

doi:10.3788/gzxb20154406.0631001

用于超薄反射镜热成形的 Pt、Pt/Cr 分离膜

杨鑫燕, 王新, 伊圣振, 穆宝忠

(同济大学 物理科学与工程学院 先进微结构材料教育部重点实验室, 上海 200092)

摘要:针对热弯玻璃成形法制备高精度超薄反射镜时 Pt 分离膜造成的镜片污染问题, 研究了 Pt/Cr 分离膜中不同 Cr 层厚度对热成形超薄反射镜玻璃基底表面粗糙度的影响. 采用厚度为 0.3 mm 的 Schott D263 玻璃作为超薄反射镜基底材料, 选取 Pt、Pt/Cr 作为模具和 D263 镜片之间的分离层材料进行实验. Pt 薄膜的厚度为 50 nm, Cr 层厚度分别为 5 nm、3.5 nm、2.5 nm、1.5 nm, 热成形实验采用“直接”复制方式. 实验结果表明: Cr 层厚度为 1.5 nm 时, 成形后模具表面分离膜未发生脱落, 镜片表面粗糙度约为 0.5 nm, 与 D263 镜片初始值接近, 能够满足高能 X 射线望远镜对反射镜基底表面粗糙度的要求.

关键词:反射镜基底; 热成形; 分离膜; 表面粗糙度; X 射线望远镜

中图分类号: O434.1

文献标识码: A

文章编号: 1004-4213(2015)06-0631001-5

Pt and Pt/Cr Release Layer Used in Hot Slumping Glass Technology

YANG Xin-yan, WANG Xin, YI Sheng-zhen, MU Bao-zhong

(MOE Key Laboratory of Advanced Micro-Structured Materials, School of Physics Science and Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China)

Abstract: In order to solve the lens pollution problem caused by Pt release layer in the preparing process of high quality thin mirrors with hot slumping glass technology, the effect of Cr layer thickness on surface roughness of thermal formed glass substrates by using "direct" slumping method was studied. The Schott D263T glass sheets with thickness of 0.3 mm were used as raw materials of ultra thin mirror substrates, and Pt, Pt/Cr layer were selected as release medium between the mould and D263 glass foils. Fixed coating thickness of the Pt layer was 50 nm, and thicknesses of Cr interlayer were 5 nm, 3.5 nm, 2.5 nm, 1.5 nm, respectively. The results show that, after thermal forming treatment, when the thickness of Cr layer is 1.5 nm, release layer does not peel off from the mould and the roughness of glass sheet is about 0.5 nm, which is close to the initial testing value of raw D263 glass and could meet the surface roughness requirement of substrates used for hard X-ray telescope.

Key words: Mirrors substrates; Thermal forming; Interlayer; Surface roughness; X-ray telescopes

OCIS Codes: 310.3840; 340.7470; 350.1260

0 引言

高能 X 射线聚焦望远镜可以用于观测诸如黑洞、中子星等极端天体, 对研究其物理规律和高能辐射过程具有重要意义^[1]. 目前, 国际上的高能聚焦望远镜普遍采用 Wolter-I 型结构, 即由共焦旋转抛物面和双曲面反射镜组成, 利用掠入射全反射来实现对 X 射线的

聚焦成像^[2]. 为克服掠入射光导致的小集光面积问题, X 射线聚焦型望远镜采用多层膜嵌套式结构^[3-4], 镜片层数从最初 Einstein、Chandra^[5] 的几层发展到 Newton 的几十层, 乃至 ASTRO-E^[6]、NUSTAR^[7-8]、ATHENA (原 IXO)^[9] 的上百层. 超薄、超光滑的非球面反射镜是 X 射线望远镜的核心部分. 在 X 射线波段, 为了获得高反射率和高分辨成像, 要求成形后的光学元件基底粗

基金项目:中科院空间科学战略性先导科技专项(No. XDA04060605)、中央高校基本科研业务费专项资金(No. 2013KJ047)和国家自然科学基金(No. 11105098)资助

第一作者:杨鑫燕(1989-), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为 X 射线超薄反射镜制备. Email: 123yangxinyan@tongji.edu.cn

