

文章编号 1004-924X(2011)11-2609-09

轻型碳化硅质反射镜坯体的制造工艺

赵文兴*, 张 舸, 赵汝成, 包建勋

(中国科学院 长春光机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 130033)

摘要:研究了轻型碳化硅质反射镜坯体制造技术,讨论了制备工艺中的关键环节。提出了一种先进的消失模技术用于制备性能更加优异的背部半封闭式轻量化结构。针对制备大尺寸复杂形状陶瓷的难点,研究了 SiC 陶瓷素坯凝胶注模成型及成型过程中高固相含量低黏度 SiC 浆料的配置、浆料固化时间控制及大尺寸复杂形状 SiC 湿坯的液体干燥工艺等。测试分析了坯体烧结过程中素坯的热失重与差热曲线,制定了最佳的烧结工艺。通过对以上关键技术的研究,制备得到了不同形状与轻量化结构形式的单块轻型 SiC 坯体,最大尺寸为 1 100 mm×820 mm。

关键词:凝胶注浆成型;反应烧结碳化硅;反射镜

中图分类号:TH703 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20111911.2609

Fabrication of silicon carbide lightweight mirror blank

ZHAO Wen-xing*, ZHANG Ge, ZHAO Ru-cheng, BAO Jian-xun

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

* Corresponding author, E-mail: zhaowenxingciomp@126.com

Abstract: Fabrication techniques of lightweight silicon carbide (SiC) mirror blank were researched and the key problems in the fabricating process were discussed. An advanced lost mould method was proposed to fabricate the excellent lightweight structure with a partly open-back. In consideration of the difficulty on fabricating SiC ceramics with larger sizes and complex shapes, the gelcasting for a SiC green body was studied and the ingredient of the SiC slurry with high solid phase and low viscosity, control of slurry time and the drying processing for the wet blank in the gelcasting were discussed. Thermogravimetric and Differential Thermal Analysis TG/DTA curves for the green body were analyzed, then the best sintering process was established. By the proposed technologies, RB-SiC mirror blanks with different shapes and lightweight constructions were prepared and the largest one is 1 100 mm×820 mm.

Key words: gelcasting; Reaction Bonded(RB) SiC; mirror

收稿日期:2011-03-10;修订日期:2011-05-17.

基金项目:中科院三期创新工程资助项目(No. 074Z32JN70)

1 引言

随着空间遥感技术的不断发展,大型空间光学工程对遥感设备中的主要元件——主反射镜的性能提出了更高的要求。碳化硅(SiC)作为反射镜材料,具有非常明显的综合优势,如密度小、比刚度高、热膨胀系数小、导热系数大等。所以,人们常选择 SiC 介质作为高质量光学系统的反射镜材料,尤其是空间用大型遥感光学系统,用 SiC 作为反射镜基体材料比玻璃等其他传统材料更有优势^[1-3]。

但是,制备大尺寸复杂形状的陶瓷困难很多,特别是素坯的制备及干燥。目前世界仅有少数研究机构具备制造大尺寸 SiC 镜体的技术实力,这在很大程度上阻碍了 SiC 陶瓷在空间遥感相机上的应用。本文主要研究了 SiC 陶瓷素坯的凝胶注模成型、素坯液体干燥及反应烧结等技术内容,旨在为制备大尺寸轻型反应烧结碳化硅(RB-SiC)镜坯提供相应的技术支持。

2 光学系统反射镜对材料特性的需求

反射镜是光学系统中的主体,因此对其基体

材料性能有着严格的要求:

(1)高的机械强度可避免镜体的机械变形,因此要求材料具备尽可能高的弹性模量、比刚度及尽可能小的泊松比。

(2)良好的热性能可避免温度变化引起的热变形,所以,反射镜基体材料应具备较小的热膨胀系数和尽可能大的导热系数。

(3)可加工性。要求反射镜基体材料通过光学抛光,可获得优秀的表面粗糙度。

(4)高的化学稳定性。在加工过程中,或者长期保存在自然环境下,材料不被水汽或其他气氛侵蚀,以确保光学镜面的质量不受损害。

(5)反射镜基体材料必须具备高度的均匀性。这种均匀性包括密度、机械性质及热性质。任何一方面的不均匀性都将对反射镜的加工及使用带来严重影响。

(6)其他要求,例如低制造成本、无毒及环境友好等。

上述要求中(1)~(4)项属于材料的固有特征,碳化硅材料的机械性能和热性能均优于其他传统材料(见表 1),而第(5)项需求是靠反射镜镜体的制造工艺来实现的。

表 1 典型反射镜材料的物理性质

Tab. 1 Properties of typical mirror materials

	密度 $\rho/(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	弹性模量 E/GPa	泊松比 ν	热膨胀系数 $\alpha/(10^{-6} \cdot \text{K}^{-1})$	导热率 $\kappa(\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$	比刚度 E/ρ $(\text{GPa} \cdot \text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	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

