

文章编号 1004-924X(2009)05-0969-06

RB-SiC 基底反射镜表面改性工艺的改进

申振峰^{1,2}, 高劲松¹, 王笑夷¹, 王彤彤¹, 陈红¹, 郑宣鸣¹

(1. 中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所 光学系统先进制造技术重点实验室, 吉林 长春 130033; 2. 中国科学院 研究生院, 北京 100049)

摘要: 为了满足空间用大口径、复杂轻量化结构 RB-SiC 基底反射镜对高性能表面质量的需求, 针对 RB-SiC 基底的特性, 提出了改进表面改性工艺的方法。采用高能量考夫曼离子源辅助, 预先对基底进行碳化和加镀 C 缓冲层, 并制备 Si 改性涂层的方法对 RB-SiC 基底进行了表面改性。测试结果表明: 与单纯霍尔离子源辅助方法相比, 该工艺方法制备的 Si 改性涂层生长得更加致密、均匀, 抛光特性良好; 改性抛光后表面粗糙度 (rms) 降低到 0.635 nm, 达到了 S-SiC 基底的水平; 改性后 RB-SiC 基底的反射率明显提高, 达到了抛光良好的微晶玻璃的水平。结果表明, 该工艺方法是提高 RB-SiC 基底表面改性效果的一种合理有效的方法。

关键词: 碳化; RB-SiC 基底; SiC 反射镜; 表面改性

中图分类号: 0484.4; TN307 **文献标识码:** A

Improvement of technological process for surface modification of RB-SiC mirror

SHEN Zhen-feng^{1,2}, GAO Jin-song¹, WANG Xiao-yi¹,
WANG Tong-tong¹, CHEN Hong¹, ZHENG Xuan-ming¹

(1. *Key Laboratory of Optical System Advanced Manufacturing Technology, 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: A improved technological process to the surface modification of a RB-SiC substrate mirror was proposed according to the material special properties of the large scale and complicated light weighted RB-SiC materials for space projects. Using a high energy Kaufman ion source for the Ion Beam Aided Deposition (IBAD), the substrate was pre-carbonized and coated by a carbon buffer layer. Then, a Si layer was coated upon the buffer layer for surface modification, and the properties of the sample were tested. In comparison to the process simply using a Hall ion source for the IBAD, the coating has a more compact and uniform structure and a better property in polishing. After surface modification, the surface roughness (rms) of the substrate is reduced to 0.635 nm which is the same as that of the S-SiC substrate, also the surface reflectance is obviously enhanced to that of the fine polished zerodur glass. The conclusion can be drawn that this technological process of surface modification for the RB-SiC mirror is quite reasonable and effective.

Key words: carbonization; RB-SiC substrate; SiC mirror; surface modification

收稿日期: 2008-07-28; 修订日期: 2008-08-22.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 60478035)

1 引言

随着航天事业的飞速发展,人们对空间光学系统性能要求越来越高,使之不可避免地向着大口径方向发展,从而大口径光学反射系统的轻量化和光学性能成为必须解决的两个焦点问题。为此,空间光学系统多采用轻量化效果最好的全反射系统,同时亦选择密度较低、适宜轻量化加工的材料^[1]。SiC 材料由于具有优异的物理特性,且很适合于轻量化处理,目前已经成为大口径空间反射镜基底的优选材料^[2-6]。但是,由于直接抛光的 SiC 基底表面光学质量不高,为此,还必须对 SiC 基底进行表面改性,即在 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涂层,覆盖住基底表面缺陷,然后再对致密涂层进行光学精密抛光,以获得较高质量的光学表面^[7-8]。

