

文章编号 1004-924X(2017)增-0111-06

碳化硅反射镜镜坯分区浇注成型技术

赵汝成*, 包建勋, 曹 琪, 崔聪聪, 董斌超, 张 舸

(中国科学院 长春光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:针对镜坯分区浇注区域内交接缝的连接方式与表面处理,提出了一种分区浇注成型的技术方案,来实现大口径 SiC 反射镜镜坯成型;采用凝胶注模(Gel-casting)成型结合反应烧结 SiC(RB-SiC)技术,对 $\Phi 500$ mm 镜坯进行了分区浇注成型的研究,对模具分割的合理性,干燥后镜坯交接缝的物理性能及反应烧结后镜坯的镜面性能分别进行了验证。试验结果表明:该工艺的可行性好,干燥成型后的镜坯强度较大;经 $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温烧结得到的碳化硅镜坯,整体收缩一致,收缩率 $<1.2\%$,镜坯的密度 $\geq 3.0\text{ g/cm}^3$,微观结构分析可知:镜坯交接缝无界面存在且碳化硅反射镜镜坯的制备质量符合空间光学系统设计的要求。

关键词:碳化硅反射镜;分区浇注;镜坯成型;制造工艺

中图分类号: TP703 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20172514.0111

Partition gelation casting in RB-SiC mirror billet

ZHAO Ru-cheng*, BAO Jian-xun, CAO Qi, CUI Cong-cong, DONG Bin-chao, ZHANG Ge

(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: zhaoruchengciomp@126.com

Abstract: A method for partition casting molding to realize mirror billet molding for SiC mirror was introduced in the Thesis; aimed at joining method and surface treatment for handover seam in partition casting area of mirror billet, one kind of scientific and reasonable technology scheme was proposed; $\Phi 500$ mm mirror billet was provided with research of partition casting molding by taking advantage of Gel-casting (Gel-casting) molding combined with reactive sintering SiC (RB-SiC) technology in the Thesis. The experiment result shows that this process is very feasible, and mirror billet strength after dry molding is relatively large; in case of SiC mirror billet obtained through $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$ high-temperature sintering, whole contraction is consistent, and shrinkage factor is less than 1.2% . Density of mirror billet is not less than 3.0 g/cm^3 , and it can be known form micro-structure analysis that: There are no interfaces between handover seam of mirror billet; preparing quality for mirror billet of SiC mirror conforms to requirements of spatial optical system design.

Key words: SiC mirror; partition gel-casting; mirror billet molding; manufacturing process

收稿日期:2017-08-20;修订日期:2017-09-06.

基金项目:国家科技重大专项资助项目(No. 09793YJ092)

1 引言

随着空间遥感探测技术的发展,对地基大口径空间光学遥感探测设备的研究也正在迅速崛起,尤其在建立太空站以后,更加需要一种实时观测的手段。大型光学遥感器的光学系统多为反射式结构,光学系统的口径越大,其遥感探测器接收到的能量或分辨率就越高。因此,大口径的光学反射镜材料的重要性越来越突显,已构成了空间光学仪器及地面对空遥感探测设备的主要核心技术之一^[1]。美国国立光学天文台的 LBT 望远镜的主反射镜为 $\Phi 8.4\text{ m}$ ^[2]。

近年来,在大口径光学材料的研究与制备方面有了一个跨越式的发展,已从熔石英及微晶玻璃发展到了 SiC 陶瓷材料。国际上 SiC 陶瓷材料作为光学用反射镜始于上世纪八十年代,2006 年法国的 Boostec 公司为欧洲空间局(ESA)研制出了 $\Phi 3.5\text{ m}$ 的碳化硅反射镜,应用于 Herschel 同步轨道太空红外望远镜,镜体由 12 块子镜拼接而成,重量小于 300 kg ^[3]。国内在空间用碳化硅反射镜的研制上也取得了突破性的进展,正在研制主反射镜为 $\Phi 2.0\text{ m}$ 、 $\Phi 4.0\text{ m}$ 等量级的地基大型对空观察望远镜。

