

新型反射镜材料——碳化硅

郝寅雷 赵文兴 翁志成

(中国科学院长春光学精密机械与物理研究所 长春 130022)

文 摘 对几种常用反射镜材料的物理性能和工艺性能进行了比较,研究了碳化硅轻质反射镜的制作工艺,结果认为:反应烧结是实现这种材料作为反射镜材料的巨大潜力的最有效的工艺,可以实现形状复杂产品的近净尺寸成型,样品在烧结过程中无收缩;样品处理时间短;无需特殊设备,在烧结过程中无需加压;样品尺寸原则上仅受烧结炉大小的限制,制品近乎完全致密。这项研究的突破,主要依赖于反射镜成型方法及反射镜面光学加工的研究进展。最后简述了美国和俄罗斯在这方面的研究进展。

关键词 碳化硅,轻量化,反射镜

New Mirror Material of Silicon Carbide

Hao Yinlei Zhao Wenxing Weng Zhicheng

(Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences Changchun 130022)

Abstract Physical and processing properties of several kinds of general mirror materials are compared, and on this basis manufacturing process of silicon carbide light weight mirror is reviewed. Analysis indicates that reactive sintering of the silicon carbide is one of the most effective technique to make the mirrors. It is characterized by nearly clean dimension molding of profiled products, no shrinking when sintering, short treating time, requiring no specific facilities, no additional pressuring when sintering and almost complete compact products with dimensions only limited by sintering furnace. Moreover development of this field in US and Russia is briefly presented.

Key words Silicon carbide, Lightweight, Mirror

1 前言

随着科学技术的迅猛发展,一些先进的光学系统,如侦察系统、气象观测系统等,对系统本身的反射镜性能提出了越来越高的要求^[1~11]。从材料学的角度,为保证反射镜在工作和加工条件下的结构稳定性,并考虑到对空间光学系统轻量化的要求,对反射镜材料提出以下物理性能指标:低密度、高弹性模量、低热膨胀系数、高热导率、无热应力、均匀的线膨胀系数、热性能、机械性能应各向同性。在工艺性方面,要求反射镜材料能通过合适的方法,以较低的成本制成实用的具有轻量化结构的反射镜。

在传统光学材料(如玻璃)不再能满足这些要求的情况下,研究者们便开始寻求新的反射镜材料。

碳化硅作为反射镜材料的研究大约开始于20世纪70年代^[12,13],经过20多年的研究与开发,这种材料以其优异的物理性能和良好的工艺性能逐渐发展成为一种具有广阔应用前景的新型反射镜材料。

2 碳化硅材料的性能

2.1 物理性能

表1给出了几种反射镜材料的物理性能和力学性能^[14],从中可以看出:就比刚度和热稳定性而言,铍和碳化硅远优于其它材料。

收稿日期:2000-06-28

郝寅雷,1974年出生,博士研究生,主要从事光学材料方面的研究工作

表1 几种反射镜材料的性能比较*

Tab.1 Room temperature properties of candidate mirror materials

反射镜材料	密度 / g cm^{-3}	杨氏模量 / GPa	泊松比	线膨胀系数 / 10^{-6}K^{-1}	线膨胀系数 / 均匀性	热导率/ $\text{W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$	比热容 C_p / $\text{J} \cdot (\text{K} \cdot \text{kg})^{-1}$	设计 应力 / MPa	比模量 $E \cdot^{-1}$ / $\text{kN} \cdot \text{m} \cdot \text{g}^{-1}$	比强度 \cdot^{-1} $\text{Nm} \cdot \text{g}^{-1}$	热梯度 $\text{K} \cdot^{-1}$ $\text{MW} \cdot \text{m}^{-1}$	热应力 $\text{K} \cdot (E)^{-1}$ $\text{NW} \cdot \text{mN}^{-1}$
Al	2.71	68.3	0.33	22.7	100	156	879	124	25	46	6.9	101
Be	1.85	303	0.07	11.4	100	216	1925	12	164	6.5	19	63
材料*	2.95	364	0.14	2.44	30	172	670	70	123	24	70	194
ULE	2.21	67.6	0.07	0.01	10	1.31	766	7	31	3.2	131	1938
期望值	低	高	低	低	低	高	低	高	高	高	高	高