通讯作者:王新(1980-), 男, 讲师, 博士, 主要研究方向为 X 射线及极紫外光学系统. Email: wangx@tongji.edu.cn

收稿日期:2014-12-19; **录用日期:**2015-03-17

<http://www.photon.ac.cn>

糙度均方根(Root Mean Square, RMS)值小于 0.6 nm, 中频面形 PV 值接近 1 μm . 多层嵌套式望远镜光学元件的研究正在向高集光效率、高分辨、轻质量及低成本的趋势发展. Wolter-I 型 X 射线天文望远镜中超薄反射镜的制备方法主要有镍电镀复制法、环氧树脂复制法^[6]和热弯玻璃成形法^[8,10]. 其中采用镍电镀法制备的反射镜基底虽能获得较好的面形精度, 但镍基底密度大, 相同质量下镜片的嵌套层数受限, 从而影响望远镜集光效率; 环氧树脂复制法中铝基底本身对入射 X 射线存在一定的散射, 影响光学元件成像质量; 热弯成形法制备的反射镜基底面形精度相比于镍电镀法较差, 但热成形工艺过程相对简单, 且玻璃基底作为良好的多层膜附着基底材料, 对 X 射线具有良好的反射性能, 质量轻且成本较低, 已成为目前普遍采用的 X 射线天文望远镜超薄光学元件制备技术.

热弯玻璃成形法(Slumped Glass)中, 镜片材料选用硼硅酸盐玻璃, 模具材料为熔融石英, 两种材料主要成分均为 SiO_2 . 高温下, 模具与镜片在接触面易发生粘结. 为防止粘结现象发生并辅助成形后镜片脱模, 需在接触界面引入分离膜. 目前用于制备超薄反射镜基底的分离膜材料主要为 BN ^[8]和 Pt ^[9]. NUSTAR 镜片基底制备采用 BN 作为分离膜材料. BN 是常用的脱模剂材料, 其本身结构松散, 易在模具表面形成粉末颗粒, 影响镜片中频面形. Pt 在高温下化学性质稳定, 膜层结构致密且导热性能良好, 但热成形后镜片表面存在污染情况, 主要体现为镜片表面粗糙度变差^[11-12].

本文通过热成形实验讨论 Pt 、 Pt/Cr 分离膜的分离特性, 以及 Pt/Cr 分离膜中 Cr 层的厚度对镜片表面污染情况的影响, 并得到最优的 Pt/Cr 分离膜结构.

1 反射镜基底热成形实验

实验采用的平面镜片材料为硼硅酸盐玻璃(Schott D263), 厚度为 0.3 mm; 模具材料为熔融石英, 厚度约为 5 mm, 工作表面为球面, 曲率半径 229.23 mm. 经 WYKO 白光干涉轮廓仪检测, 平面镜片初始表面粗糙度为 0.5 nm(测试范围: $94 \mu\text{m} \times 128 \mu\text{m}$); 在模具表面镀制分离膜后, 其表面初始粗糙度约为 0.5 nm(测试范围: $94 \mu\text{m} \times 128 \mu\text{m}$). 实验采用的热处理设备为高精密度电阻炉, 其温度控制精度为 1°C , 炉腔内工作区域的温度均匀性约为 $\pm 2.8^\circ\text{C}$.

将薄镜片置于模具表面, 通过给定的温度曲线对模具和镜片进行加热. 加热过程中, 镜片材料粘度随着温度的升高而逐渐降低, 当温度高于应变点温度(相当于材料粘度为 $10^{13.6} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 时的温度^[14], 对应于 D263 玻璃应变点温度为 529°C ^[15-16])时, 材料内部发生分子结构重组, 镜片在重力的作用下发生形变, 下落并附着

于模具表面. 经过温度保持阶段, 镜片与模具充分接触并复制其面形. 最后降温冷却至室温, 将成形好的镜片与模具分离, 即得到反射镜玻璃基底, 如图 1 所示.

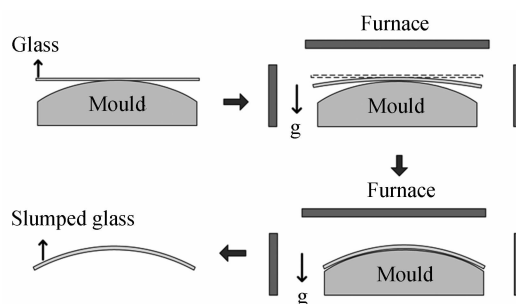


图 1 热成形过程

Fig. 1 Schematic of slumping glass process

降温过程需缓慢进行, 以保证被加热材料受热均匀, 同时尽量缓解因模具与镜片间热膨胀系数差异造成的应力集中现象. 内应力的减小甚至消除, 主要通过保持温度使镜片内部分子充分运动来实现. 在材料的应变点温度附近保持, 内应力大幅减小, 并能在几个小时内消除^[14]. 退火保持过程结束后, 可以增大降温速率, 以提高镜片的制备效率^[13]. 因此, 制定热成形温度曲线如图 2 所示.

