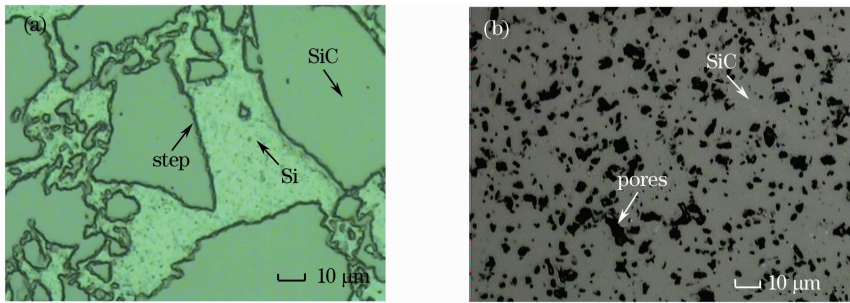


图 1 (a)RB-SiC 基底表面 500 倍显微镜照片;(b)S-SiC 基底表面 500 倍显微镜照片

Fig. 1 (a)500× photomicrograph of RB-SiC substrate; (b)500× photomicrograph of S-SiC substrate

根据总积分散射理论,<sup>[9]</sup>当表面均方根粗糙度(rms)远远小于入射波长( $\delta \ll \lambda$ )时, 基底表面总积分散射( $f_{TIS}$ )和  $\delta$  之间满足关系式

$$f_{TIS} \approx (4\pi n \delta \cos \theta_0 / \lambda)^2 \approx (4\pi \delta / \lambda)^2. \quad (1)$$

其中  $\delta$  为样品表面均方根粗糙度(rms),  $\theta_0$  为入射角,  $\lambda$  为入射波长。由上述公式可知: 在空气中垂直入射的情况下, 如果入射光为一定频率的单色光(如激光), 则粗糙表面总积分散射(TIS)与粗糙度均方根值  $\delta$  的平方之间存在着简单的正比关系。即随着粗糙度  $\delta$  的增加, 粗糙表面总积分散射(TIS)急剧上升, 这必然导致基底镜面反射率的急剧降低, 变化十分灵敏, 相关测试结果表明直接抛光后的 SiC 表面光散射损耗仍较大<sup>[10]</sup>, RB-SiC 表面散射系数达到 10%, S-SiC 表面散射系数也有 4% 左右(散射系数定义为散射光与镜面反射光和散射光总和的比值), 这都无法满足高质量空间光学系统的应用要求。为

面 500 倍光学显微镜照片, 图 1(a) 中所示深色部分为 SiC 材料, 浅色部分为反应过程中渗入到 SiC 材料中的单质 Si, 图 1(b) 中所示浅色部分为 SiC, 深色部分为孔洞, 很明显 RB-SiC 材料中包含了 SiC 和 Si 两相成份而 S-SiC 材料则成份单一<sup>[8]</sup> RB-SiC 材料中由于 SiC 和 Si 物理特性的差异导致在抛光过程中两相成份的去除速率并不相同, 这很容易在两相成份的交界处形成台阶。从图 1(a) 中可以很明显的看到在两相成份交界处产生了明显的台阶效应, 在 Si 相成份处形成了凹陷, 这使基底表面凹凸不平, 必然会降低表面的光学质量。而对于 S-SiC 材料, 虽然其成份单一, 但由于不是 100% 致密, 材料内部存在大量的孔洞, 显然也无法直接获得高质量的光学表面。因此, 直接抛光后的 SiC 基底表面光学质量并不高, 表面粗糙度(rms)在 2.5 nm 左右, 仍然较大。

满足空间应用要求, 必须设法降低 SiC 基底表面的光散射损耗, 以获得较高的光学反射率。

## 3 改性试验及效果分析

### 3.1 改性层的低温制备

所谓 SiC 基底表面改性就是要在 SiC 基底表面镀制一层结合牢固且抛光性能良好的相当厚度的致密改性层, 覆盖住基底表面缺陷, 然后再对致密改性层进行光学精密抛光, 以达到获得高质量的光学表面的目的。由于空间应用, 必须保证改性层与基底性质相近且结合牢固, 以保证工程应用的高度可靠性。目前国际上较为流行的是制备 Si 或 SiC 改性层进行表面改性。要想制备出致密的且抛光性能良好的改性层, 薄膜的沉积一般都要在较高温度下进行, 如采用化学气相沉积方法, Si 薄膜沉积温度一般在 600 °C 以上,<sup>[11]</sup> 而 SiC 薄膜则需要达到 1000 °C 以上。<sup>[12]</sup> 然而