*为 CERAFORM SiC。

2.2 工艺性能

(1) 传统光学材料

传统光学材料 ULE 玻璃和 Zerodur 在工艺上有其明显的不足:ULE 玻璃常因化学组成与显微结构的不均匀而使其线膨胀系数各向异性,Zerodur 的传统工艺需要相当长的工期,而且 Zerodur 内部存在热应力等等,这些都给制作工艺带来了很大困难。

(2) Be

Be 工艺性的缺点之一是毒性,为防止在加工过程中其毒性给加工人员的健康带来影响,需要采取一系列的防护措施,这就增加了制造成本;另一方面,Be 反射镜的加工、处理面积较大,尽管新近开发的 nns(near net shape) HIP 制造工艺和新的镀合金的出现大大降低了制造成本,但目前,它的制造成本仍较 SiC 高出数倍。

(3) SiC

与 Be 相比,SiC 作为反射镜材料具有明显的优势:各向同性、无毒,不需特殊的设备,而且新发展的制造工艺(如 CERAFORM SiC 技术)可以实现形状相当复杂的反射镜的近净尺寸成型,不但可以实现反射镜的轻量化,而且减少了后序加工的工作量。

3 碳化硅反射镜制备工艺

20 世纪 80 年代开始,世界上许多国家的研究者开始分别采用各自的方法试图制作碳化硅反射镜,方法多种多样,但归纳后不难发现,这些方法不外乎三类:反应烧结法、化学气相沉积法和热压(或热等静压)法。

3.1 反应烧结法^[14~25]

反应烧结是一种最为常见的反射镜制备工艺,这种工艺采用具有反应活性的液态硅浸渗含碳的反射镜预制体,硅与碳反应生成的新碳化硅原位地结合预制体中原有的碳化硅颗粒,并填充预制体中剩余的孔隙,最后得到近乎完全致密的反射镜毛坯。

3.2 化学气相沉积法^[26~30]

化学气相沉积法是在温度为 1275 ~ 1350 的反应容器内,通入一种气体或几种气体的混合气,在石墨或其它物质的基片上得到碳化硅的沉积层。

3.3 热压(或热等静压)法^[31]

热压(或热等静压)烧结的主要工艺步骤:把微米级的碳化硅粉和助烧剂以及阻止晶粒过分长大的添加剂混合后预压成预制体,然后将这种预制体用合适的封装材料封装后放入压力腔中,在合适的温度—压力—时间制度下进行烧结。

3.4 碳化硅反射镜制作工艺的比较

表 2 给出了三种反射镜制作工艺的比较结果,从中可以看出,反应烧结工艺具有以下主要优点:可以实现形状复杂产品的近净尺寸成型,原则上制品形状复杂程度仅受成型工艺限制;

样品在烧结过程中无收缩,这对其近净尺寸成型能力有利;

样品处理时间短;

无需特殊设备,在烧结过程中无需加压;

样品尺寸原则上仅受烧结炉大小的限制;

制品近乎完全致密。

表2 碳化硅反射镜制作工艺的比较

Tab. 2 Comparison among SiC mirror making methods

材料	组成	密度 / g cm ⁻³	均匀性	轻型结 构制备	设备	制品尺寸 / mm	制备温度 /	工期	成本	表面改性
HP(或 HIP) —SiC	SiC + (Y ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ 等)	~ 3.15	较差	难	热等静压设备	500	1 900	短	高	需
CVD —SiC	- SiC	3.21	好	较易	气相沉积设备	500 ~ 600	~ 1 300	长	高	可不需
RB —SiC	SiC + Si	~ 2.95	较好	易	高温真空炉	3 000	~ 1 650	短	低	需

4 研究工作进展

近 30 年来,世界各国的研究者们在这方面的研究取得了丰硕成果,制成了可以在光学工程中应用的不同尺寸的轻量化反射镜,其中以美国和俄罗斯在这方面发展最快。

4.1 美国

(1) Westinghouse Research Laboratories^[12,13]