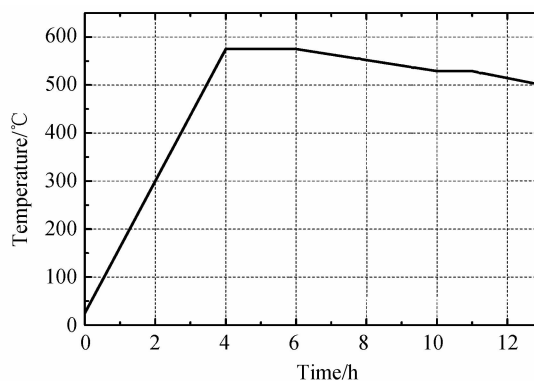


图 2 热成形实验温度曲线

Fig. 2 Temperature profile of thermal forming experiment

温度控制主要分为三个阶段: 1) 升温阶段, 用时 4 h 由室温升高至 575°C ; 2) 保持阶段, 575°C 保持 2 h; 3) 降温阶段, 用时 4 h 降温至 529°C 保持 1 h, 再用时 2 h 降温至 500°C , 之后关闭电阻炉温控系统, 自然冷却至室温.

模具表面分离膜采用直流真空磁控溅射的方式镀制. Pt 在高温下具有稳定的化学性能, 膜层结构致密且导热性能良好, 与 D263 玻璃间粘附性差, 适合作为分离层材料. 实验设置两类分离膜: 1) 单层 Pt 分离膜, 即在模具表面镀制 50 nm 单层 Pt 薄膜作为分离膜; 2) Pt/Cr 分离膜(Cr 间隔层的引入是为增加 Pt 层与模具间的粘附性): 首先在模具表面镀制 5 nm 厚的 Cr 薄膜, 再在 Cr 表面镀制 50 nm 厚 Pt 膜(如图 3).

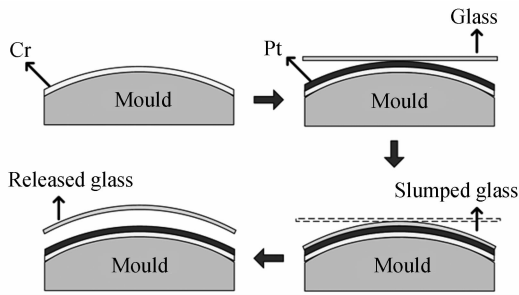


图3 模具膜层镀制及成形镜片分离示意图

Fig.3 Schematic of coating on the mould and separation of slumped glass sheet

2 实验结果及讨论

2.1 单层 50nm 厚 Pt 分离膜

图4为采用50nm单层Pt膜作为分离膜进行热成形实验的结果,热成形后,模具表面分离膜出现了大面积的脱落,并附着于镜片表面.模具与镜片接触最充分的球面中心处,膜层损坏情况最为严重.

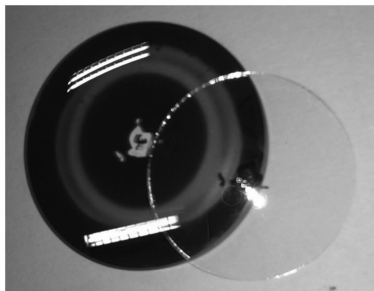


图4 50 nm Pt 分离膜热成形实验结果

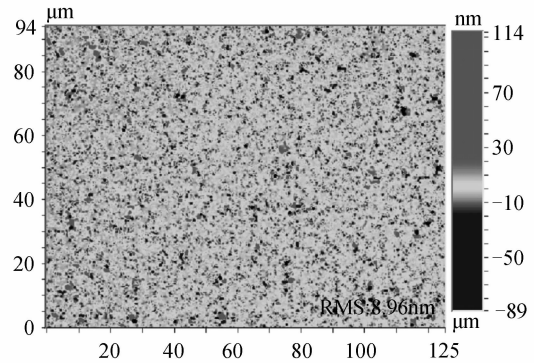
Fig.4 Experimental sample after thermal forming with 50 nm Pt release layer on the mould

由于模具基板(热膨胀系数 $CTE=0.5 \times 10^{-6}/K$)、分离膜($CTE=8.8 \times 10^{-6}/K$)及镜片($CTE=7.2 \times 10^{-6}/K$)三者热膨胀系数间差异较大,高温下,模具与镜片在充分接触的过程中,界面间存在相对运动趋势并产生静摩擦.在静摩擦力与界面分子间作用力的影响下,加之Pt本身与 SiO_2 基板粘附性较差,膜层极易发生损坏及脱落,并对镜片造成污染^[1].因此,需要引入Cr间隔层以增加Pt膜与模具间的粘附性.