3 轻型反射镜镜体的应用及结构

绝大多数大型空间光学遥感系统,均采用反射成像结构形式,所以需要大尺寸、高质量的反射镜。为了减轻光学系统的重量,需对所使用的反射镜镜体进行轻量化设计与加工。轻量化的结构

形式多种多样,是根据光学系统中镜体支撑方式、机械应力分析、热应力分析等复杂的计算确定的。随着科学技术的不断发展,目前许多地面大型遥感光学系统中的大型反射镜镜体正在逐步倾向使用轻型反射镜,因为使用轻型反射镜会对系统的设计及运行带来极大方便。

轻型反射镜的轻量化结构形式多种多样,但归结为两种形式,即镜体背面封闭和不封闭。镜

体背面封闭的结构由镜面、蜂窝状筋板和背部支撑板组成,类似于三明治结构,具有结构对称性,同时该结构相对于背部开放结构,在轻量化镜体的厚度和轻量化率方面都具有非常明显的优势,在具备同样的抗弯强度情况下,两者在镜体厚度方面相差约 25%。

反射镜镜体的轻量化工作主要集中在轻量化蜂窝内芯的设计与制备方面。其内芯的单元形状大多采用正六边形、四边形或三角形等。而实际上,设计者在确保最大轻量化率和最佳力学、热学性能的情况下,还要考虑反射镜的外形结构尺寸和支撑结构方式等若干因素来确定蜂窝结构单元。引入这些因素之后,轻型镜体的设计将出现若干不同形式,甚至出现不规则的蜂窝结构单元形状。图 1 为不同的轻型镜体结构。

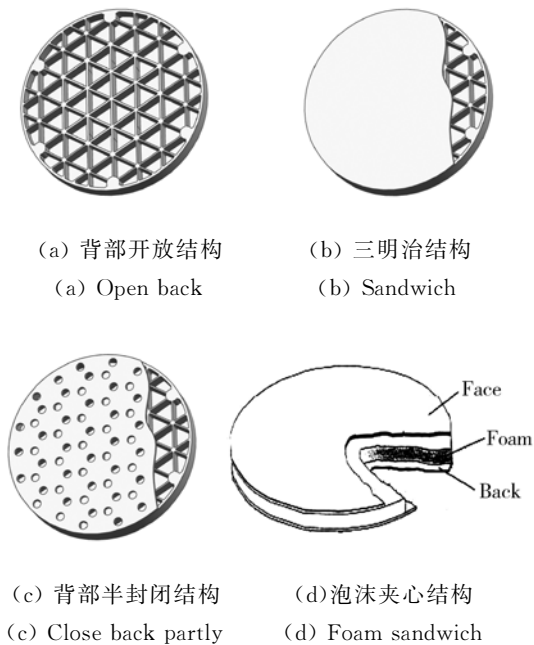


图 1 不同轻型镜体结构

Fig. 1 Structures of lightweight mirror

4 SiC 质反射镜镜体制备方法和制备工艺

SiC 是典型的共价键物质,具有优异的耐热、耐磨、抗腐蚀等特性。其制备方法有多种,简单地说将含有硅(Si)源和碳(C)源的物质共同烧结,即可合成 SiC。但是,要制备大尺寸、致密的块体产品,则需要特殊的技术与工艺。

传统的大尺寸 SiC 块体的制备技术有以下几

种,即反应烧结、再结晶烧结、常压烧结或热压烧结以及化学气相沉积技术(Chemical Vapor Deposition, CVD)。

反应烧结工艺是将 SiC 微粉与适量的碳进行成型,形成 SiC-C 坯体,加热至 1 450℃ 以上,用硅对坯体进行浸渍,坯体中的碳与硅合成新的 SiC 相,而多余空隙则由硅进行填充,形成完全致密的块体。浸渍硅的方法多采用两种工艺,一种是液相法,直接用液态硅浸渍坯体;第二种是气相法,利用硅蒸汽对坯体进行浸渍,但这种工艺会残留一定量的气孔。

再结晶烧结是将用纯 SiC 微粉成型的坯体,通过高温使部分 SiC 挥发再结晶,形成具有一定强度的坯体。这种工艺形成的材料是多孔结构,不能用于制备反射镜镜体。

常压烧结、热压烧结或热等静压烧结所需坯体均采用颗粒为 0.5 μm 左右 SiC 微粉,加入一定量硼(B)、碳(C)等辅助烧结剂,压制成型后进行高温烧结。热压和热等静压烧结是在加压的方式下烧结,烧结致密度较高,但是该工艺不能制造形状复杂的产品。常压烧结法也是在真空状态下进行高温烧结,这种工艺适合于轻型 SiC 镜体的制备,但坯体的压制、结构形式轻量化的机械加工将消耗相对较高的资源,无疑将提高产品的成本。同时从材料均匀性的方面考虑,对大型坯体而言,要想使成型坯体的各个区域做到密度完全一致是相当困难的,这必将导致烧结产品的各种物理性质的不均匀。因此,某些生产者将常压烧结产品再进行热等静压烧结,以确保材料的均匀性。

