

文章编号 1004-924X(2006)05-0759-05

大尺寸轻型碳化硅质镜体的制造与材料性能测试

张 舸, 赵汝成, 赵文兴

(中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所, 吉林 长春 130033)

摘要:利用凝胶注模(gel-casting)成型工艺制备了 $\phi 620$ mm和 700 mm \times 300 mm的碳化硅(SiC)轻型反射镜素坯,经过脱模、干燥、脱脂和反应烧结等工艺,制备了反应烧结SiC(RB-SiC)镜体。镜体经过加工和测试,结果表明:制备的RB-SiC内部结构均匀致密;力学性能和热学性能优异,抗弯强度、断裂韧性和热膨胀系数分别达到了 350 MPa、 4.1 MPa \cdot m^{1/2}和 2.67×10^{-6} /K;镜体经抛光后的表面粗糙度RMS值可优于 3 nm,适合用于制备空间用大尺寸轻型反射镜。

关键词:凝胶注模;轻型反射镜;反应烧结碳化硅

中图分类号:TH703 文献标识码:A

Fabrication and test of large scale light-weight SiC mirror

ZHANG Ge, ZHAO Ru-cheng, ZHAO Wen-xing

(Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China)

Abstract: The large scale light-weight silicon carbide(SiC) mirror blanks at $\phi 620$ mm and 700 mm \times 300 mm were prepared with gel-casting method. After drying, burning out the organic elements, infiltrating carbon and reaction-sintering, the reaction-bonded SiC (RB-SiC) mirrors were fabricated. The results of ground mirrors show that the structure of RB-SiC is full solid, and the mechanical and thermal properties of RB-SiC are excellent in bending strength of 350 MPa, fracture toughness of 4.1 MPa \cdot m^{1/2} and coefficient of thermal expansion (CET) of 2.67×10^{-6} /K. The surface roughness (RMS) of the polished mirror is better than 3 nm, it is a fine material for the space-borne large scale light-weight mirror.

Key words: Gel-casting; light-weight mirror; reaction-bonded SiC

1 引言

为了提高空间遥感相机等大型光学遥感系统的分辨率,通常采用长焦距和大相对孔径的全反式或折反式光学系统,因此光学零件的口径越来

越大,质量也越来越大,同时也带来了整个系统质量的增加。随着系统质量的增加,复杂程度和发射成本也随之增加。折反式或者全反式光学系统最重要的光学零件是主反射镜,因此减小主反射镜的质量成为大型光学遥感系统设计和制造的关键^[1]。

收稿日期:2006-01-22;修订日期:2006-07-18.

基金项目:中国科学院二期创新基金资助项目。

碳化硅陶瓷作为空间用大尺寸轻型反射镜的候选材料之一,与传统的玻璃和金属等材料相比,具有非常优异的综合优势,比刚度高、热膨胀系数小、导热性能良好、可得到较好的抛光表面,而且无毒、不需特殊设备。因此国内外所研究的大型空间光学遥感仪器均将 SiC 陶瓷作为反射镜镜体的首选材料^[2-4]。

2 空间用碳化硅陶瓷的物理性能及其制备方法

表 1 是碳化硅与其他空间用反射镜候选材料

的物理性能比较。从表中可以看出,碳化硅的比刚度和导热率比玻璃材料好,接近铍,但其热膨胀系数远远小于铍,而且它的光学加工性能也非常优异,能够满足反射镜的要求。

作为反射镜材料的碳化硅陶瓷不是普通的碳化硅,而是光学级的碳化硅陶瓷,它的内部结构必须各向同性,不存在热性能或者机械性能的不均匀性,而且还能够加工出所需的光学表面。

SiC 陶瓷因制备工艺的不同可分为若干种,常用于反射镜的有热压烧结 SiC(HP-SiC)、反应烧结 SiC(RB-SiC)、常压烧结 SiC(Sintered SiC, SSiC)和化学汽相沉积 SiC(CVD-SiC)。HP-SiC 和 CVD-SiC 不易制备复杂形状的反射镜镜体;