SiC 基底材料的制备方法很多,目前国内工程上常用的为反应烧结法制备的 SiC 基底(RB-SiC)和常压烧结法制备的 SiC 基底(S-SiC)。研究和实践表明,相同工艺条件下,用离子辅助制备 Si 改性涂层的方法进行改性,S-SiC 基底表面改性的效果明显好于 RB-SiC 基底^[9],改性后 S-SiC 基底表面质量已接近抛光良好的微晶玻璃,而 RB-SiC 基底则仍有一定差距。但是相比而言,RB-SiC 制备成本更低,能够做到近净尺寸成型,制备工艺的优势使其更适于制备复杂轻量化结构的大口径反射镜基底^[10-11]。因此,为满足高质量大口径空间光学系统应用需求,针对 RB-SiC 基底本身的特性,设法找到一种更佳的改性方法,以进一步提高 RB-SiC 基底表面改性的性能是势在必行的。

2 改性效果分析

基于霍尔离子源辅助,用制备 Si 改性涂层的方法进行表面改性,相同工艺条件下,S-SiC 和 RB-SiC 两种基底的改性效果并不同。相关基底改性后表面反射率测试曲线如图 1 所示(各样品表面镀制相同的 Ag 反射膜系)。从图中数据可以明显地看出,S-SiC 基底的反射率要高于 RB-SiC 基底,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。改性后两种基底表面原子力显微镜粗糙度(rms)测试结果分别为 0.640 nm(S-SiC)和 0.749 nm(RB-SiC)^[9]。以上测试结果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。

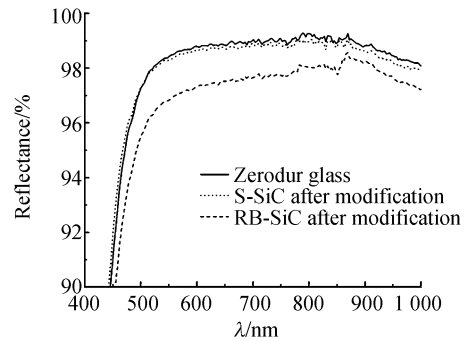
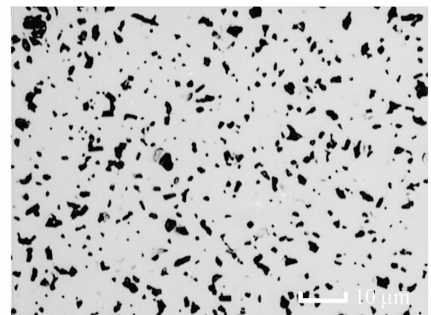
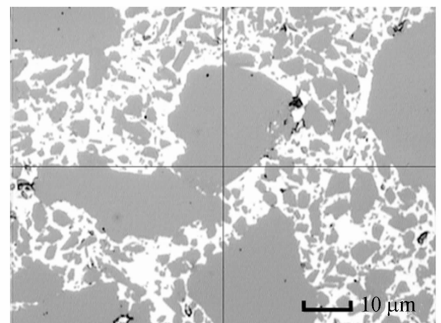


图 1 相关基底镀 Ag 膜后反射率测试曲线
Fig. 1 Reflectance of correlative substrates with Ag coating



(a) S-SiC 基底表面
(a) S-SiC substrate

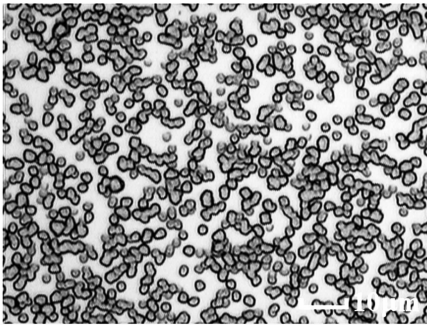


(b) RB-SiC 基底表面
(b) RB-SiC substrate

图 2 直接抛光后两种基底表面的 500 倍光学显微镜照片

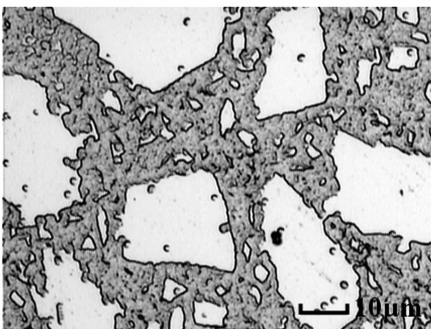
Fig. 2 500× photomicrograph of S-SiC and RB-SiC substrates after polishing directly