SiC 陶瓷作为一种新型的反射镜基体材料,具有硬度高、比刚度大、弹性模量大、热导率大、热膨胀系数小及热稳定性能好等优质特性,在较大的温度范围内使用时,镜体的面形变化极小,得到的图像更清晰,使用寿命较长^[4]。经轻量化设计与制造,镜体整体的轻量化率可达 72% 以上,世界空间科学技术强国均将其列为发展空间光学遥感器优先选择的反射镜材料^[5]之一。中国科学院长春光学精密机械与物理研究所采用凝胶注模(Gel-casting)成型与反应烧结 SiC(RB-SiC)技术制备大尺寸碳化硅反射镜方面,已经取得了较大的成绩,相继成功研制了单块直径为 $\Phi 1.03\text{ m}$ 、 $\Phi 1.34\text{ m}$ 、 $\Phi 1.45\text{ m}$ 、 $\Phi 1.54\text{ m}$ 、 $\Phi 2.04\text{ m}$ 、 $\Phi 2.4\text{ m}$ 、 $\Phi 3.0\text{ m}$ 及 $\Phi 4.0\text{ m}$ 等一系列大尺寸碳化硅反射镜镜坯。随着镜坯尺寸的进一步增大,制备镜坯高分子单体与交联剂的化学反应凝胶时间仍保持不变,因而一次性要完成更大尺寸碳化硅镜坯浇注成型,存在着技术上无法解决的困难。为此,针对更大尺寸的碳化硅镜坯制备的

需求,研究探索出了一种新的碳化硅镜坯成型的方法-分区浇注成型。

2 试验

试验选用潍坊新方精细微粉有限公司生产的 SiC 微粉为主要原料,颗粒级配如表 1 所示。浆料在凝胶注模(gel-casting)成型过程中使用的有机高分子材料:单体为丙烯酰胺($\text{C}_2\text{H}_3\text{CONH}_2$, AM),交联剂为 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺 $[(\text{C}_2\text{H}_3\text{CONH})_2\text{CH}_2, \text{MBAM}]$;分散剂选用四甲基氢氧化铵(TMAH),催化剂 N,N,N',N'-四甲基乙二胺(TEMED)和引发剂 $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8, \text{APS}]$;所有化学试剂均为分析纯,试验用水为去离子水。

表 1 碳化硅微粉颗粒级配

Tab. 1 SiC grain composition (%)

	粗颗粒	中颗粒	细颗粒
配比	70~60	30~20	15~10

本研究的试验方法采用凝胶注模(Gel-casting)成型结合反应烧结 SiC(RB-SiC)技术进行试验^[6];试验的结果通过以下 3 个部分进行验证。模具分割的合理性;干燥后镜坯交接缝的物理性能;反应烧结后镜坯的镜面性能特征。试验选用 $\Phi 500\text{ mm}$ 镜坯的模具,首先将模具 6 等分,如图 1 所示。 $\Phi 500\text{ mm}$ 镜坯的模具由箱体($\Phi 508\text{ mm}$)、隔板和上盖板 3 部分组成,箱体为铝材,隔板和上盖板为有机玻璃,隔板 2 块,尺寸为 $215\text{ mm} \times$

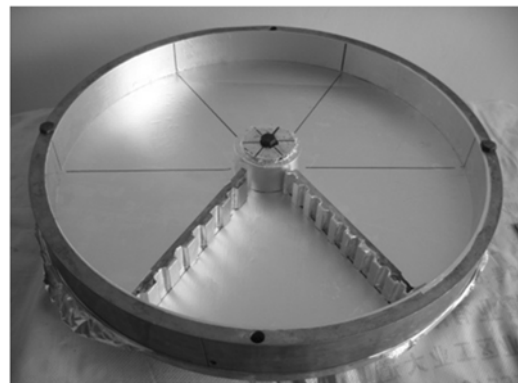


图 1 $\Phi 500\text{ mm}$ 镜坯的模具

Fig. 1 Mold of $\Phi 500\text{ mm}$ mirror blank

30 mm, 齿宽与齿距为 10 mm×10 mm 与 15 mm×15 mm 两种, 齿深为 4 mm, 试验过程中, 在隔板的齿条表面上均匀的贴上一张锡箔纸。如图 2 所示。