表 1 典型反射镜材料的物理性质

Tab. 1 Properties of typical mirror materials

	密度 ρ (g/cm ³)	弹性模量 E (GPa)	泊松比 ν	热膨胀系数 α (10 ⁻⁶ /K)	导热率 K (W/m·K)	比刚度 E/ρ (GPa·g/cm ³)	表面粗糙度 RMS (nm)
ULE	2.21	67	0.17	0.015	1.3	30.3	<0.3
Zerodur	2.53	92	0.24	-0.09	1.3	36.4	—
铍(Be)	1.85	287	0.07	11.3	216	155.1	<1.0
碳化硅(RB-SiC)	3.04	340	0.14	2.4	170	111.8	>2.0
期望值	小	大	小	小	大	大	小

SSiC 的制备工艺复杂,烧结收缩率大,一般达到了 10%~15%,且所需设备十分昂贵;而反应烧结工艺能够制备大尺寸、复杂形状的 SiC 陶瓷制品,制备温度低、烧结时间短、制作成本低、所得 SiC 烧结体结构几乎完全致密,能够满足反射镜所需的机械性能、热性能和光学性能等各方面的要求。本研究制备的反射镜镜坯采用的是 RB-SiC 陶瓷制备工艺。

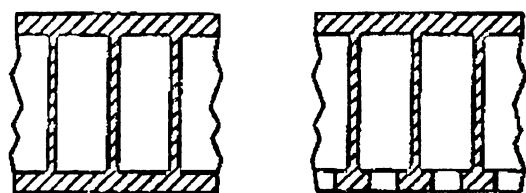
3 大尺寸轻型碳化硅质镜体的结构设计

随着空间遥感相机分辨率的不断提高,其光学元件,特别是主反射镜的口径也越来越大,因此非常有必要将镜体设计制作成轻型结构。目前通常使用的轻型结构有:底面开口结构、对称夹心结构(底面局部开口结构)和泡沫夹心结构,如图 1 所示^[5]。由于泡沫夹心结构的力学性能不够理

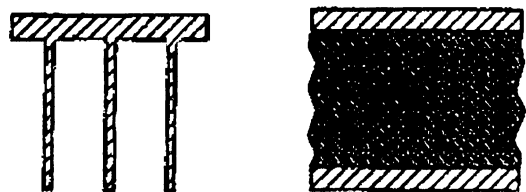
想,因此实际应用中以底面开口结构和对称夹心结构居多,而对称夹心结构的各方面性能都优于底面开口结构。由于注模阶段模具的固定以及脱模工艺的需要,本研究将 700 mm×300 mm 的长条状镜体设计制作成底面局部开口结构。

镜体素坯的制备阶段,本研究采用了类似于美国的“CERAFORM”成型技术^[6],将底面局部开口的复杂轻量化结构在注浆成型过程中一次完成。

轻型反射镜的蜂窝单元几何形状有正六边形、正四边形和三角形等几种。许多科学家也研究了这些几何形状对轻型反射镜结构强度等性能的影响,得出的结论不一^[7-8]。不过目前比较倾向的观点是蜂窝单元的几何形状对反射镜自重变形和抗弯强度的影响是相同的^[9],因此蜂窝单元的几何形状是设计者根据镜体的结构尺寸和力学计算来确定的。本研究制备的 $\phi 620$ mm 的圆形 SiC 镜体素坯和 700 mm×300 mm 的长条状 SiC 反射镜镜体采用的是三角形的轻量化蜂窝单元。