两种基底出现不同改性效果的原因源于其制备工艺方法的差异导致两种材料性质不同。S-SiC 制备工艺是把纯度较高的 SiC 粉和联结剂、助烧剂等均匀混合,在冷等净压下成型素坯,利用数控加工技术将素坯加工成所需要的形状,最终在 2 000 ℃左右的高温下烧结而成,其主要成份是 SiC。而 RB-SiC 的制备工艺是在陶瓷先驱体中反应活性的碳与熔融硅反应生成新的碳化硅,新的碳化硅原位结合先驱体中原有的碳化硅颗粒,多余的硅填充气孔,最终形成 100%致密的碳化硅坯体。反应烧结碳化硅通常含有 10%~30%的游离硅^[10]。图 2 所示为直接抛光后的两种基底表面的 500 倍光学显微镜照片,图 2(a)中浅色部分为 SiC,深色部分为孔洞,S-SiC 材料成份单一。图 2(b)中深色部分为 SiC 材料,浅色部分为反应过程中渗入到 SiC 材料中的单质 Si,黑色部分为 C 元素及少量的孔洞, RB-SiC 材料中包含了 SiC 和 Si 两相成份。



(a) S-SiC 镀 Si 涂层后

(a) S-SiC substrate coated by Si



(b) RB-SiC 镀 Si 涂层后

(b) RB-SiC substrate coated by Si

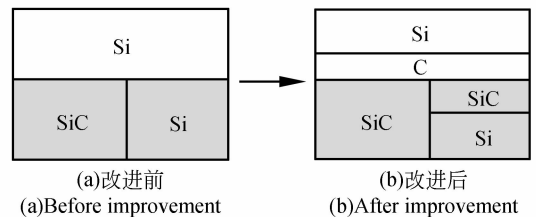
图 3 两种基底表面镀制 Si 改性涂层后的 500 倍光学显微镜照片

Fig. 3 500× photomicrograph of Si-SiC and RB-SiC substrates coated by Si

图 3 所示为用霍尔离子源辅助方法在两种基底表面镀制 Si 改性涂层后的 500 倍光学显微镜照片。从图 3(a)可见,由于 S-SiC 基底成份单一,在此之上生长的 Si 改性涂层较为均匀,没有明显的择优取向,膜层的成核密度较为均匀,各向趋于同性,因此抛光特性较好。而从 3(b)可见, RB-SiC 基底表面 Si 改性涂层的生长情况出现了择优取向,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。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上的差异。由于去除速率不同,抛光过程中很容易在两相的分界处形成台阶,使基底表面凹凸不平,造成表面缺陷^[8],而这必然影响抛光后基底表面的光学质量。这就是 RB-SiC 基底改性效果相对较差的主要原因。

3 改进试验

由前面分析可知,要想提高 RB-SiC 基底改性效果,必须设法使生长在基底表面上的 Si 改性涂层均匀生长,尽量消除择优取向,提高膜层的抛光特性,才能获得高质量的光学表面。为此,首先针对 RB-SiC 基底两相性的特点,在生长 Si 改性涂层前先把基底表面的 Si 相成份碳化成 SiC 成份,使之与原 SiC 相成份趋于一致,然后再在两相成份表面生长一层 C 缓冲层,使表面成份和特性变得单一,从而使在此基础之上生长的 Si 涂层较为均匀,无明显的择优取向。膜层结构示意图如图 4。其次,结合离子辅助手段,采用更高能量离子辅助,即用更高离子能量输出的考夫曼离子源代替以往应用的霍尔离子源(离子能量可以从