这么高的温度在工程应用中是不允许的,因为改性前基底经过高精度的面形加工,温度过高有可能造成基底面形发生无法恢复的改变,另外,温度越高,温度变化梯度越大,风险也越大,严重时可能会使基底出现裂纹甚至破碎,造成无法挽回的后果。因此,为使整个工程项目顺利开展,必须保证改性工艺在低温下进行(300 ℃以下为宜)。

### 3.2 Si 改性层改性

#### 3.2.1 霍尔离子源辅助方法

为了在低温条件下制备出致密的性能良好的 Si 改性层,特采用离子辅助手段,好处是在较低温度下制备高性能的薄膜。应用霍尔离子源辅助电子束蒸发 Si 的方法,在 300 ℃背景温度下制备了厚度为 10 μm 改性层,对 RB-SiC 和 S-SiC 基底进行了表面改性试验。图 2 所示为改性抛光后 SiC 基底表面 500 倍光学显微镜照片,从图 2 可以看出,基底

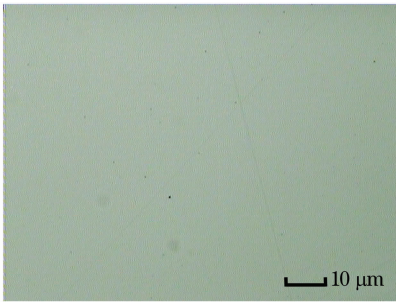


图 2 改性后 SiC 表面 500 倍显微镜照片

Fig. 2 500×photomicrograph of SiC after modification

表面质量良好,已经看不到明显的缺陷和孔洞。两种基底表面原子力显微镜粗糙度(rms)测试结果分别为 0.752 nm(RB-SiC)和 0.620 nm(S-SiC)。用总积分散射仪对基底表面散射情况进行测试,结果散射系数分别降为 2.85%(RB-SiC)和 1.52%(S-SiC)。图 3 所示为在 Si(400)基底上镀制的 Si 改性层的 XRD 测试图,结果表明该 Si 改性层成份为立

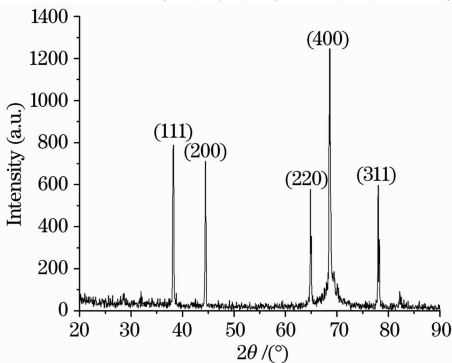


图 3 Si 改性层 XRD 测试图

Fig. 3 XRD test pattern of the Si coating

方相。在相关试验样品表面镀制相同的 Ag 反射膜后,测试曲线如图 4 所示,其中曲线 1 为未改性的 RB-SiC 基底,曲线 2 为未改性的 S-SiC 基底,曲线 3 为改性后的 RB-SiC 基底,曲线 4 为改性后的 S-SiC 基底,曲线 5 为抛光良好的微晶玻璃基底,从曲线中可以明显看出改性后的反射率与未改性的情况相比都获得大幅提升。相关测试结果表明,改性后两种基底的表面质量都获得较大改善。

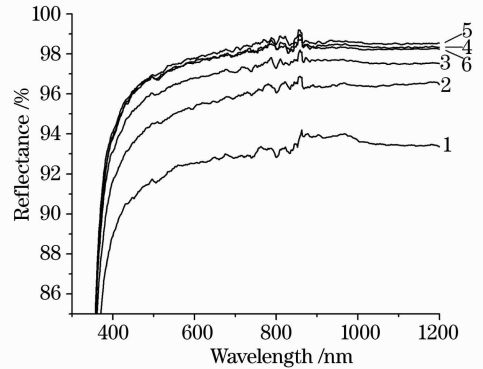


图 4 相关基底镀 Ag 膜后反射率测试曲线

Fig. 4 Reflectance of correlative substrates with Ag coating

#### 3.2.2 针对 RB-SiC 基底改进方法

比较发现:改性后 S-SiC 基底的反射率要高于 RB-SiC 基底(见图 4),已经非常接近于抛光良好的微晶玻璃基底表面的情况,而 RB-SiC 基底则要稍差一些。说明采用此工艺方法,S-SiC 基底的改性效果要好于 RB-SiC 基底。产生差别的原因是:RB-SiC 基底表面 Si 改性层的生长情况出现了择优取向。由于成份匹配,Si 膜在基底的 Si 相上生长的趋势明显优于在 SiC 相上的趋势。图 5 为 RB-SiC 镀 Si 改性层后 500 倍显微镜照片,从图 5 可以看出,Si 膜在 SiC 和 Si 两相成份上的生长情况明显不同,且其分布复制了原基底表面的情况。由于两种情况下 Si 膜生长的成核密度相差较大,使得在两相成份上生长出的 Si 膜物理性质出现差别,这直接导致它们抛光特性