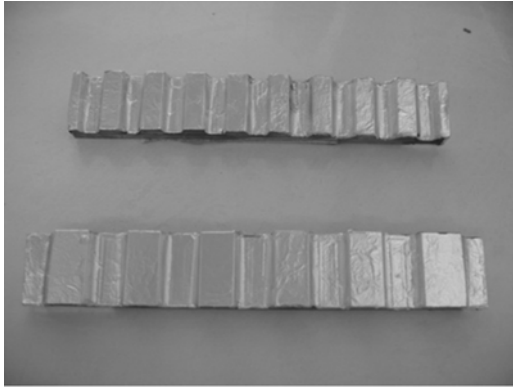


图 2 隔板的几何形状
Fig. 2 Shape of partition

分区浇注成型试验的浆料固相体积比为 67%, 浆料配制的方法与操作严格按凝胶注模 (Gel-casting) 成型的工艺条件进行, 保证试验条件的一致性。时间以 6 个工作日为一个周期进行, 一天进行一次试验。分区用的隔板须在其表

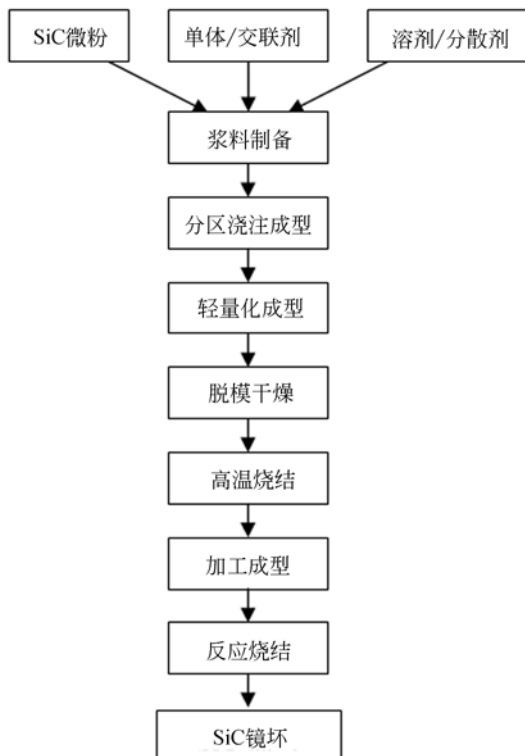
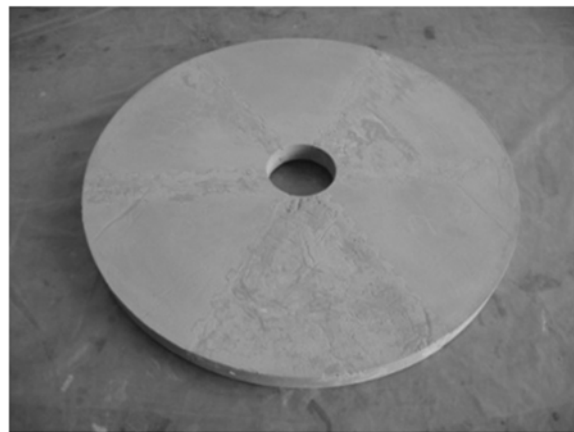


图 3 SiC 镜坯分区浇注成型工艺流程
Fig. 3 Process routine of SiC mirror blank

面覆盖一张锡箔纸, 每浇注完成一次试验后 4~6 h 让浆料完成固化, 然后可将锡箔纸拆卸下来。清洗干净后, 重新贴上一张新的锡箔纸。做好防氧化处理, 安放在第二次试验规定的分割线上, 等待第二次试验的进行。试验的顺序为: 第一块模具的试验浇注完成后, 以此为基点, 在余下的试验过程中, 向其两侧依次交替进行分区浇注镜坯成型试验, 直至完成整块镜坯的浇注成型。然后按 SiC 镜坯制备工艺流程进行 100 °C 的干燥, 即可得到一块完整的碳化硅反射镜镜坯, 即而完成分区浇注凝胶注模试验。通过 X 光射线无损探伤检测, 镜坯的 6 条连接缝啮合紧密、无裂缝, 整体的机械强度较高, 符合镜坯制备工艺的需求。Φ500 mm 镜坯的分区浇注成型工艺流程参见图 3 所示, 镜坯分区浇注成型与干燥成型见图 4 所示。