(a)改进前

(a)Before improvement

(b)改进后

(b)After improvement

图 4 方法改进前后膜层结构示意图

Fig. 4 Schematic diagrams of the coating before and after improvement

200 eV 提高到 600 eV), 可以大大提高沉积粒子的能量, 从而提高其在基底表面的迁移率, 使膜层生长得更加致密、均匀。

具体试验步骤是: 将试验用基底先用超声波清洗后装入真空室; 抽真空到 2.0×10^{-3} Pa; 加烘烤 300 °C 并恒温 30 min; 用考夫曼离子源充 Ar 气 $30 \text{ cm}^3/\text{min}$ 对基底进行离子清洗 20 min; 再将 Ar 气减为 $10 \text{ cm}^3/\text{min}$, 同时通入 CH_4 气 $20 \text{ cm}^3/\text{min}$ 对基底进行碳化并镀制 C 缓冲层, 时间为 30 min; 然后把气体改为 Ar 气 $30 \text{ cm}^3/\text{min}$, 同时用电子枪蒸发 99.995% 的纯硅镀制 Si 改性涂层, 厚度为 $10 \mu\text{m}$ 。离子源主要工作参数为阳极电压 60 V, 加速电压 260 V, 屏极电压 600 V, 离子束流 100 mA。

4 试验结果及分析

4.1 碳化

为了验证此工艺方法中用考夫曼离子源电离 CH_4 气体对 RB-SiC 基底 Si 相的碳化效果, 特选用单晶 Si 片进行了碳化试验, 试验工艺方法与前述相同。试验后用 X 射线电子能谱仪 (XPS) 对碳化后的 Si 基底表面进行了成份测试分析。图 5 所示为碳化后基底表面成份 C_{1s} 能谱测试曲线。通过拟合分析可以看出, 该 C_{1s} 能谱曲线由 3 个峰叠加而成, 其峰位分别对应 283.51 eV 的 C-Si 键能、284.79 eV 的 C-C 键能和 287.07 eV 的 C-O 键能。用灵敏度因子法算得 3 种成份的比例约为 12 : 7 : 1。测试结果表明该工艺方法使原 Si 基底表面碳化成 SiC 成份, 实现了对 Si 基底的碳化; 同时在碳化层之上还沉积了一定厚度的 C 缓

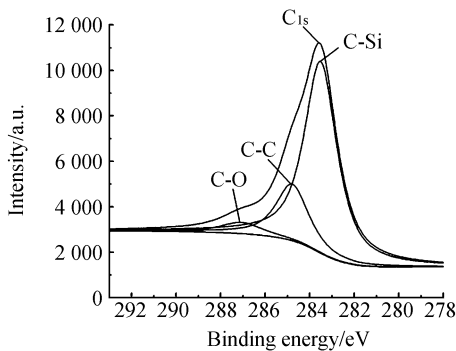


图 5 Si 基底表面碳化层 C_{1s} 能谱 XPS 测试曲线

Fig. 5 XPS spectra of C_{1s} after carbonization on Si substrate

冲层; 另外, 由于真空室中难免会混入少量的 O_2 气, 测试结果中还出现了少量的氧化物成份。

4.2 表面形貌测试

图 6 所示为采用高能量考夫曼离子源辅助并经过预先对 RB-SiC 基底碳化和镀制缓冲层后, 制备的 Si 改性膜层的 500 倍光学显微镜照片。与之前的在 RB-SiC 基底上单纯用霍尔离子源辅助制备的 Si 改性涂层的照片对比, 可以看出改进工艺后 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。这说明新工艺方法对 Si 改性涂层特性的改善是十分有效的。

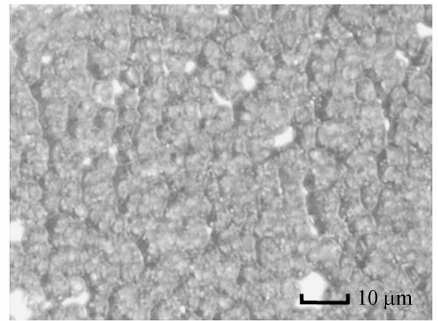


图 6 改进方法后 RB-SiC 上 Si 涂层的 500 倍显微镜照片
Fig. 6 500 \times photomicrograph of Si on RB-SiC substrate after the improvement

设法改善改性涂层性能的目的就是为了提高改性涂层的抛光特性, 从而尽量降低抛光后基底的表面粗糙度。图 7 所示为采用新方法对 RB-SiC 基底进行改性抛光后基底表面的原子力显微镜测试图 (测试面积为 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$), 其表面粗糙度 (rms) 测试结果为 0.635 nm。与前述单纯应用霍尔离子源辅助方法的改性效果相比有较大提