(a)对称夹心结构 (b)底面局部开口结构
(a)Sandwich (b)Half-open back



(c)底面开口结构 (d)泡沫夹心结构
(c)Open back (d)Foam sandwich

图 1 轻型反射镜结构形式

Fig. 1 Light-weight mirror structures

4 大尺寸轻型碳化硅质镜体的制备

空间用反射镜镜体在力学性能方面必须具备高度的可靠性和安全性,而陶瓷的最大缺点是断裂韧性较低,因此,选择合适的制造工艺技术确保镜体材料性能的一致性和最大限度的提高材料的断裂韧性是选择制备方法的主要因素。本研究制备大尺寸轻型碳化硅质反射镜素坯采用的是目前国际上公认的最为先进的陶瓷成型技术-凝胶注模(gel-casting)成型技术。Gel-casting 成型工艺是由美国橡树岭国家实验室的 M. A. Jenny 和 O. O. Omatete 教授等人发明的继注浆成型、注射成型之后的又一种新型的原位固化成型技术^[10]。利用 gel-casting 成型工艺制备的素坯不仅结构均匀,而且干燥、烧结收缩小,不易开裂,同时所获得的烧结体具有最佳的力学性能,是制备大尺寸复杂形状陶瓷素坯非常理想的成型方法。但是,用该工艺制作大尺寸的陶瓷部件,存在着很大的困难,主要的问题是获得高固相含量浆料和控制反应固化参数,这都需要通过大量的试验来确定。

本研究制备的大尺寸轻型碳化硅质反射镜的制作工艺流程如图 2 所示:首先将各种颗粒尺寸

的碳化硅微粉分散到由单体、分散剂等配制的预混液中,球混 6~10 h,形成均匀的 SiC 浆料;除泡后加入适量催化剂和引发剂,快速均化后立即注模,待浆料凝胶后即得到镜体素坯。经过脱模干燥后对素坯进行预烧,使其中少量的有机物碳化;为了获得更致密的陶瓷烧结体,再均匀地补充部分碳到素坯中;然后将素坯与一定比例的硅粉放置在 1 500~1 600 ℃ 高温的真空烧结炉中进行反应烧结,液态硅在毛细管力的作用下进入坯体的空隙内,一部分与少量的碳反应生成新的碳化硅,新生成的碳化硅与原碳化硅结合,另一部分填充坯体中的空隙,使 RB-SiC 的结构完全致密。预烧结后的 $\phi 620$ mm 圆形 SiC 镜体素坯和镜面经过初步光学加工后的 700 mm×300 mm 长条状 SiC 镜体如图 3、图 4 所示。

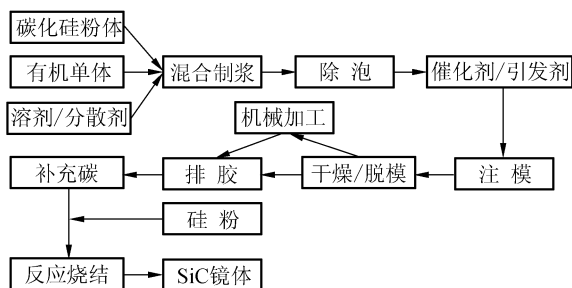


图 2 轻型 SiC 反射镜镜体制作工艺流程图

Fig. 2 Manufacturing process flow chart of SiC mirror

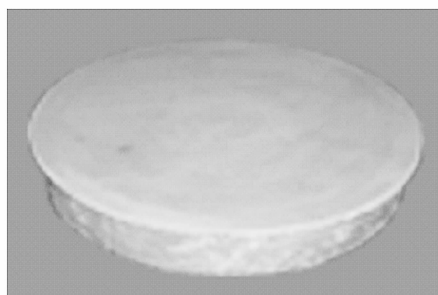


图 3 $\phi 620$ mm 轻型 SiC 镜体素坯

Fig. 3 Light-weight SiC mirror blank of $\phi 620$ mm

上述工艺经过不断地优化、改进,目前已经能够制备 $\phi 650$ mm~700 mm 的大尺寸轻型碳化硅质反射镜镜体。如果增大真空反应烧结炉的容积,可以制备并提供更大尺寸的镜体。