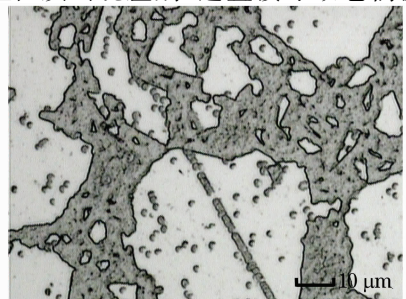


图 5 RB-SiC 镀 Si 改性层后 500 倍显微镜照片

Fig. 5 500×photomicrograph of Si on RB-SiC

上的差异,必然影响抛光后基底表面的光学质量。

为提高 RB-SiC 基底改性效果,选用高能量(600 eV)的考夫曼离子源辅助,尽量提高沉积粒子表面迁移率,使膜层更加致密均匀。同时,在沉积 Si 改性层前,还要先对基底表面 Si 相成份进行碳化处理,使之与原 SiC 相成份趋于同性,然后在二者之上再加镀一层 C 缓冲层,目的是使基底表面趋于同性,消除 Si 改性层生长过程中择优取向的发生。图 6 为改进方法后 RB-SiC 基底表面 Si 改性层生长情况显微镜照片。与之前工艺方法相比, Si 膜层团簇生长方式更加显著,膜层生长得更加致密,同时膜层生长得较为均匀,已经看不出明显的择优生长趋势。抛光后原子力显微镜粗糙度(rms)测试结果为 0.635 nm,基底表面散射系数降为 1.59%,反射率测试表明(图 4 中曲线 6 所示)改进方法后反射率获得较大提高,已经与 S-SiC 基底的改性效果相当。说明此工艺方法对提高 RB-SiC 基底的改性效果是十分有效的。

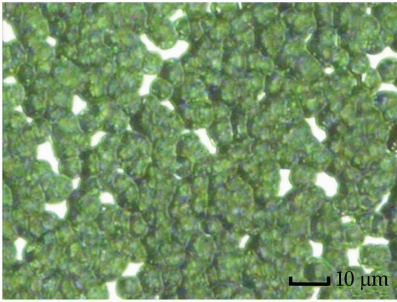


图 6 改进方法后 RB-SiC 上 Si 改性层 500 倍显微镜照片

Fig. 6 500 $\times$  photomicrograph of Si on RB-SiC substrate after the improvement

### 3.3 SiC 改性层改性

#### 3.3.1 制备工艺

利用 Si 改性层进行表面改性,膜层致密均匀,加工后可以获得较高质量的光学表面。但由于 Si 与 SiC 热膨胀系数存在差异,且二者晶相不匹配,在空间极端环境条件下可能使基底面形发生改变甚至改性层出现龟裂或脱落,影响整个光学系统的正常应用。而如果应用与基底材料匹配更好的 SiC 改性层进行表面改性则可以有效解决这一矛盾。目前,制备 SiC 薄膜比较成熟且常用的方法是化学气相沉积方法。即把含有碳源和硅源的两种气体混合,在一定的条件下反应生成 SiC。此方法可以制备出性能优良的 3C-SiC,但反应温度一般都在 1000  $^{\circ}$ C 以上,这是改性工艺所不允许的。为此,必须找到利用现有的适宜大口径基底改性的物理气相沉积

(PVD)设备低温制备符合改性要求的 SiC 改性层的工艺方法。

大量的研究试验表明,综合 PVD 与 CVD 的技术优势,利用反应蒸发的方法可以实现低温条件下(300  $^{\circ}$ C)制备出符合改性要求的 SiC 改性层。具体工艺方法是利用电子枪蒸发纯 Si,同时应用高能量考夫曼离子源辅助,选择  $\text{CH}_4$  做为离子源工作气体, $\text{CH}_4$  被电离出的 C 与蒸发的 Si 在基底化学反应生成 SiC。制备 SiC 改性层前先对基底进行碳化处理,反应生成 SiC 的过程中可以应用偏压和通入  $\text{H}_2$  气体等辅助手段,以达到提高 SiC 的成膜质量的目的。碳化过渡层对提高 SiC 改性层的形核密度、减小晶粒尺寸方面有一定的促进作用,适当的负偏压可以提高沉积离子的能量,有利于 SiC 的形成还可以是使薄膜更加致密和均匀,而在  $\text{H}_2$  气氛中反应,则有利于 SiC 晶相的形成,综合以上因素可以在低温条件下制备性能优良的 SiC 改性层。