CVD 技术制备 SiC 质反射镜,是将含有硅源(SiCl₄)和碳源(C_xH_y)的气体共同导入反应炉,合成 SiC 后沉积在基板上。采用该工艺制备的镜体质量最好,但成本也最高,只有在特殊的情况下应用该技术。

综上所述,反应烧结和常压烧结技术具有明显的优势。本文根据本所空间相机研究使用的轻型 SiC 镜体的物理性能均匀性要求及所掌握的技术条件,选择了反应烧结 SiC 技术作为制备轻型反射镜的研究方向。

5 凝胶注浆成型制备轻型镜体素坯

SiC 镜体素坯制备技术是制备具有高度均匀

性镜体的关键,在考察了目前应用的各种成型技术的优缺点之后,确定采用凝胶注浆成型技术制备轻型镜体素坯。

凝胶注浆成型(Gel-casting)技术是由美国橡树岭国家实验室的 M. A. Jenney 和 O. O. Omatete 教授等人发明的新型陶瓷浆料成型技术^[4]。该技术的要点是将合理级配的陶瓷粉体分散于有机单体、交联剂及其他辅助液体配置的水基混合液体中,通过严格控制混合过程,制备出高度均匀的高固相含量、低粘度陶瓷浆料,然后加入适量的催化剂和引发剂,注入模具,在一定的条件下引发有机单体聚合形成三维网状结构,原位固定陶瓷颗粒,形成均匀的凝聚陶瓷坯体。

国内外对陶瓷坯体的凝胶注浆成型工艺的研究很多^[5],但真正用于产品综合制备的研究报道却极少。通过多年的研究,本项目组采用凝胶注浆成型技术制备得到了大尺寸轻型 SiC 陶瓷素坯。目前,可制备直径米级以上的整体轻型镜体素坯,为制备光学级轻型 SiC 质镜体创造了有力的技术基础。

5.1 凝胶注模用胶体特性

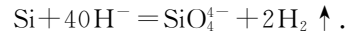
本文采用丙烯酰胺凝胶体系作为水相凝胶注浆体系^[6],由有机单体丙烯酰胺($C_2H_3CONH_2$, AM)和适量交联剂 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺($(C_2H_3CONH)_2CH_2$, MBAM)所形成的混合液体,在催化剂和引发剂的作用下形成水凝胶,这种水凝胶不溶于水,工业上常用作堵漏。同时,该凝胶体不溶于某些有机溶液,当凝胶体浸渍于这些有机溶液中时,其中的水分会逐渐扩散出去,促使凝胶体收缩而强度增加。

5.2 SiC 微粉在碱性溶液中的表现

陶瓷级 SiC 微粉是 SiC 粗颗粒采用机械破碎、气流研磨整形后得到的。这种粉体尽管经过仔细的冲洗处理,但仍存有游离硅(Si)、氧(O)、碳(C)和氧化铁(Fe_2O_3)等杂质,这些杂质将严重影响 SiC 陶瓷浆料的性能。

周龙捷^[7]等人对 SiC 微粉在浆料配置过程中的表现进行了详细的研究。由于 SiC 微粉在水溶液中的 Zeta 电位等电点呈酸性,PH 值约为 2~3。因此,该粉体只有在碱性液体中具有较好的分散效果。但在碱性条件下,当 PH 值过高时, SiC 微粉悬浮体会有气体放出,使固化后的坯体产生微气孔,严重时由于大量气体聚集膨胀,会使固化

后的坯体在干燥时沿坯体的中心面裂开,产生鼓包现象。温度愈高,这种现象愈严重。周龙捷^[8]等人通过实验证实,这是由于 SiC 微粉中的自由硅在碱性条件下水解产生 H_2 的结果。



因此,对于 SiC 微粉的凝胶注模成型所用浆料的 PH 值,固化温度及干燥温度均需进行严格的控制。

5.3 轻型反射镜镜体轻量化型腔模具的选择

轻型反射镜镜体的轻量化结构具有众多蜂窝状型腔单元,单元与单元之间仅有 3~6 mm 厚的 SiC 质筋板,这些筋板与镜面板、背板通过凝胶注浆工艺制备完成。在注浆、凝胶化过程中,型腔模具必须具有一定的强度,同时要求这些模具在凝胶注浆固化工艺完成之后,可以非常容易的除去,否则在凝胶坯体干燥过程中,将阻止坯体的收缩而导致素坯产生裂纹。因此,模具材料的选择、制作及去除是影响轻型反射镜镜体凝胶注浆成型工艺的关键因素。