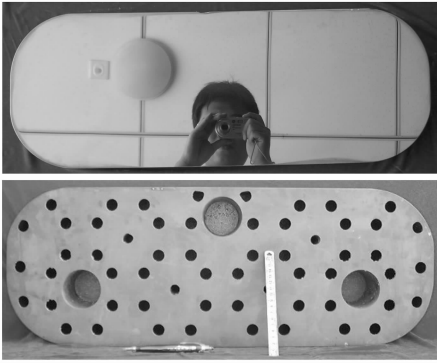


图 4 700 mm×300 mm 长条状对称夹心结构轻型 SiC 镜坯

Fig. 4 Light-weight sandwich SiC mirror of 700 mm × 300 mm

5 测试结果

图 5 为干燥后 SiC 陶瓷素坯断面的显微结构。在凝胶注模成型研究过程中,采取了合理的颗粒级配,并且通过充分的球混,获得了颗粒均匀分布的 SiC 浆料。因此从图中可以看出,原位固化后的 SiC 陶瓷素坯的微观结构非常均匀,各种尺寸的颗粒通过在预混液中的充分混合,小颗粒填充了大颗粒之间的空隙。镜体素坯的微观结构均匀、致密,充分反映了凝胶注模、原位固化的工艺特点。脱模后的坯体具有很高的强度,有利于素坯的加工和下一步工艺的进行。

图 6、图 7 分别为反应烧结后 SiC 陶瓷断面的 SEM 形貌和 XRD 衍射谱。从图 7 中可以看出 RB-SiC 陶瓷仅由硅和碳化硅两相组成,说明烧结体中没有残余碳存在,原有碳已经和硅完全反应,生成了新的碳化硅。图 5 中颜色较深的区域是素坯制备阶段加入的 SiC 颗粒,颜色较浅的区域是反应烧结阶段液态硅与坯体中的碳反应生成的新的 SiC,较亮的区域是硅。从图 6 中可以看出 SiC 颗粒分布均匀,新生成的 SiC 与原有 SiC 相互紧密结合,剩余的空隙都由硅填充,不存在残余碳和气孔,整个烧结体的结构完全致密,保证了 SiC 烧结体的各项力学性能。

对制备的 RB-SiC 陶瓷的性能进行了测试,结果如表 2 所示,各项参数均比较理想。本研究制备的 RB-SiC 密度为 3.034,由 XRD 图谱可知 RB-SiC 中仅含有硅和碳化硅两相,通过计算, SiC

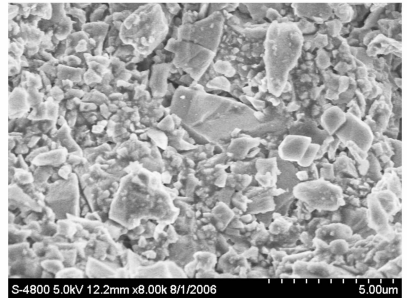


图 5 凝胶注模 SiC 陶瓷素坯断面 SEM 照片

Fig. 5 SEM micrograph of gel-casting SiC blank

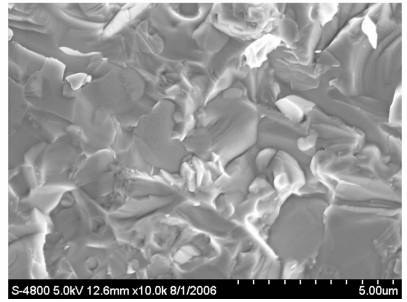


图 6 SiC 烧结体断面的 SEM 照片

Fig. 6 SEM micrograph of fracture for RB-SiC

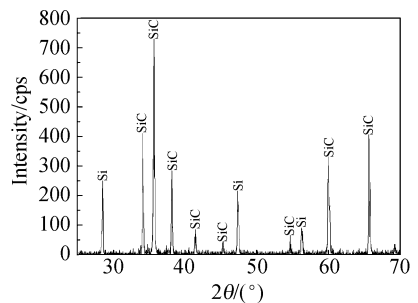


图 7 RB-SiC 的 XRD 图谱

Fig. 7 XRD patterns of RB-SiC

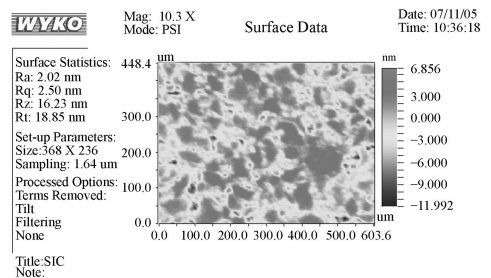


图 8 光学加工后 RB-SiC 反射镜表面粗糙度

Fig. 8 Surface roughness of RB-SiC after grinding

陶瓷中 Si、SiC 的体积百分含量分别为 20%、

80%。力学测试结果表明:弹性模量、抗弯强度和断裂韧性都相对较高,完全满足使用需求;RB-SiC 的导热率大、热膨胀系数较小,因此当环境温度变化的时候镜体不会产生太大的形变,从而保证了镜面的成像质量。