2.2 Pt/Cr 分离膜

为了提高Pt薄膜与模具之间的粘附性,在Pt薄膜和模具表面之间加入一层Cr薄膜,如图3.采用相同的加热条件进行了热成形实验,并对成形后镜片进行顶部多点测试.结果表明,成形后模具表面采用50nm/5nm结构Pt/Cr膜的分离膜没有出现大面积脱落的情况,即Cr间隔层的引入起到了增强Pt层与模具表面粘附性的作用,但是成形后镜片表面出现了明显的杂质污染情况.图5(a)为成形后镜片表面WYKO

粗糙度检测结果,图5(b)为光学显微镜500倍镜头下表面形貌图.



(a) Optical profilometer test result(50×) of 50nm/5nm Pt/Cr sample



(b) Optical microscope test result(500×) of 50nm/5nm Pt/Cr sample

图5 50 nm/5 nm Pt/Cr 分离膜热成形实验镜片测试结果
Fig.5 Test results of the substrate surface formed on a 50 nm/5 nm Pt/Cr coated mould

对比镜片表面初始粗糙度,成形后镜片表面粗糙度均方根值由0.5nm增至8.96nm.镜片表面质量严重下降,从表面形貌图中可以看到镜片表面杂质颗粒密集分布.对比单层Pt分离膜实验中制得的镜片,除受Pt污染的区域外,未见如图5所示的杂质分布情况.由此推测,杂质污染是由Cr间隔层的引入造成的.所以,在保持Pt层厚度不变的情况下,通过逐渐减小Cr层的厚度可以降低或消除其对制备的镜片表面粗糙度的影响.

实验制备了三组样品,保持Pt膜层厚度为50nm,逐渐减小模具表面Cr层的厚度,分别为3.5nm、2.5nm、1.5nm,在相同的加热条件下进行了热成形实验.

图6为三组样品成形后模具表面粗糙度检测结果(测试区域:94 $\mu m \times 128 \mu m$),图中右下角标注了测试区域粗糙度值.图6(a)~(c)分别对应模具表面Cr层厚度为3.5nm、2.5nm、1.5nm的模具,粗糙度值分别为1.70nm、1.27nm、1.02nm.从测试结果中可以看到膜层表面均出现了明显的缺陷,模具表面粗糙度相比于初始状态明显增大,且随Cr层厚度的减小模具表面质量逐渐提高.

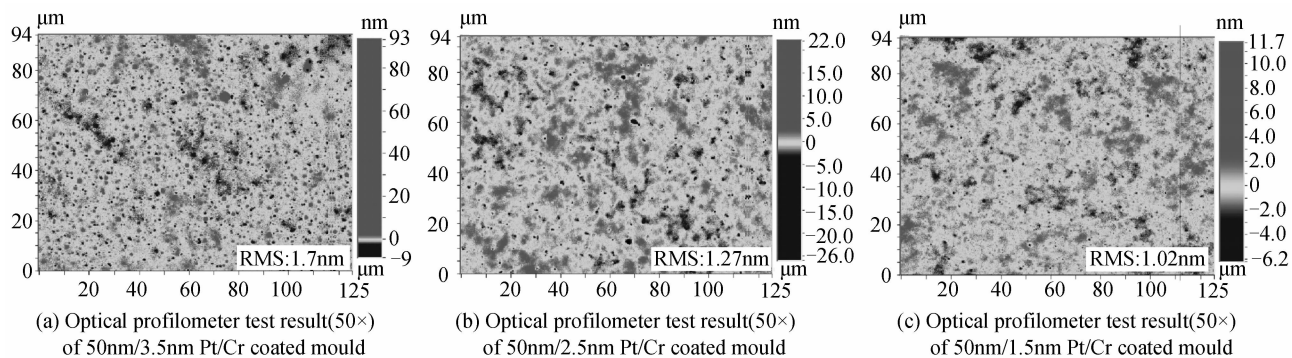


图6 Pt/Cr分离膜样品热成形后模具表面粗糙度

Fig. 6 Scan of Pt/Cr coated mandrels after thermal forming

图7为三组样品成形后镜片表面检测结果,其中图7(a)~(c)对应轮廓仪表面粗糙度检测结果,表面粗糙度分别为3.61nm、1.5nm、0.5nm,依次对应成形模具表面分离膜Cr层厚度为3.5nm、2.5nm、1.5nm。由