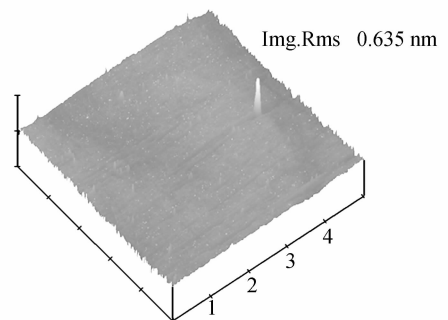


图 7 改性抛光后 RB-SiC 原子力显微镜测试图

Fig. 7 AFM 3D picture of RB-SiC after modification

高,且其改性后的效果已经与 S-SiC 基底的改性效果相当。

4.3 反射率测试

为了更好的验证改进方法后对 RB-SiC 基底的改性效果,特选择相关基底在其上镀制相同的 Ag 反射膜,并用 Lambda900 分光光度计对各基底表面进行了反射率测量,测试结果如图 8 所示。从测试曲线可以明显看出,改进方法后 RB-SiC 基底的反射率(B)与以往单纯用霍尔离子源辅助方法改性后的反射率(A)相比有明显提高,已经与改性后 S-SiC 基底的反射率相当,并且已非常接近抛光良好的微晶玻璃的水平。

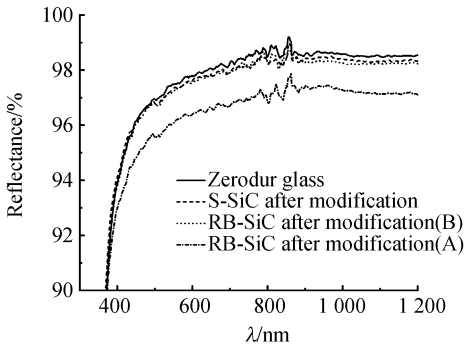


图 8 相关基底镀 Ag 膜后的反射率测试曲线

Fig. 8 Reflectance of correlative substrates with Ag coating

4.4 牢固度测试

为测试改进方法后制备的改性涂层与基底结合的牢固度,将镀制 Si 改性涂层的 RB-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,涂层均无龟裂脱落迹象。将 150 N(正拉力)施加在 5 mm×5 mm 面积(5.88×10^6 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 改性涂层抗热震性能优良,与基底结合牢固,能够满足应用需求。

5 结 论

为提高 RB-SiC 基底反射镜表面改性的效果,针对其材料自身的特点,采用高能考夫曼离子源辅助,并预先对基底进行碳化和加镀 C 缓冲层的方法,镀制 Si 改性涂层进行了表面改性。由于把 RB-SiC 表层的 Si 相成份碳化成 SiC,使其与基底表面原有的 SiC 成份趋于同相,然后在二者之上生长一层 C 缓冲层作为过渡,使生长 Si 膜前基底表面趋于同性,尽量避免由于基底表面成份不同而造成 Si 膜生长情况不同的影响。同时,由于应用考夫曼离子源辅助,大幅提高辅助离子的能量,提高了沉积粒子在基底表面的迁移率,从而减小了薄膜生长各向异性的趋势,使膜层生长得更加均匀致密。由于以上措施的引入,改善了 Si 涂层的生长情况,提高了其抛光特性,使其经过光学抛光后可以更加容易地获得高质量的光学表面。测试结果表明,与以往霍尔离子源辅助方法相比,经此工艺方法改性后的 RB-SiC 基底表面质量获得较大提升,说明此方法是提高 RB-SiC 基底表面改性性能的一种合理有效的方法。

参考文献:

[1] 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.
YANG B X. Research of SiC reflection mirror for space camera[J]. *Spacecraft Recovery & Remote Sensing*, 2003,24(1):15-18. (in Chinese)

[2] IWONA A P, ISAAC G. Developing SiC for optical system applications[J]. *SPIE*, 2004, 5524:14-20.

