

文章编号 1004-924X(2008)12-2497-06

空间 RB-SiC 反射镜的表面离子辅助镀硅改性技术

徐领娣^{1,2}, 郑立功¹, 范 镝¹, 张学军¹, 王加朋^{1,2}

(1. 中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所, 吉林 长春 130033;

2. 中国科学院 研究生院, 北京 100049)

摘要:针对空间相机用反射镜 RB-SiC 材料由 Si\SiC 两相结构引起的光学表面缺陷问题, 提出了表面离子辅助沉积 (IAD) 硅膜的改性新方案以优化 RB-SiC 光学表面反射率。对厚度为 $10 \pm 0.5 \mu\text{m}$ 的 IAD-Si 改性层的主要性能研究显示: IAD-Si 膜层为非结晶结构, 能够提供较好的抛光表面, 在 $77 \sim 673 \text{ K}$ 的热冲击下膜层稳定性良好。以 Si 膜的抛光机理为依据, 对 IAD-Si 改性层进行了大量抛光工艺实验和表面质量测试, 给出了关键的抛光工艺参数和实验结果。通过表面 IAD-Si 改性及本文提出的改性层超精加工技术能够在反射镜表面得到面形精度 RMS 值优于 $1/20\lambda (\lambda = 632.8 \text{ nm})$ 且表面粗糙度 RMS 值 $< 0.5 \text{ nm}$ 的超光滑表面; 与改性前相比, 反射镜改性层抛光表面在 $360 \sim 1100 \text{ nm}$ 波段的反射率提高了 4.5% 以上。

关键词: 反应烧结碳化硅; 表面改性; 离子辅助沉积硅; 表面反射率

中图分类号: TH703; O484.1 **文献标识码:** A

IAD-Si modification on RB-SiC space mirror for super-polished surface

XU Ling-di^{1,2}, ZHENG Li-gong¹, FAN Di¹, ZHANG Xue-jun¹, WANG Jia-peng^{1,2}

(1. *Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics,*
Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China;

2. *Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

Abstract: To eliminate surface limitation caused by Silicon impurity in RB-SiC space mirrors, a relatively thick Si film is deposited on well finished RB-SiC substrate by ion assisted depositing (IAD) process to provide a better polishable surface. Firstly, The process of RB-SiC surface coating is summarized, on the polishing point of view. Secondly, several properties of IAD-Si coatings were tested. Results show that the amorphous film can satisfy all requirements of RB-SiC surface coating technique. Then, polishing experiments on $10 \pm 0.5 \mu\text{m}$ thick IAD-Si layers were accomplished and testing results of surface roughness and reflectivity were given: surface roughness of the coating after polished achieved less than 0.5 nm RMS ; reflectivity of IAD-Si polished surface with reflective films increased up to 4.5% than that of RB-SiC in $360 \sim 1100 \text{ nm}$ wavelength. The results indicated that IAD-Si coating technique and the new polishing process showed an access to high quality RB-SiC space mirrors.

Key words: RB-SiC; surface coating; IAD-Si; surface reflectivity

1 引言

人类社会和科学技术的高速发展推动了空间光学系统向大口径、高度轻量化、离轴化、多谱段等方向发展,也对相机的核心部件-反射镜的材料性能及加工工艺提出了极高要求。要求反射镜的材料能够制作大口径、复杂形状的镜坯,具有高的比刚度,较强的环境稳定性及良好的加工性能;同时,反射镜工作表面的表面质量和面形精度也要高。这种情况下,新型光学材料 RB-SiC 以其优越的性能和较为成熟的制备工艺而成为目前国内外研制空间遥感器的首选材料。但是 RB-SiC 材料中的 Si 杂质使得其抛光表面的表面粗糙度较大,反射率难以得到提高,不能满足高质量光学系统尤其是紫外、极紫外等短波光学系统的要求。

为了获得 <1 nm RMS 的超光滑表面和高反射性能,需要对 RB-SiC 反射镜表面进行改性。目前国际常用的改性材料有 CVD-SiC、EBPVD-SiC、IBS-SiC、CVD-Si、EBPVD-Si 等^[1-4]。本文采用了改性层沉积新技术—离子辅助(IAD)沉积 Si,重点对 IAD-Si 改性层的性能及改性层超光滑表面加工工艺进行了研究。