测试结果可知,随着Cr层厚度的减小,镜片表面粗糙度明显减小;图7(d)~(f)为光学显微镜500倍放大倍率下的镜片表面形貌,镜片表面杂质污染程度随Cr层厚度的减小明显减轻。

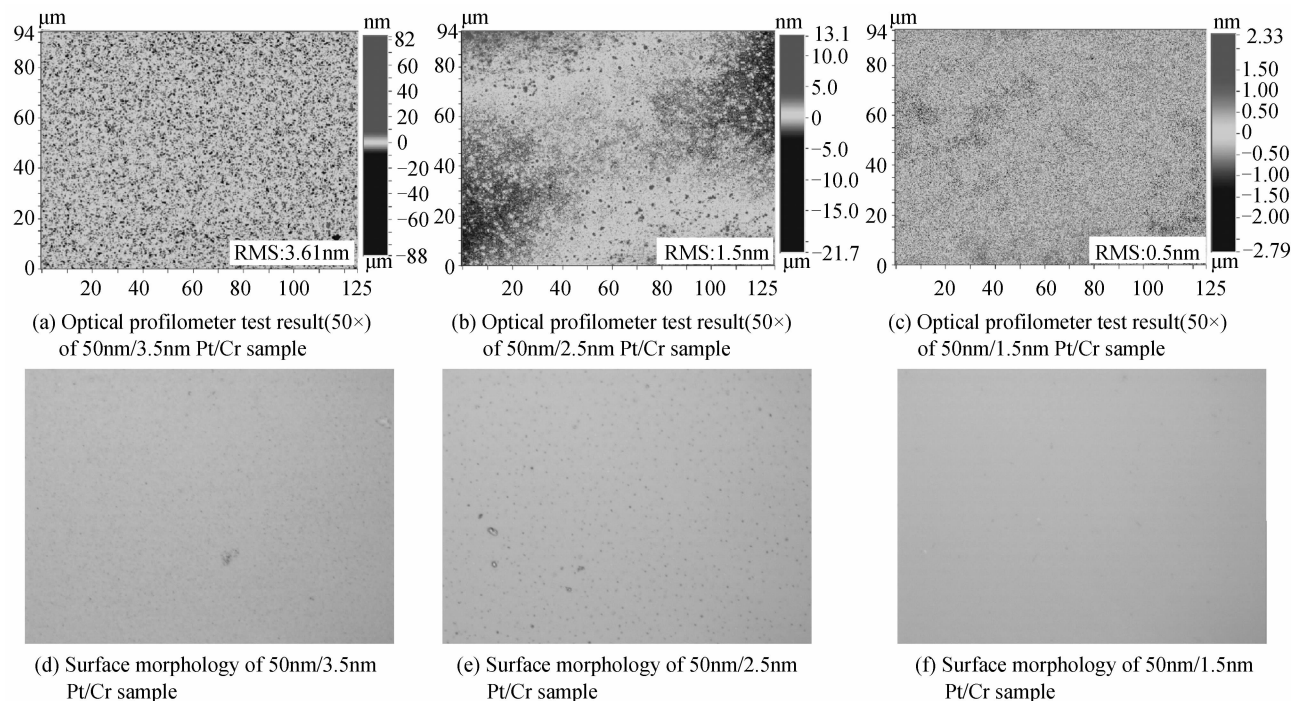


图7 Cr层厚度不同的Pt/Cr分离膜热成形镜片表面形貌

Fig. 7 Surface morphology of glass foils formed on Pt/Cr coated moulds with different thicknesses of Cr layer

三组样品均未出现Pt脱落的情况,表明当Pt层厚度为50nm时,Cr层薄膜的引入能够保证Pt在热成形过程中不发生脱落,起到了增强Pt薄膜与熔融石英基板间粘附性的作用。同时,在其他实验条件均未发生改变的前提下,随着分离层结构中Cr层厚度的减小,成形镜片工作面的表面粗糙度逐渐得到改善。当Cr层厚度为1.5nm时,成形镜片表面粗糙度为0.5nm,已经达到了硬X射线波段反射对基底表面粗糙度的要求。虽然成形后模具表面粗糙度较其初始值仍然较大,但是,在热成形过程中,镜片只是复制模具中频和低频尺度的面形(尺度大于2mm),而模具高频的粗糙度并不会被镜片复制。所以,模具表面粗糙度的增大不会影