SiC 粉体和单体、交联剂所组成的水相体系浆料在固化之后,可长期保存在水中而不被破坏。根据这一特点,轻量化结构蜂窝状型腔模具材料选用水溶性材料制作。通过大量实验,并考虑了制作成本、工艺等若干因素之后,选择了一种水溶性多孔有机材料作为型腔模具材

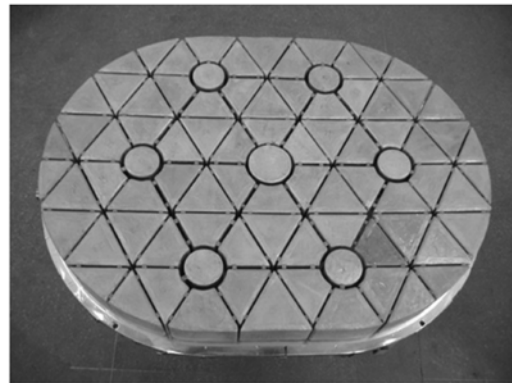


图 2 轻型结构型腔模具

Fig. 2 Lost mold of lightweight structure

料。图 2 为组装的轻型结构型腔模具。由于这种模具材料的水溶性会在注浆固化过程中吸走浆料中的水分,而且会对浆料的固化产生氧阻,影响到成型坯体的质量,因此实验过程中对型腔模具采取了保护措施。

5.4 影响凝胶注浆成型浆料配方的关键因素

凝胶注模成型的陶瓷浆料组成应具备以下特点:

(1)适量的单体(AM)与交联剂(MBAM)用量,确保凝胶成型后湿坯的强度;

(2)适量的单体(AM)与交联剂(MBAM)的比例。本研究通过大量实验,确定该比例为 6:(1~10):1 为最佳配方,此时凝胶成型湿坯的强度最佳,且又宜于干燥;

(3)浆料中应含有少量的除泡剂和增塑剂;

(4)一般注浆陶瓷坯体干燥过程是由水分在坯体表面的挥发与内部的扩散共同完成;但对于凝胶注浆成型的坯体,由于颗粒之间完全由聚丙烯酰胺所形成的水凝胶填充,水分的扩散要困难的多,因而要求干燥速率要求尽可能小。为了解决这一问题,在浆料中加入一定量表面张力极小的有机液体。这些液体可有效降低溶液的表面张力,增大水分在坯体中的扩散速度。

总之,一个完善的凝胶注浆成型浆料配方极为复杂,要考虑到多种因素的影响,并通过大量实验,最终才能获得应用于大尺寸镜体成型的较完善的配方组成。

5.5 轻量化坯体凝胶注浆成型的工艺条件

在注浆成型工艺过程中,除了均匀混料、除泡,引发剂、催化剂的加入和均化工艺程序外,最重要的控制参数是温度。温度参数的控制分两个阶段,一是浆料温度,二是凝胶化温度。

浆料温度的控制对凝胶时间的控制非常重要,实验证明,在 SiC 浆料的凝胶注浆成型过程中,加入一定量引发剂之后,即使不加入催化剂,浆料也会慢慢固化并且随着温度的升高而加快,这一现象对大尺寸镜体的成型带来巨大困难。

同时浆料温度的控制对避免浆料中 Si 的水解放气也是非常必要的,因为在除泡工艺之后,浆料中不允许再产生新的气泡。

通过大量实验,大尺寸 SiC 镜体的凝胶注浆成型过程中,浆料的温度控制在 15~18 °C 为宜。温度太低,易导致浆料粘度过大;温度过高,则会加快固化速度,失去操作时间。在加入一定量阻聚剂之后,控制浆料温度在 15~18 °C 之间,一般成型操作时间可控制在 25~35 min。

在大多数实验室研究工作中,多将注入模具中的浆料温度升高至 40~80 °C,促使其凝胶固

化。但在本研究工作中,高温凝胶固化的工艺是无法使用的,主要原因在于本研究制备的轻型镜体尺寸大、镜体厚,目前所做的镜体厚度已达到 350 mm,如果加上模具,将大于 400 mm,在这种情况下,加热固化会导致轻型镜体各个部位的不均匀凝胶固化。同时,丙烯酰胺聚合反应是一个放热过程,在这样大的坯体中,所放出的热量很难排除,如果再加热,势必会带来其他不利现象,例如,Si 的水解放气等问题。