2 RB-SiC 的材料特性

RB-SiC 是 20 世纪 70 年代发展起来的新型光学材料。从表 1 可以看出, RB-SiC 具有较低的热膨胀系数、较高的导热系数,比刚度仅次于铍而优于其它传统光学材料。此外,它还具有极高的化学稳定性和辐射稳定性^[5-6]。不仅如此,反应烧结技术能够较方便地制作大尺寸(1 000 mm 以上

口径)、形状复杂的轻量化 RB-SiC 反射镜净坯,轻量化程度高达 70% 以上,从而在提高了系统性能的同时有效地降低了制造和发射成本。所以,与传统光学材料相比, RB-SiC 在空间用反射镜制造领域中具有明显优势。

但是 RB-SiC 坯体在烧结过程中由于不充分反应致使坯体材料中残留有部分硅晶体,含量一般为 10%~30%^[5-8]。其中,硅的硬度较低而去除速率较快, RB-SiC 抛光表面的杂质硅被优先去除形成了许多深度 <100 nm 的表面缺陷,导致了较低的光学表面反射率。

3 RB-SiC 表面改性流程

RB-SiC 反射镜的改性工艺包括改性层的沉积工艺和改性层加工工艺。图 1 是从加工工艺角度总结的 RB-SiC 反射镜改性工艺流程图。首先,改性前的 RB-SiC 镜坯应该经过粗磨成型、细磨、抛光达到一定的面形精度及表面质量。原因是基体的表面状态对改性材料的原子集团在基体表面的附着、凝聚、成核和生长过程有很大的影响,而基底的面形精度直接影响着改性层的加工去除量。然后,在基底的抛光表面镀一层较厚的改性膜,本文选用离子辅助沉积 Si。由于在沉积过程中膜层几乎是等厚生长,工件表面的原有缺陷必然仍有体现,因此必须对改性层进行加工,以优化反射镜表面粗糙度厚度并进一步修整面形直到满足加工要求。一般来说,膜层厚度只有十几个微米左右,在加工阶段不需要对膜层进行研磨。为了提高抛光效率可以将改性层的抛光分为粗抛

表 1 RB-SiC 材料与传统反射镜材料的主要物理性能

Tab. 1 Primary characters of SiC and traditional mirror materials

material	E/ρ (GNm/g)	α ($10^{-6}/K$)	K (kW/mK)	D
RB-SiC	112	2.4	170	80
ULE	30.3	0.015	1.30	0.77
Zerodur	36.4	-0.09	1.6	0.76
Si	56.2	2.6	156	89
Be	155	11.3	216	57
F_silica	33.3	0.50	1.4	0.85

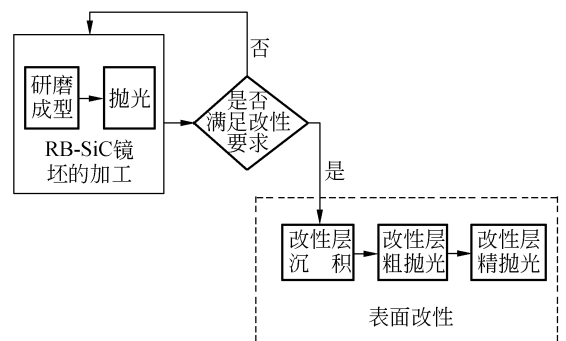


图 1 RB-SiC 反射镜改性工艺流程图

Fig. 1 Flow chart of RB-SiC surface modification technique

光和精抛光两个阶段。

众所周知,在厚度仅有微米量级的膜层上进行光学加工所采用的工艺与相应块状材料的加工有很大区别,加工难度也有所增加。抛光时易引起膜层被磨穿、表面应力加大甚至脱落等一系列问题。另外,IAD-Si 膜层的硬度较低,易出现表面划痕,所以,需要采取特殊的加工措施和参数以实现 IAD-Si 层的表面超精加工。

4 IAD-Si 改性层性能研究

选用 IAD-Si 作为改性材料,理由有三:第一,硅和碳化硅的热性能较匹配,且具有金属延展性,符合反应烧结碳化硅表面改性的基本要求;第二,离子辅助沉积工艺能够得到致密的 Si 层,具有优良的光学加工性能;第三,沉积温度较低($<600\text{ K}$),因而能够有效抑制因沉积高温带来的膜层应力。