#### 3.3.2 改性效果测试与分析

图 7 所示为利用此工艺方法制备出的 SiC 改性层的光学显微镜照片,由图 7 可见,改性后基底表面质量得到较大改善。图 8 为 Si(400)基底上制备的 SiC 改性层的 XRD 测试图,结果表明该工艺条件下制备的 SiC 成份为非晶相。抛光后基底表面原子力粗糙度(rms)测试结果为 0.743 nm,基底表面散射系数降为 2.79%。镀 Ag 后反射率测试曲线如图 9 所示,可以看出改性后基底表面反射率(曲线 2)与改性前(曲线 1)相比有大幅提高,已接近于利用 Si 改性层改性(曲线 3)和抛光良好的微晶玻璃(曲线 4)的水平。对改性层的 X 光电子能谱(XPS)测试结果显示,该改性层中除了 SiC 外,还含有部分没有充分反应的游离 C 和 Si,这必然影响改性层的均匀性,从而对改性层的抛光效果产生负面影响,从图 7 中也可以明显看到由此而产生的表面缺陷。利用 SiC 改性层进行表面改性,也可以实现提高 SiC 基

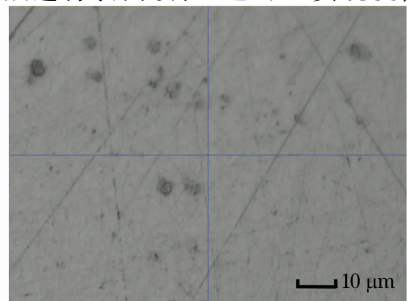


图 7 改进后 SiC 表面 500 倍显微镜照片

Fig. 7 500 $\times$  photomicrograph of SiC after modification

底表面质量的目的,但由于此制备工艺相对复杂,影响成膜质量因素较多,目前制备工艺还不够完善,所得 SiC 改性层的综合性能有待进一步测试和研究,因此距离工程应用还有一段距离。

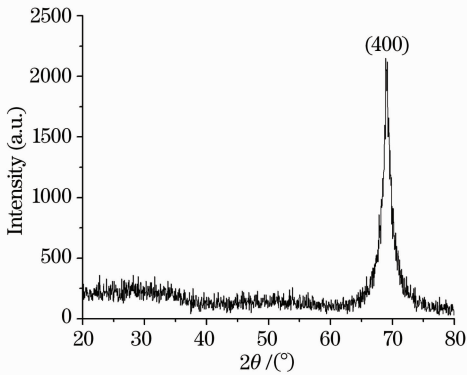


图 8 SiC 改性层 XRD 测试图

Fig. 8 XRD test pattern if the SiC coating

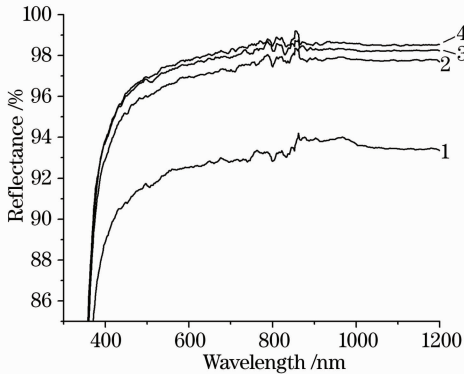


图 9 相关基底镀 Ag 膜后反射率测试曲线

Fig. 9 Reflectance of correlative substrates with Ag coating

## 4 可靠性测试

图 10 所示为应用 Si 改性层改性后,经过表面精加工的  $\Phi 800 \times 500$  mm 大小的 RB-SiC 反射镜表面面形精度测试图,其加工后的面形精度达到

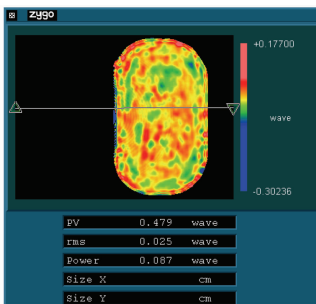


图 10 改性后基底表面面形测试图

Fig. 10 Tested result of the surface after the Surface modification

0.479  $\lambda$  (PV) 和 0.025  $\lambda$  (rms),  $\lambda = 632.8$  nm, 说明该工艺制备的改性层面形加工特性良好,经过表面改性后已能够满足目前高质量空间光学系统的应用要求。