20 世纪 70 年代中期,W. J. Choyke 等分别采用反应烧结法、化学气相沉积法和热压法制成了用于高能激光和真空紫外的碳化硅质反射镜,研究表明,反应烧结法可以用于高能激光反射镜的制备,化学气相沉积法制备的碳化硅反射镜具有高反射和低散射的特性,适合用于真空紫外反射镜。

(2) UTOS^[14~16] (United Technologies of Optical Systems)

UTOS 从 80 年代初开始从事反应烧结碳化硅反射镜制作的研究,经过十多年的努力,成功地研制出一种较为成熟的反应烧结工艺,他们称之为 CERAFORM SiC 工艺。采用这种工艺,可以制成直径达 1.2 m,表面粗糙度达 70 nm RMS,面密度达 10 kg/m² 的高度轻量化的碳化硅反射镜。

而且,成型过程中若采用逃逸型芯,可以制成具有各种不同形状的轻量化孔洞的后开或后闭的反射镜构型,并且可在反射镜上加工出耳轴结构。

(3) SSG Corporation^[17~21]

SSG 公司分别采用化学气相沉积 (CVD) 法和反应烧结法,研制出了可在工程上应用的轻量化的反射镜系统。这种反射镜系统的反射镜面及其支承结构均由碳化硅制成,从而实现了光学系统的无热设计。如用于 GOES (Geostationary Operational Environmental Satellite) 的 50 cm 轻量化扫描反射镜;20 cm 孔径的四反射镜离轴光学系统质量不足 2 kg;50 cm 宇航材料工艺 2001 年 第 4 期

孔径同轴光学系统反射镜,质量不足 16 kg,并且这些系统均通过了高低温检验。

(4) Carborundum Specialty Products^[22,23]

该公司采用反应烧结法制成了对角径 34.3 cm 的六角形轻量化反射镜,实验验证了该项技术制做反射镜的可行性、材料的加工性能及其热稳定性,并且证明了:这种反射镜制作工艺可以制作尺寸为 1 m 量级的碳化硅反射镜。

(5) Morton International/ CVD Incorporated and the University of Dayton Research Institute^[26~29] (UDRI)

他们采用化学气相沉积法制作了轻量化的碳化硅反射镜模型,并且,用计算机模拟了石墨型芯对反射镜热稳定性的影响。

(6) Cercom Corporation^[31]

该公司采用热压法制做了 50 cm × 50 cm × 50 cm 的 SiC 材料,这种材料显微结构均匀,经光学加工后,可以得到亚纳米级的表面粗糙度,并且,他们对碳化硅部件之间的粘接技术进行了研究,这为用 SiC 材料制作整个反射镜系统,实现光学系统的无热设计提供了一条思路。

4.2 俄罗斯^[24,25]

S. I. Vavilov State Optical Institute Scientific Research Institute for Space Optics

研制出了 Sicar,它是用反应烧结法制成的一种两相材料,它可以直接抛光得到 100 nm ~ 200 nm RMS 的表面粗糙度。目前,他们已经制成了直径可达 630 mm 的碳化硅反射镜,并且具有制作直径达 1 500 mm 的碳化硅反射镜的技术实力,据报道,制做直径为 3 000 mm 的碳化硅反射镜,也仅是一个资金问题。

5 结束语

碳化硅是一种具有广阔应用前景的反射镜材

料,反应烧结是实现这种材料作为反射镜材料的巨大潜力的最有效的工艺。这项研究的突破,依赖于与之相关的诸多方面研究的同时进展,我们认为,下列两个方面是必不可少的。

第一,反射镜成型方法的研究。成熟的成型方法是获得高质量反射镜的关键。显然,压制成型用于制作实际应用中的反射镜是很不理想的:其一,压制成型的坯体的均匀性很难保证;其二,制作面积较大的反射镜,它的成型所需压力也大得让我们难以满足;其三,很难用压制成型方法做出不同形状的反射镜满足不同场合的需求。另一方面,传统的注浆成型又有其自身的缺陷,那便是坯体密度在凝固方向上的梯度,而这一梯度对反射镜结构稳定性非常不利。这使得我们不得不开始考虑其它特种陶瓷的成型方法,如热压铸成型、凝胶注成型以及最新发展的直接凝固注模成型。