与 CVD-SiC、EBPVD-SiC、IBS-SiC 等改性层相比,IAD-Si 具有一定的优势:(1)硅的硬度较小,对于大口径工件的小磨头抛光方式来说,可以大大缩短加工周期;(2)IAD-Si 沉积工艺无需昂贵设备,可实现大口径镜坯的表面改性。光机所已经成功制备了 1 m 口径的 IAD-Si 改性层,由于受到镀膜机腔体限制,目前镀膜反射镜的口径极限可达 2 m。但是,与 IAD-Si 改性层相比,SiC 膜层与 RB-SiC 基底的物理性能更为接近,并且化学稳定性更强。

因此,本文对 IAD-Si 膜层的微观结构、表面形貌及抗热振荡性能进行了研究,这不仅对 IAD-Si 表面加工具有指导意义,也能进一步证明 RB-SiC 反射镜表面 IAD-Si 改性技术的可行性。

4.1 XRD 测试

在 IAD-Si 薄膜的 XRD 测试图谱图 2 中,没

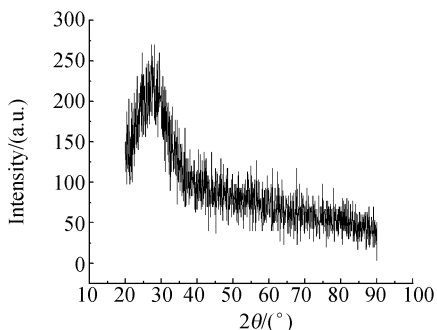


图 2 IAD-Si 膜层的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD spectrum for IAD-Si film

有出现明显的衍射峰,说明 IAD-Si 膜层为无定形结构。

4.2 改性层表面微观形貌

采用 Di3100 型原子力显微镜(AFM)对厚度为 $(10\pm 0.5)\ \mu\text{m}$ 的 IAD-Si 微观形貌进行观测,如图 3。检测时扫描范围为 $50\ \mu\text{m}\times 50\ \mu\text{m}$,数值范围为 600 nm。可以看到,改性层表面除了复制了基底的原有缺陷外,还有大量的膜层沉积过程形成的微孔,微孔的最大深度一般 $<1\ \mu\text{m}$,可以通过抛光过程去除。大量的微孔和基底缺陷构成了 IAD-Si 膜的表面缺陷层,缺陷层的厚度与基底的表面质量有直接的关系。

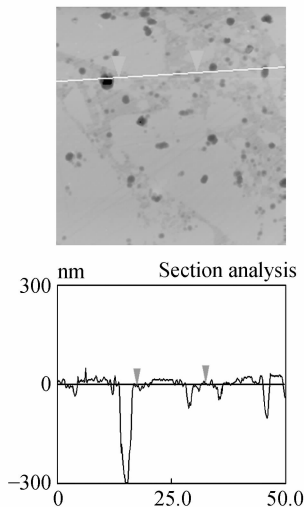
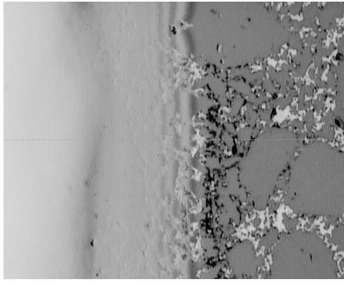


图 3 改性层抛光前的 AFM 分析图

Fig. 3 AFM section analysis of IAD-Si before polished

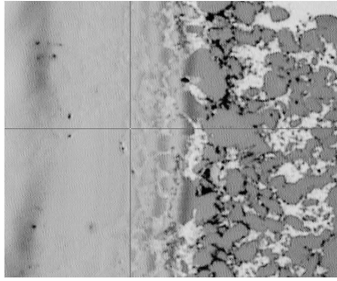
4.3 改性层抗热振荡性能测试

取一批精抛光后的 RB-SiC 平面样片,改性时对样片的右半部进行遮挡,这样在 IAD-Si 膜层和右部基底交界处形成一个台阶,在室温下(293 K)使用 500 倍电子显微镜对台阶处膜层的表面形貌进行观测。然后,对样片进行热冲击测试:将测试片放入高温炉内快速升温至 673 K,维持 2 min 后将测试片放置到液氮(77 K)中至完全冷却。如此反复 20 次,然后恢复到室温再对膜层台阶处表面形貌进行观测。图 4 即为热振荡测试前后膜层台阶处表面形貌观测图,可以看出:膜层表面状态没有发生变化,未出现剥落现象,说明 IAD-Si 膜层在 77~673 K 的温度冲击下稳定性良好。