为测试改进方法后制备的改性层与基底结合的牢固度,分别将镀制 Si 和 SiC 改性层的两种 SiC 基底投入液氮 (77 K) 中 20 min,再投入沸水中 20 min,反复进行 3 次,改性层均无龟裂脱落迹象。将 15 千克力(正拉力)施加在  $5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  面积 ( $5.88 \times 10^6 \text{ Pa}$ ) 上,薄膜与基底未发生剥离现象。测试结果表明该工艺条件制备的 Si 和 SiC 改性层抗热震性能优良,与基底结合牢固,能够满足空间项目工程应用需求。

## 5 结 论

试验和研究表明,利用 Si 改性层或 SiC 改性层对 SiC 反射镜基底表面进行改性,都可以大幅提高 SiC 基底表面光学质量,使其性能满足高质量空间光学系统的应用要求。但对实际工程应用而言,由于利用 Si 改性层改性工艺简单,比较成熟,且可靠性高,改性层的综合性能相对较好,对于目前在星载系统的恒温环境下应用而言是最佳的改性工艺选择方案。SiC 改性层改性由于工艺方法相对复杂,工艺控制参数较多,可靠性稍差,改性层的综合性能还有待于通过工艺的优化进一步的提高,因此距离实际工程应用还有一段距离。

## 参 考 文 献

- 1 Yang Bingxin. Research of SiC reflection mirror for space camera [J]. *Spacecraft Recovery & Remote Sensing*, 2003, **24**(1): 15~18
- 2 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
- 3 I. A. Palusinski, I. Ghozeil. Developing SiC for optical system applications[C]. *SPIE*, 2004, **5524**: 14~20
- 4 R. Eng, J. R. Carpenter, C. A. F. Jr *et al.*. Cryogenic performance of a lightweight Silicon Carbide mirror[C]. *SPIE*, 2005, **58680Q**: 1~8
- 5 N. Ebizuka, Y. Dai, H. Eto *et al.*. Development of SiC ultra light mirror for large space telescope and for extremely huge ground based telescope[C]. *SPIE*, 2003, **4842**: 329~334
- 6 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
- 7 张 舸,赵汝成,赵文兴. 大尺寸轻型碳化硅镜体的制造与材料性能测试[J]. 光学精密工程, 2006, **14**(5): 759~763
- 8 M. B. Magida, R. A. Paquin, J. J. Richmond. Dimensional stability of bare and coated reaction bonded silicon carbide[C]. *SPIE*, 1990, **1335**: 60~68
- 9 Chen Hong, Gao Jinsong, Song Qi *et al.*. Si modified coating on SiC substrate by ion beam assisted deposition[J]. *Optics and*

- Precision Engineering*, 2008, **16**(3): 381~385
- 陈红,高劲松,宋琦等. 离子辅助制备碳化硅改性薄膜[J]. *光学精密工程*, 2008, **16**(3): 381~385
- 8 Tang Yuxia, Zhang Ge. The development of fabrication techniques in large scale light weighted SiC mirror blank[J]. *Optical Technique*, 2007, **33**(4): 510~518
- 唐裕霞,张舸. 大口径碳化硅轻质反射镜镜坯制造技术的研究进展[J]. *光学技术*, 2007, **33**(4): 510~518
- 9 T. Lindstrom, D. Ronnow. Total integrated scattering from transparent substrates in the infrared region-validity of scalar theory [J]. *Opt. Engng.*, 2000, **39**(2): 478~487
- 10 Shen Zhenfeng, Gao Jinsong, Chen Hong *et al.*. Evaluation of performance of surface modification for silicon carbide mirror by self-made TIS scatterometer [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2008, **16**(10): 1841~1846
- 申振峰,高劲松,陈红等. 用自制总积分散射仪评估 SiC 基底表面改性效果[J]. *光学精密工程*, 2008, **16**(10): 1841~1846
- 11 Shen Feng, Xia Donglin, Li Wei *et al.*. Influence of RF power on structure and optical properties of polycrystalline silicon thin film [J]. *J. Wuhan University of Technology*, 2007, **29**(1): 172~175
- 沈峰,夏冬林,李蔚等. 沉积功率对多晶硅薄膜结构和光学性质的影响[J]. *武汉理工大学学报*, 2007, **29**(1): 172~175
- 12 Liu Rongjun, Zhang Changrui, Zhou Xingui *et al.*. Preparation and characterization of chemical vapor deposited dense SiC surface coatings[J]. *J. Materials Engineering*, 2005, (4): 3~6
- 刘荣军,张长瑞,周新贵等. CVD SiC 致密表面涂层制备及表征[J]. *材料工程*, 2005, (4): 3~6