综合上述因素,在经过大量实验工作的基础上,轻量化坯体凝胶注浆成型工艺采取低温注浆成型和低温凝胶固化,这些工作均在低温(可控)实验室内完成。

6 轻量化凝胶注浆成型坯体的干燥

凝胶注浆成型湿坯的干燥与一般注浆成型湿坯的干燥有明显的区别。例如,在用石膏做模具的注浆成型工艺中,湿坯中的大部分水分已被模具吸走,脱模时具有足够的强度,并且脱模后的湿坯已不存在明显的收缩。而凝胶注浆成型后的湿坯,其中的水分完全靠干燥工艺过程排出,同时坯体的收缩现象完全在这一过程中体现。

大尺寸轻量化结构 SiC 镜体湿坯的干燥具有一定的特殊性,因其特殊的结构形式,水分在外表面与内腔表面的挥发速率是不相同的,这必然会导致镜体内外收缩不一致,最终形成裂纹。

轻型 SiC 质反射镜镜体湿坯的组成由 SiC 微粉和丙烯酰胺(AM)、亚甲基双丙烯酰胺(MBAM)聚合反应形成的水相凝胶体组成,水相凝胶均匀的填充在微粉颗粒之间。所谓干燥,就是要排出水相凝胶中的水分,但是要使轻量化镜体湿坯的任何一个部位都均匀地排出水分是一件非常困难的事情。

通过大量实验发现,基于 AM 和 MBAM 聚合形成的水相凝胶不溶于水和某些有机液体这一特殊性质会使其水分在某些有机液体中逐渐扩散出来,同时凝胶体逐渐收缩。利用这一现象,研究发明了凝胶注浆成型 SiC 湿坯的液体干燥法。

液体干燥法通过配制含有不同浓度的有机液体水溶液,将成型湿坯放入该溶液中,操作过程是从低浓度逐渐过渡至纯有机液体,使水相凝胶中

的水分逐步扩散到液体中。这种方法可均匀地干燥轻型镜体湿坯的任何一个部位。

通过液体干燥,湿坯中的水分已大部分扩散于有机液体中,坯体的收缩已达到完全收缩的 80%~90%,但是坯体中仍有部分水分和有机液体。

液体干燥过程完成后,将坯体移入干燥箱,缓慢升温至 120 °C,保持一定时间后降温至室温。

经过液体干燥和加热干燥两个工艺过程,可获得完美无裂纹缺陷的轻型镜体素坯(见图 3),对于较大尺寸的镜体素坯,该过程需要 20 余天。

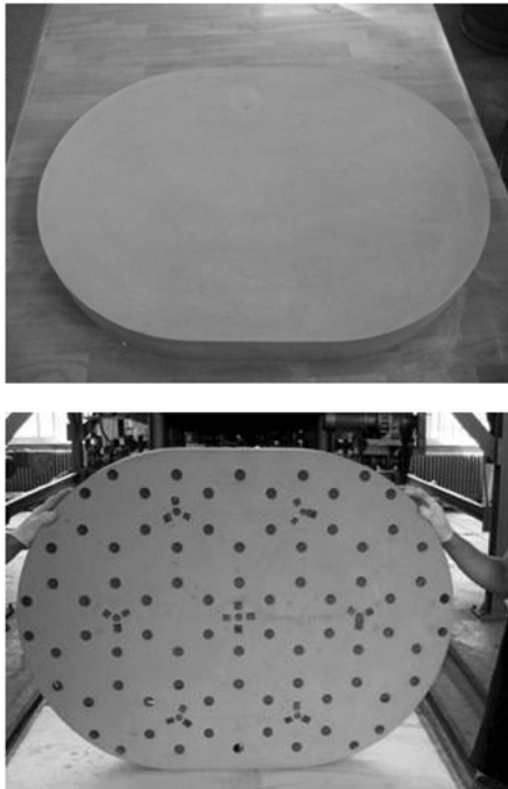


图 3 轻型 SiC 镜体素坯
Fig. 3 Lightweight SiC blank

7 轻型 SiC 质反射镜镜体烧结工艺

陶瓷烧结过程是将坯体在一定条件下进行热处理,使之发生质变成为陶瓷产品的过程。坯体在这一工艺过程中经过一系列物理-化学变化,形成了一定化学矿物组成和显微结构,同时获得了所要求的机械性能与物理性能指标。采用合理的烧结工艺制度,是获得优质产品的必要条件。烧

结工艺制度包括温度制度、气氛制度和真空压力制度等。

轻型 SiC 反射镜镜体烧结在高温真空烧结炉内完成。在烧结过程中,各种物理-化学变化,例如氧化、分解、化合、熔融、饱和蒸汽压及液体结晶的物理变化都会对产品质量产生重要影响。因此,认真研究这些变化参数,对烧结工艺的制定具有重要的意义。