表 2 RB-SiC 各项性能测试结果

Tab. 2 Properties of RB-SiC

密度 ρ (g/cm^3)	弹性模量 E (GPa)	抗弯强度 σ (MPa)	断裂韧性 K_{IC} ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	热膨胀系数 α ($10^{-6}/\text{K}$)
RB-SiC 3.034	330	350	4.1	2.67

碳化硅陶瓷用于制备大尺寸轻型反射镜,已成为一个新的研究热点。作者认为,除用汽相沉积技术制备的产品外,凡是用碳化硅微粉制备的陶瓷,不论采用哪种工艺,质量如何精细,但用于高质量的大型光学成像系统,其承载光学反射薄膜的表面质量还是不够的,必须对其表面进行改性。根据资料介绍,一般选用与碳化硅材料的膨胀系数相同或相近的材料对加工好的镜体表面进行精细镀膜(厚膜),并对表面膜进行加工,用这层

参考文献:

- [1] 张玉娣,张长瑞,周新贵,等. SiC 基陶瓷卫星反射镜研究进展[J]. 材料导报,2002,9:37-39.
ZHANG Y D, ZHANG CH R, ZHOU X G, *et al.* Development of SiC matrix ceramic satellite mirror[J]. *Materials Review*, 2002, 9: 37-39. (in Chinese)
- [2] MARK A E, GERALD Q W. Development history and trends for reaction bonded silicon carbide mirrors[J]. *SPIE.*, 1996, 2856: 66-72.
- [3] 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.
MA W L, SHEN M Z. Weightlight SiC mirror technology[J]. *Optics and Precision Engineering*, 1999, 7(2): 8-12. (in Chinese)
- [4] 郝寅雷,赵文兴. 新型反射镜材料—碳化硅[J]. 宇航材料工艺, 2001, (4): 11-14.
HAO Y L, ZHAO W X. New mirror material of silicon carbide[J]. *Aerospace Materials & Technology*, 2001, (4): 11-14. (in Chinese)
- [5] 杨力. 先进光学制造技术[M]. 北京:科学出版社, 2001.
YANG L. *Fabricate techniques in advanced optics*[M]. Beijing: Science Press, 2001. (in Chinese)
- [6] EALEY M A, WELLMAN J A, WEAVER G. CERAFORM SiC: roadmap to 2 meters and $2\text{kg}/\text{m}^2$ areal density[J]. *SPIE.*, 1997, CR67: 53-70.
- [7] BARNES Jr W P. Hexagonal vs triangular core lightweight mirror structure[J]. *Appl. Opt.*, 1972, 11: 2748-2753.
- [8] RICHARD R M, MAALVICK A J. Elastic deformation of lightweight mirrors[J]. *Appl. Opt.*, 1973, 12: 1220-1225.
- [9] SHENG C F. Lightweight mirror structure best core shapes: A reversal of historical belief[J]. *Appl. Opt.*, 1988, 27(2): 354-359.
- [10] <http://www.ms.ornl.gov/researchgroups/process/cpg/gelpubs/Gelchap.pdf>[Z].

作者简介:张 舸(1980),男,重庆荣昌人,中国科学院长春光学精密机械与物理研究所在读博士研究生,主要从事空间用碳化硅反射镜制备方面的研究。E-mail:zhanggecomp@126.com

6 结 论

设计制作了直径为 620 mm 的圆形 SiC 镜体素坯和 700 mm × 300 mm 的长条状轻型碳化硅质反射镜镜体。通过加工和测试表明:利用凝浇注模工艺制备的碳化硅陶瓷素坯内部微观结构均匀;反应烧结 SiC 陶瓷是由 Si、SiC 两相组成的,其体积百分含量分别为 20%、80%。本研究制备的反应烧结 SiC 陶瓷力学和热学性能非常优异,刚度大、强度高、断裂韧性好、导热率大、热膨胀系数小,加工后的表面质量优良,已完全达到空间光学系统的使用要求。