[3] RON E, JAMES R C, COLBY A F J, et al.. Cryogenic performance of a lightweight Silicon Carbide mirror[J]. *SPIE*, 2005,5868Q:1-8.

[4] NOBORU E, DAI Y T, HIROAKI E, et al.. Development of SiC ultra light mirror for large space tele-

scope and for extremely huge ground based telescope [J]. *SPIE*, 2003,4842:329-334.

[5] 牛海燕,张学军. Φ124 mm 口径碳化硅质非球面镜面数控研抛技术研究[J]. 光学精密工程, 2006,14(4):539-544.
NIU H Y, ZHANG X J. Research on computer controlled polishing technology of Φ124 mm aspheric reaction-burned silicon carbide mirror[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006,14(4):539-544. (in Chinese)

[6] 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)
- [7] MATTHEW B M, ROGER A P, JAMES J R. Dimensional stability of bare and coated reaction bonded silicon carbide[J]. *SPIE*, 1990, 1335: 60-68.
- [8] 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.
CHEN H, GAO J S, SONG Q, *et al.*. Si modified coating on SiC substrate by ion beam assisted deposition[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2008, 16(3): 381-385. (in Chinese)
- [9] 申振峰, 高劲松, 陈红, 等. 两种常用碳化硅反射镜基底表面改性的研究[J]. *光学技术*, 2009, 35(1): 21-24.
SHEN ZH F, GAO J S, CHEN H, *et al.*. Research of the surface modification for two kinds of silicon carbide mirror in common use[J]. *Optical Technique*, 2009, 35(1): 21-24. (in Chinese)
- [10] 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.
TANG Y X, ZHANG G. The development of fabrication techniques in large scale light-weighted SiC mirror blank[J]. *Optical Technique*, 2007, 33(4): 510-518. (in Chinese)
- [11] 高明辉, 刘磊, 任建岳. 空间相机反射镜碳化硅材料性能测试[J]. *光学精密工程*, 2007, 15(8): 1170-1174.
GAO M H, LIU L, REN J Y. Characteristic test of SiC for space camera's mirror[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(8): 1170-1174. (in Chinese)

作者简介:



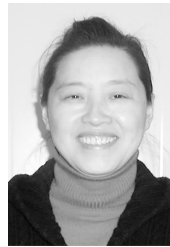
申振峰(1977—), 男, 吉林吉林人, 在读博士, 2000 年于东北师范大学获得学士学位, 现为中科院长春光学精密机械与物理研究所博士研究生, 主要从事光学薄膜理论和制备以及 SiC 表面改性方面的研究。E-mail: zf_shen@163.com.cn



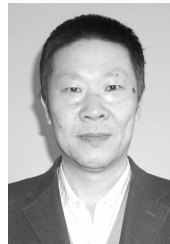
王笑夷(1977—), 男, 辽宁鞍山人, 助理研究员, 1999, 2003 年于吉林大学分别获学士学位和硕士学位, 主要从事光学薄膜理论和制备方面的研究。E-mail: wangxiaoyi1977@sina.com.cn



王彤彤(1979—), 男, 吉林长春人, 助理研究员, 2002 年于延边大学获学士学位, 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, 主要研究方向为光学薄膜的理论和制备。E-mail: wangttbox@hotmail.com



陈红(1965—), 女, 吉林长春人, 高级试验师, 2002 年于长春理工大学获学士学位, 主要从事光学薄膜理论和制备方面的研究。E-mail: chen_hong_1968@hotmail.com



郑宣鸣(1958—), 男, 四川梓潼人, 副研究员, 1982 年于吉林大学获学士学位, 主要从事光学薄膜的理论和制备方面的研究。E-mail: zhengxmciomp@126.com.cn

导师简介:



高劲松(1968—), 男, 吉林白城人, 博士, 研究员, 博士生导师, 1989 年于浙江大学获学士学位, 2005 年于中科院长春光学精密机械与物理研究所获博士学位, 主要从事光学薄膜的前沿研究以及特种光学薄膜的制备等。E-mail: gaojs@ciomp.ac.cn