(a) 热冲击前

(a) Before thermal shocking



(b) 热冲击后

(b) After thermal shocking

图 4 热振荡前后膜层台阶处表面形貌的电子显微镜观测图

Fig. 4 Photomicrographs of film step before and after thermal shocking

5 加工工艺实验及检测结果

5.1 基底表面加工及改性层沉积

在室温下,对一批口径为 100 mm 的 RB-SiC 镜坯进行平面加工。经过粗磨成型、细磨后,用粒径为 $0\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 的金刚石微粉和 55# 沥青抛光盘对基底进行抛光。改性前,基底表面的面形精度的 PV 值应控制在 1λ ($\lambda = 632.8\ \text{nm}$, 以下同) 以下。

采用等离子体辅助镀膜的方法在基底表面沉积一层厚度为 $10\ \mu\text{m}$ 的硅层。由前面的测试已经得知,IAD-Si 表面存在一层缺陷层。经过大量的研究得出,缺陷层的厚度与基底的表面粗糙度有很大关系。图 5 是在相同的沉积条件下基底粗糙度的 RMS 值与缺陷层厚度的关系图。其中,表面粗糙度使用 Di3100 型原子力显微镜 (AFM) 进行检测,检测时在工件表面随机选取 10 个点作

为采样点,取平均值作为基底表面的粗糙度值,扫描范围为 $20\ \mu\text{m}\times 20\ \mu\text{m}$ 。由结果得出,基底表面粗糙度的 RMS 值应 $< 5\ \text{nm}$ 。

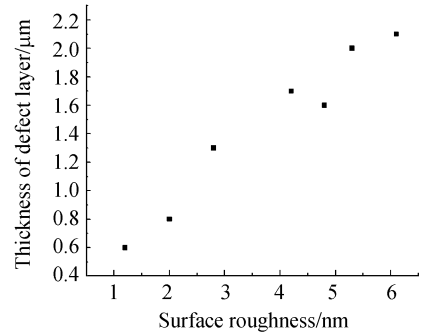


图 5 基底表面粗糙度与 IAD-Si 表面缺陷层厚度的关系

Fig. 5 Relationship between microroughness of RB-SiC substrate and thickness of defect layer

5.2 IAD-SiC 表面的抛光原理及抛光设备

IAD-Si 的抛光是一个复杂的化学-机械作用过程。

从机械去除理论讲,IAD-Si 为匀质脆性材料,其材料去除符合 Preston 假设:

$$\Delta Z(x, y) = K p(x, y) v(x, y), \quad (1)$$

其中, $\Delta Z(x, y)$ 为磨头与工件接触区域中某点单位时间内的去除量; $p(x, y)$ 、 $v(x, y)$ 分别为磨头与工件的相对压力与相对运动速度; K 为 Preston 常数。本文使用 FSGJ-2 非球面加工中心结合 CCOS 技术实现 IAD-Si 的抛光。FSGJ-2 的磨头运动方式为平转动方式,根据 Preston 方程可以推导出磨头的去除函数,也就是单位时间内作用区域光学材料去除量的分布函数为^[9]:

$$R(r) = \begin{cases} 2eKp \cos^{-1} \left(\frac{R^2 + e^2 - r^2}{2eR} \right) & r - e < R \leq r + e \\ 2\pi eKp & 0 \leq R \leq r - e \end{cases}, \quad (2)$$

从化学理论讲:改性层表面的硅原子在碱性抛光液中 OH^- 的作用下失去电子,生成硅的氧化物,反应式如下:



反应产物通过机械作用又被剥离,反应产物随抛光液带走,如此循环。

大量实验证明,抛光过程中化学腐蚀作用和机械作用必须达到平衡。若化学作用大于机械抛

光作用,则残留分布不均的碱性抛光液易与工件继续反应形成腐蚀圈(亮圈);若机械作用强,较易出现划痕和亚表面破坏层。

5.3 改性层抛光工艺及测试结果

改性层的抛光是改性技术的关键部分,在这个阶段反射镜的面形精度和表面质量都要修正到设计要求。对于超光滑表面来说,一般面形精度和表面粗糙度的 RMS 值都要达到 $\lambda/20 \sim \lambda/50$ 和 <1 nm 的最终要求。

选用有效口径为 100 mm 的 RB-SiC 平面基底。它的面形精度为 0.067λ (RMS) 和 0.921λ (PV);表面粗糙度的 RMS 值为 $1.378 \sim 3.985$ nm。如图 6 为改性前及改性层抛光后反射镜表面的 AFM 观测图,测试的扫描范围为 $10 \mu\text{m}$,数据范围为 50 nm。

粗抛光抛光阶段采取的主要抛光参数为:

(1)室温(293 ± 0.5) K 的条件下进行抛光,有利于面形快速修正。

(2)使用 55# 平面沥青抛光盘,沥青厚度为 $15 \sim 20$ mm,厚度 <10 mm 时抛光表面质量明显变坏,厚度过大不利于面形修正;磨头压强为 0.1 MPa,较低的压强不仅能够有效降低加工带来的表面应力,还能避免膜层被磨穿;

(3)选用中心粒度为 $2 \mu\text{m}$ 的 CeO_2 作为磨料。

(4)主轴转速为 200 r/min。

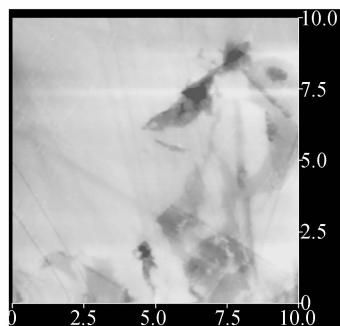
为了进一步改善表面质量,细磨阶段参数有所改变:

(1)抛光温度为(298 ± 0.5) K,较高的环境温度使沥青抛光盘硬度变小,降低了单个磨粒的切削深度从而提高了表面质量。

(2)抛光液改为中心粒度为 $0.3 \mu\text{m}$ 的氧化铝。

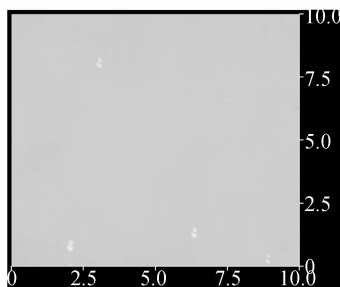
改性层精抛光后,表面粗糙度的 AFM 检测结果为 $0.388 \sim 0.471$ nm RMS,如图 6(b)。可以看到 IAD-Si 膜层具有良好的光学加工性能,抛光后膜层致密性好,不存在针孔等表面缺陷。

最后经过反复的面形干涉检测和抛光进一步修整面形,最终面形检测结果为 0.033λ (RMS) 和 0.435λ (PV)。



(a)RB-SiC 改性前抛光表面 AFM 观测图

(a) AFM picture of RB-SiC surface before coated



(b)抛光后 IAD-Si 改性层 AFM 观测图

(b) AFM picture of IAD-Si surface after polished

图 6 RB-SiC 反射镜表面改性前及改性层抛光后的 AFM 观测图

Fig. 6 AFM pictures of RB-SiC mirror before coated and after IAD-Si polished

5.4 改性前后光学表面反射率的测试

取两个 $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ 样片,分别为改性前的 RB-SiC(表面粗糙度 RMS 值为 $1 \sim 2$ nm) 和 IAD-Si(经过上述工艺抛光,表面粗糙度的 RMS 值 <0.5 nm)。同时在两个样片表面镀一层反射