7.1 素坯中聚丙烯酰胺在升温过程中的分解变化

素坯中含有 3%~5% 的聚丙烯酰胺凝胶体,这些凝胶体在烧结过程中分解并残留部分碳质。图 4 是聚丙烯酰胺的 TG/DSC 分析曲线,从图中可以看到该物质的分解温度在 300~500 °C,在这一温度范围内要充分考虑该物质分解给烧结工艺带来的影响。

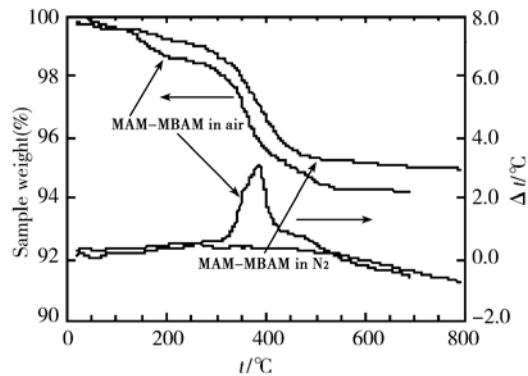


图 4 聚丙烯酰胺 TG/DSC 分析曲线
Fig. 4 TG/DSC curve of MA/MBAM

7.2 Si 的熔融与凝固对反应烧结的影响

反应烧结碳化硅(RB-SiC)产品是由 SiC 微粉颗粒与金属硅组成的复合材料,一般硅的含量在 10%~30%(体积比)。因此,硅的物理性能及在烧结工艺过程中性能变化对产品质量及烧结工艺的制定、控制具有重要的意义。

反应烧结工艺是在高温真空烧结炉中完成的,真空度的控制是烧结工艺的一个重要参数。在 1 412 °C(硅的熔点)以下,真空度的控制尽可能高,但在金属硅溶化后,必须小心控制炉内的真空度,否则大量的硅将变成蒸汽被排除炉外。图 5 表示硅的蒸汽压与温度的关系。在烧结工艺的真空度控制工艺方面,这是一组非常重要的参数。

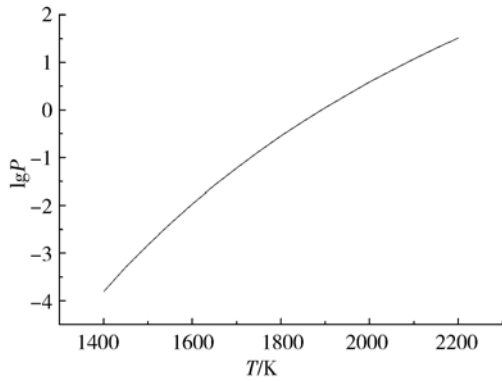


图 5 硅的饱和蒸汽压曲线

Fig. 5 Saturated pressure curve of silicon

与大多数金属在凝固时体积发生收缩不同,金属硅在凝固过程中体积发生约 10% 的膨胀(图 6)。这一特殊性在轻型反射镜镜体的反应烧结过程中,对产品的质量具有重要的影响。如果降温过快,由于硅的体积膨胀,将在 SiC 颗粒之间产生应力。降温越快,应力越大。因此,必须通过烧结工艺的调整,消除可能产生的内应力,确保轻型反射镜的质量与长期使用。

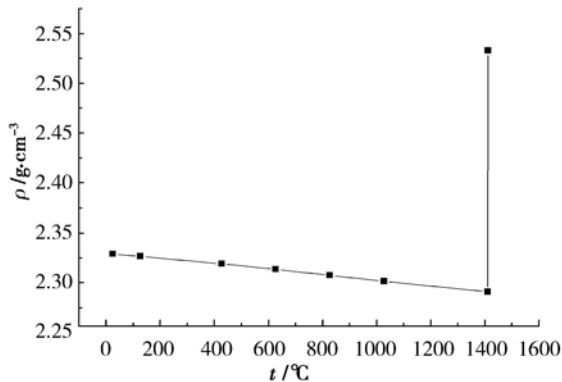


图 6 硅的密度与温度的关系

Fig. 6 Relationship of silicon density and temperature

7.3 杂质对反应烧结过程的影响

RB-SiC 材料使用的原料主要为 SiC 微粉。这些微粉含有一定量的杂质,有些杂质对烧结材料的性能不存在太大的影响,有些在烧结过程中挥发,而氧化物,尤其是 SiO₂ 的存在对反应烧结过程极其不利。

SiO₂ 的形成有多种途径。在 SiC 原料的生产、微粉的破碎、整形、加工及存放等过程中, SiC 表面会发生氧化,形成富氧的表面层。烧结过程

中,真空烧结炉的微量漏气及氧化物保温材料的放气,也会造成 SiC 颗粒的氧化。SiC 颗粒表面氧化层的存在,将会严重影响 RB-SiC 材料的性能,例如机械性能、热性能等。实验证明,氧化严重的 SiC 坯体,在反应烧结过程中,硅液不能完全浸渍入坯体中,说明硅液与二氧化硅是不浸润的,两者的结合力极弱,因此在单晶硅的生产中,一般采用石英坩埚作为容器。