响制备的镜片面形。

3 结论

本文研究了用于高能X射线望远镜超薄光学元件热弯成形制备法的Pt、Pt/Cr分离膜,及Cr层厚度对热成形后镜片与模具表面粗糙度的影响。结果表明,超薄反射镜基底热成形采用Pt作为分离膜材料,Cr间隔层的引入可增大Pt与熔融石英模具间的粘附性,解决了Pt膜脱落的问题。然而,Cr层的引入造成了热成形后镜片表面均布的杂质污染。通过减小Cr层的厚度降低了其对镜片表面粗糙度的影响,当Cr薄膜厚度为1.5nm时,制备的镜片表面粗糙度为0.5nm,已接近

镜片的初始表面粗糙度值,达到了 X 射线波段望远镜对光学元件表面粗糙度的要求.

参考文献

- [1] BERTI E, VOLONTERI M. Cosmological black hole spin evolution by mergers and accretion[J]. *The Astrophysical Journal*, 2008, **684**(2): 822-828.
- [2] WOLTER H. Mirror systems with grazing incidence as image-forming optics for X-rays[J]. *Annals of Physics*, 1952, **10**(6): 94-114.
- [3] RAMSEY B D. The development of focusing optics for the hard X-ray region[J]. *Advances in Space Research*, 2006, **38**(12): 2985-2988.
- [4] ASCHENBACH B. Realization of X-ray telescopes-from design to performance[J]. *Experimental Astronomy*, 2009, **26**(1-3): 95-109.
- [5] WEISSKOPF M C, TANANBAUM H D, SPEYBROECK L P, *et al.* Chandra X-ray observatory (CXO): Overview[C]. SPIE, 2000, **4012**: 2-16.
- [6] KUNIEDA H, ISHIDA M, ENDO T, *et al.* X-ray telescope onboard Astro-E: optical design and fabrication of thin foil mirrors[J]. *Applied Optics*, 2001, **40**(4): 553-564.
- [7] KOGLIN J E, CHEN C M H, CHONKO J C, *et al.* Hard X-ray Optics: from HEFT to NuSTAR[C]. SPIE, 2004, **5488**: 856-867.
- [8] ZHANG W W. Manufacture of mirror glass substrates for the NUSTAR mission[C]. SPIE, 2009, **7437**: 74370N.
- [9] ROMAINE S, RRUINI R, GORENSTEIN P, *et al.* Platinum as a release layer for thermally formed optics for IXO[C]. SPIE, 2010, **7732**: 77323T-1-6.
- [10] ZHANG W W, BOLOGNESE J, BYRON G, *et al.* Mirror technology development for the international X-ray observatory (IXO) mission[C]. SPIE, 2009, **7360**: 73600J-1-10.
- [11] PROSERPIO L. Development of the glass slumping technology for the production of the X-ray mirrors aboard the international X-ray observatory optical module[D]. Como and Varese: University of Insubria, 2011.
- [12] YANG Xiao-dong, ZHANG Jing-wen, WANG Dong, *et al.* Annealing effect on ZnO thin films grown by laser-MBE[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2008, **37**(5): 996-1000.
杨晓东, 张景文, 王东, 等. L-MBE 法生长 ZnO 薄膜的退火研究[J]. *光子学报*, 2008, **37**(5): 996-1000.
- [13] GHIGO M, BASSO S, CITTERIO O, *et al.* Hot slumping glass technology for the grazing incidence optics of future missions, with particular reference to IXO[C]. SPIE, 2010, **7732**: 77320C-1-12.
- [14] CHEN Y. Thermal forming process for precision freeform optical mirrors and micro glass optics[D]. Columbus: The Ohio State University, 2010.
- [15] GHIGO M, BASSO S, CANESTRARI R, *et al.* Hot slumping glass technology and integration process to manufacture a grazing incidence scaled prototype for the IXO telescope modules[C]. SPIE, 2009, **7437**: 74370P-1-15.
- [16] SCHOTT. D263 T eco 薄玻璃/技术细节[DB/OL]. [2013-11-06]. http://www.schott.com/advanced_optics/chinese/syn/advanced_optics/products/optical-materials/thin-glass/thin-glass-d-263-t-eco/index.html?so=china&lang=chines.