第二,反射镜面光学加工的研究。反应烧结碳化硅与化学气相沉积碳化硅,热压或热等静压碳化硅相比,一个最为严重的缺点就是光学加工的困难。由于反应烧结碳化硅是由 β -SiC、 α -SiC、Si 三相组成的复相陶瓷,在硬度方面,Si 与其它两相存在较大差异,这给反射镜面的光学加工带来很大困难,因而寻求一种行之有效的光学加工工艺,也是这项工作的难点之一。

参考文献

- 1 Lyubarskiv S V, Khimich Yu P. Optical mirrors made of nontraditional materials. *J. Opt. Technol.*, 1994; 61(1):61~67
- 2 Miroshnikov M M, Lyubarsky S V, Khimich Yu P. Mirrors for optical telescopes. *Opt. Eng.*, 1992; 31(4):701~710
- 3 Miroshnikov M M, Lyubarskiv S V, Khimich Yu P. Optical telescope mirrors. *Sov. J. Opt. Technol.*, 1990; 57(9):523~535
- 4 Lubarsky S V, Khimich Y P. Lightweighted mirrors for space telescope. In: SPIE 1994 Inter. Symposium on Advanced Technology Optical Telescope, 1994, Kona, Hawaii, USA
- 5 Paquin R O. Materials for mirror system: an overview. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA
- 6 Bloch J R, Drake R J. Silicon carbide makes superior mirrors. *Laser Focus World*, 1989; 25(8):97~105
- 7 齐亚范. 空间光学材料. *材料导报*, 1993; (4):39~44
- 8 柳景图, 孙益善. 一种新的光学材料—Be. *光学技*

术, 1983; (4):22~29

- 9 齐亚范. 轻型反射镜研究进展. *光学技术*, 1998; 24(3):49~52
- 10 钟景明, 付晓旭, 王零森. 光学镜体用 Be 材及其尺寸稳定性. *宇航材料工艺*, 1998; 28(3):27~30
- 11 乌崇德, 傅丹鹰, 益小苏. 空间光学遥感器的发展对先进复合材料的要求. *宇航材料工艺*, 1999; 29(4):11~15
- 12 Choyke W J, Farich R F, Hoffman R A. SiC, a new material for mirrors: 1. High power lasers; 2. VUV applications. *Appl. Opt.*, 1976; 15(9):2006~2007
- 13 Victor Rehn, Stanford J L, Baer A D, Jones V O, Choyke W J. Total integrated optical scattering in the vacuum ultraviolet: polished CVD SiC. *Appl. Opt.*, 1977; 16(5):1111~1112
- 14 Ealey M A, Weaver G Q. Developmental history and trends for reaction bonded silicon carbide mirrors. In: SPIE 1996 Inter. Symposium on Advanced Silicon Materials for Optics and Precision Structures, 1996, Denver, Colorado, USA
- 15 Ealey M A, Wellman J A. Ultralightweight silicon carbide mirror design. In: SPIE 1996 Inter. Symposium on Advanced Silicon Materials for Optics and Precision Structures, 1996, Denver, Colorado, USA
- 16 Ealey M A, Wellman J A. Polishability of CERAFORM silicon carbide. In: SPIE 1996 Inter. Symposium on Advanced Silicon Materials for Optics and Precision Structures, 1996, Denver, Colorado, USA
- 17 Anapol M I, Hadfield P. SiC lightweight telescope for advanced space applications 1. mirror technology. In: SPIE 1992 Inter. Symposium on Surveillance Technologies, 1992, Orlando, Florida, USA
- 18 Anapol M I, Hadfield P, Tucker T. SiC lightweight telescope for advanced space applications 2. structures technology. In: SPIE 1992 Inter. Symposium on Surveillance Technologies, 1992, Orlando, Florida, USA
- 19 Anapol M I, Gasheen R R. Silicon carbide lightweight telescopes for advanced space application. In: SPIE 1994 Inter. Symposium on Space Optics and Spacecraft Optics, 1994, Garmisch-Partenkirchen, FRG
- 20 Robichaud J, Anapol M I, Gardner L, Hadfield P. Ultralightweight off-axis three mirror anastigmatic SiC visible telescope. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA
- 21 Anapol M, Garder L, Tucker T, Koczor R. Lightweight 0.5m silicon carbide telescope for geo-stationary earth observatory mission. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA

(下转第 53 页)

宇航材料工艺 2001 年 第 4 期

体之间的界面结合强度,也不易产生游离态的石墨,因此,界面附近不易产生微孔,从而提高 Fe 基体对 SiC_p 的把持能力,这是该类复合材料具有优异耐磨性能的保证。

4 结论

(1) 用化学镀镍的方法可以对颗粒及短纤维表面进行改性,镀镍层的作用有二:第一,阻碍了 SiC_p/Fe 界面的过度反应以及 Si 原子向基体中的扩散;第二,镀镍层的存在,提高了增强体与金属基体之间的界面结合强度。

(2) 未镀镍 SiC_p/Fe 复合材料由于界面反应较

为严重,界面结合不好;同时,由于 Si 原子的扩散,改变了 SiC_p 周围的显微组织,使得复合材料的性能降低。镀镍 SiC_p/Fe 复合材料性能则明显优于基体合金。

参考文献

- 1 Kalogeropoulou S et al. Relationship between wettability and reactivity in Fe/SiC system. Acta. Metall. Mater., 1995; 43 (3): 907 ~ 912
- 2 Kurokawa K et al. Reactivity of sintered SiC with metal. In: Sintering '87, Elsevier Applied Science, 1987: 1 397 ~ 1 402
- 3 Terry B S et al. Assessment of the reaction of SiC powders with iron-based alloy. Journal of Mat. Sci., 1993; 28: 6 779 ~ 6 784

(上接第 14 页)

22 Tobin E, Magida M, Krim S, Kishner M. Design, fabrication and test of a meter-class reaction bonded SiC mirror. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA

23 Michel D G. Silicon carbide mirror cryogenic distortion testing. In: SPIE 1994 Inter. Symposium on Cryogenic Optical Systems and Instruments, 1994, Orlando, Florida, USA

24 Robb P, Charpentier R, Lubarsky S V, Tolstoy M N, Evsteev G V, Khimich Y P. Three mirror anastigmatic telescope with a 60-cm aperture diameter and mirror made of silicon carbide. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA

25 Petrovsky G T, Tolstoy M N, Ljubarsky S V, Khimich Y P, Robb P. A 2.7-meter-diameter silicon carbide primary mirror for the SOFIA telescope. In: SPIE 1994 Inter. Symposium on Advanced Technology Optical Telescope, 1994, Kona, Hawaii, USA

26 Pickering M A, Taylor R L, Keeley J T, Graves G A. Chemically vapor deposited silicon carbide (SiC) for optical applications. In: SPIE 1989 Inter. Symposium on Space Optical Materials and Space Qualification of Optics, 1989, Orlando, Florida, USA

27 Gøela J S, Taylor R L. Large scale fabrication of lightweight Si/SiC LIDAR mirrors. In: SPIE 1989 Inter. Symposium on Space Optical Materials and Space Qualification of Optics, 1989, Orlando, Florida, USA

28 Gøela J S, Desai H D, Taylor R L, Olson S E. Thermal stability of CVD-SiC lightweight optics. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA

29 Gøela J S, Taylor R L. Rapid fabrication of lightweight ceramic mirror via chemical vapor deposition. Appl. Phys. Lett., 1989; 54(25): 2 512 ~ 2 514

30 Keski-Kuha R A M, Osantowski J F, Leviton D B, Saha T T, Wright G A, Boucarut R A, Fleetwood C M, Madison T J. Chemical vapor deposited silicon carbide mirrors for extreme ultraviolet applications. Opt. Eng., 1997; 36(1): 157 ~ 161

31 Shih C J, Ezis A. The application of hot-pressed silicon carbide to large high-precision optical structures. In: SPIE 1995 Inter. Symposium on Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures, 1995, San Diego, California, USA