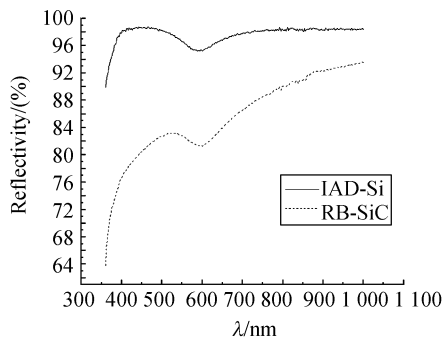


图 7 镀增反膜后 RB-SiC 与 IAD-Si 抛光表面的反射率

Fig. 7 Reflectivities of RB-SiC and IAD-Si optical surfaces with reflective films

Ag 膜和一层防护膜,然后对样片表面的反射率进行检测。检测结果如图 7。与改性前的 RB-SiC 相比,IAD-Si 抛光表面在 360~1 100 nm 波段的反射率提高了 4.5% 以上。

5.5 分析

本文提供的加工工艺能够得到面形精度和表面质量都相当高的 IAD-Si 光学表面。但是从加工效率来讲,并不是最优的。抛光工艺参数的进一步优化是将来的工作重点之一。

6 结 论

RB-SiC 是 20 世纪 70 年代发展起来的新型

优质光学材料,对其改性工艺的研究将为我国大口径、超光滑、轻型空间反射镜制造技术提供重要的技术支持。本文以离子辅助沉积的 Si 膜为改性层,从理论和检测结果证明了 RB-SiC 表面 IAD-Si 改性技术的可行性。此外,采用 CCOS 抛光技术结合文中提出的抛光工艺参数,得到了面形精度的 RMS 值优于 1/20 且表面粗糙度的 RMS 值 < 0.5 nm 的超光滑表面,其镀增反膜表面与改性前相比在 360~1 100 nm 波段的反射率提高了 4.5% 以上。

参考文献:

- [1] 周玉锋,张宇民,韩杰才,等. 硅膜制备[J]. 材料导报,2005,19(12):84-86.
ZHOU Y F, ZHANG Y M, HAB J C, *et al.*. Preparation of silicon coating [J]. *Materials Review*, 2005,19(12): 84-86. (in Chinese)
- [2] ROBICHAUD J. SiC optics for EUV, UV, and visible space missions [J]. *SPIE*, 2003,4854:39-49.
- [3] TANG H, HUANG ZH R, TAN SH H, *et al.*. PVD-SiC and PVD-Si coatings on RB-SiC for surface modification [J]. *SPIE*, 2006,6149:1-6.
- [4] JOHNSON S. SiC coatings on RB SiC mirrors for ultra-smooth surface [J]. *SPIE*, 1993,2018:237-247.
- [5] 张舸,赵汝成,赵文兴. 大尺寸轻型碳化硅质镜体的制造与材料性能测试[J]. 光学 精密工程, 2006,14(5):759-763.
ZHANG G, ZHAO R CH, ZHAO W X. Fabrication and test of large scale light-weight SiC mirror [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006,14(5):759-763. (in Chinese)
- [6] 马文礼,沈忙作. 碳化硅轻型反射镜技术[J]. 光学 精密工程, 1999,4(2):8-12.
MA W L, SHEN M Z. Weightlight SiC mirror technology[J]. *Opt. Precision Eng.*, 1999,7(2):8-12. (in Chinese)
- [7] MATTHEW M B, RAQUIN R A, RICHMOND J J. Dimensional stability of bare and coated reaction bonded silicon carbide[J]. *SPIE*, 1990,1335:60-69.
- [8] 范镛. 大口径碳化硅质反射镜数控光学加工的研究[D]. 长春:长春光学精密机械与物理研究所,2004.
FAN D. *The Study on CCOS of Large-diameter SiC Mirrors* [D]. Changchun: Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, 2004. (in Chinese)
- [9] 王权陡. 计算机控制离轴非球面制造技术研究[D]. 长春:长春光学精密机械与物理研究所,2001.
WANG Q D. *Study on Computer Controlled Manufacturing Technology of Off-axis Aspherics* [D]. Changchun: Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, 2001. (in Chinese)

作者简介:徐领娣(1980—),女,河北保定人,博士研究生,主要从事先进光学制造技术方面的研究。E-mail: xuldi@126.com

通讯作者:郑立功(1969—),男,吉林长春人,研究员,主要从事先进光学制造技术方面的研究。E-mail: ligongz@yahoo.com