二氧化硅的除去是制备 RB-SiC 镜体的关键工艺,图 7 为 SiO₂ 和碳粉(C)混合粉体的综合热分析曲线^[9],从图中可以看出, SiO₂ 和 C 的反应温度为 1 351 °C 和 1 526 °C,若两者完全反应,其温度必须高于 1 550 °C。

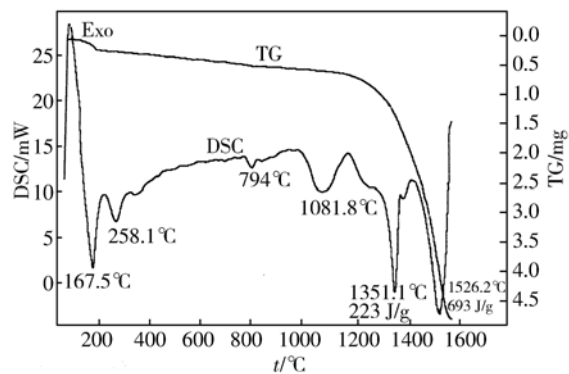


图 7 SiO₂ 和 C 混合粉体的综合热分析曲线

Fig. 7 TG/DSC curve of mixture of SiO₂ and C

7.4 反应烧结工艺的制定

在认真研究上述各种因素的前提下,制定了 SiC 质镜体的反应烧结工艺。

(1) 对镜体素坯进行预烧结。预烧结温度高于 1 650 °C,其目的是清除坯体中的有机物、SiO₂ 及其他易挥发杂质。预烧结后,对坯体进行加工,使其结构尺寸符合设计要求。

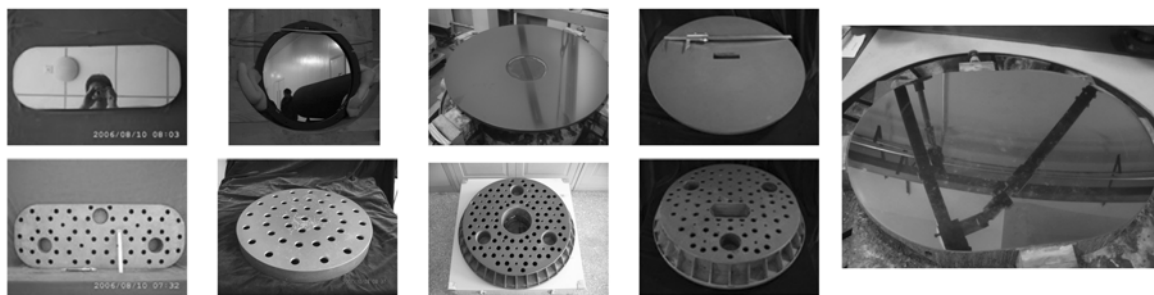
(2) 在 Si 的熔点之上,高温真空烧结炉内的真空度保持在 Si 的饱和蒸汽压之上,尽量保持 Si 的最小挥发,稳定产品质量。

(3) 降温过程中,在 Si 的熔点附近,适当调整降温速率,使镜体材料中的 Si 在体积变化时,有足够的时间进行调整。同时,在镜体装炉的方法上,采取一定的措施使镜体自身存在一定的温度梯度,这样镜体中的 Si 液就会产生定向凝固,而避免引起微观应力。

依据以上原则,制定了完整的反应烧结工艺,

并通过大量实验,确定了最佳加硅量,最高烧结温度、保温时间等重要参数,制备了各种尺寸及轻量

化结构形式的反射镜镜体(见图 8)。轻型反射镜镜体烧结工艺完成之后,还要进行后续清理工作,



(a)730 mm×270 mm (b) Φ112 mm (c)Φ624 mm (d)Φ676 mm (e)1 080 mm×820 mm

图 8 研究制备的轻型 SiC 镜体

Fig. 8 Lightweight RB-SiC mirror blanks

清除多余的 Si 及保护涂料等。

8 结 论

空间遥感光学系统研究的发展,推动了轻型

SiC 质反射镜的研究。本文在国内首先开展了光学级 SiC 反射镜镜体反应烧结制备技术的研究,经过多年的努力,已全面掌握了该技术的要点,并完成了多种轻型反射镜镜体的研制,为空间光学的发展,建立了坚实的技术基础。

参考文献:

- [1] EALEY M A, WEAVER G Q. Development history and trends for reaction bonded silicon carbide mirrors[J]. *SPIE*, 1996, 2856: 66-72.
- [2] 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 R, SHEN M ZH. Weightlight SiC mirror technology[J]. *Opt. Precision Eng.*, 1999, 7(2): 8-12. (in Chinese)
- [3] 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 & Tech-Rnology*, 2001(4): 11-14. (in Chinese)
- [4] JANNEY M A, NUNN S D, WALLS C A. Gelcasting. *The Handbook of Ceramic Engineering* [M]. New York: Marcel Dekker, Inc, 1998.
- [5] 王刚,阎逢元,石雷,等. 精密陶瓷凝胶注模成型工艺评述[J]. *材料科学与工程*, 2003, 4: 602-606.
WANG G, YAN F Y, SHI L, et al.. Review of gelcasting technology for fine ceramics[J]. *Materials Science and Engineering*, 2003, 4: 602-606. (in Chinese)
- [6] 张舸,赵汝成,赵文兴. 大尺寸轻型碳化硅质反射镜素坯的凝胶注模成型[J]. *稀有金属材料与工程*, 2008, 37(增 1): 678-681.
ZHANG G, ZHAO R CH, ZHAO W X. Gel-casting of large-scale lightweight SiC mirror blank[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2008, 37 (Suppl. 1): 678-681. (in Chinese)
- [7] 周龙捷,许兴利,黄勇,等. 水基高固相含量 SiC 悬浮体的指标和凝胶注模成型[J]. *高技术通讯*, 2000, 7: 100-103.
ZHOU L J, XU X L, HUANG Y, et al.. Preparing and gelcasting of high concentrated aqueous silicon carbide suspension[J]. *High Technology Letters*, 2000, 7: 100-103. (in Chinese)
- [8] 周龙捷,许兴利,谢志鹏,等. 含硅材料凝胶注模成型中的放气反应堆生坯显微结构的影响[J]. *材料工程*, 2000, 7: 30-33.
ZHOU L J, XU X L, XIE ZH P, et al.. Gas-discharging reaction in gelcasting of Si-containing materials and their effect on microstructure of green bodies [J]. *Journal of Materials Engineering*, 2000, 7: 30-33. (in Chinese)
- [9] 张宁,茹红强,才庆魁. SiC 粉体制备及陶瓷材料液相烧结[M]. 东北大学出版社, 2008: 42-49.

ZHANG N, RU H Q, CAI Q K. *Preparing of SiC Powder and Liquid Sintering of Ceramic Ma-*

terial[M]. Northeastern University Press, 2008: 42-49. (in Chinese)

作者简介:



赵文兴(1951—),男,山东莱州人,研究员,1977年于浙江大学获学士学位,1986年于中科院长春光学精密机械与物理研究所获博士学位,主要从事先进光学材料的研究。E-mail: zhaowenxingciomp@126.com



赵汝成(1957—),男,云南瑞丽人,高级工程师,1980年于昆明工学院获学士学位,主要从事大尺寸轻型碳化硅素坯制备方面的研究。E-mail: zhaoruchengciomp@126.com



张 舸(1980—),男,重庆荣昌人,副研究员,2003年于长春理工大学获学士学位,2008年于中科院长春光学精密机械与物理研究所获博士学位,主要从事大尺寸反应烧结碳化硅连接方面的研究。E-mail: zhanggciomp@126.com



包建勋(1984—),男,广西北海人,研究实习员,2007年、2009年于华中科技大学分别获得学士、硕士学位,主要从事铝基碳化硅复合材料制备方面的研究。E-mail: jianxun_bao@gmail.com

(本栏目编辑:曹 金)

● 下期预告

用光纤耦合法实现颗粒测量

隋国荣,程 利,陈抱雪

(上海理工大学 光电信息与计算机工程学院,上海 200093)

为了修正样品池壁散射影响以及折射率改变,提出了利用光纤耦合结构,并引入洛伦兹经典色散公式和多波长处理方法实现颗粒测试。首先介绍了全光散射法进行颗粒测试的理论,并对现有的样品池和测量手段的问题进行研究,然后提出引入洛伦兹色散公式来处理折射率的变化问题,同时结合多波长处理法,获得颗粒的平均粒径和粒径分布公式,建立目标函数并利用遗传算法进行参数反演。通过光纤端面的耦合结构构造样品池,利用光谱仪对夹在光纤端面间的待测液进行多波长扫描。最后试制了实际测试系统,通过计算机内部算法,完成颗粒测试。仿真和实验结果表明,该方法可以在折射率未知的情况下较准确地反演出颗粒的平均粒径及其粒径分布,对测量光谱加入 2% 的随机噪声,平均粒径及折射率的反演误差低于 1%,粒径分布的反演误差低于 5%。可以满足国标的均值误差和重复性误差要求。