(a) 镜面
(a) Mirror surface



(b) 背板
(b) Mirror backpanel

图 4 Φ500 mm 镜坯浇注成型
Fig. 4 Mirror blank of Φ500 mm

3 试验结果及讨论

3.1 浆料黏度对分区浇注成型的影响

对于凝胶注模工艺而言,浆料的流动性是至关重要的一项技术指标,若浆料的流动性不好,则无法充分填充模具,模具中的气体无法排出,则会导致镜坯内部缺陷增多,甚至无法成型。通过 SiC 的颗粒级配,本课题组研究制备出了适合凝胶注模的浆料^[7]。图 5 为典型的 SiC 浆料流变学曲线,由图中可知,浆料黏度随着剪切速率的增加而不断降低,呈现剪切变稀特性。这种剪切变稀的浆料,在合模的过程中对模具的阻力不断降低,有利于模具内气体的排出,能够充分填充模具中细小的部位,且能够满足复杂结构的坯体制备。

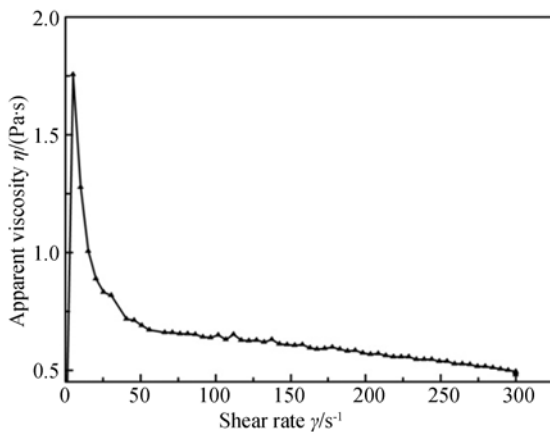


图 5 浆料的流变学曲线

Fig. 5 Rheological behavior of SiC slurry

3.2 接头处连接强度对镜坯成型的影响

应用凝胶注模(Gel-casting)成型技术对镜坯进行分区浇注成型,接头处的连接强度是关键。镜坯在高温烧结时会产生很大的应力,如果接头处的连接强度不够,应力就会在连接处释放产生裂缝,并造成镜坯制备的失败。高温预烧结后,碳坯连接试样的抗弯强度值为 24.5 MPa,与一次浇注成型的碳坯抗弯强度值 26.5 MPa 相近,由图 6 可知,采用无连接料连接得到的 SiC 连接样碳坯界面完整,无缺陷,在界面两侧近似统一的凝胶网络结构使连接样在界面附近紧密连接在一起,形成了与 SiC 碳坯相同的 SiC 颗粒啮合结构, SiC 连接样碳坯的抗弯强度因此与碳化硅碳坯的抗弯

强度接近。

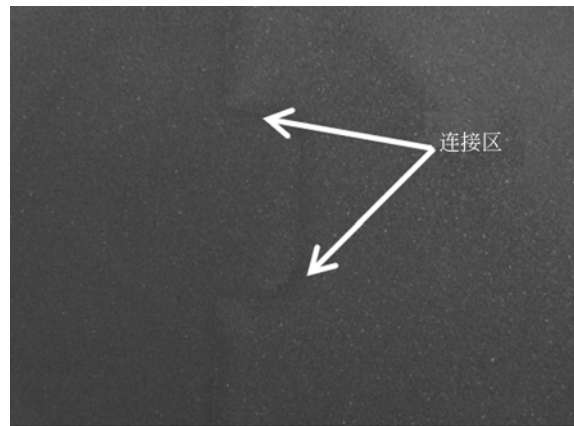
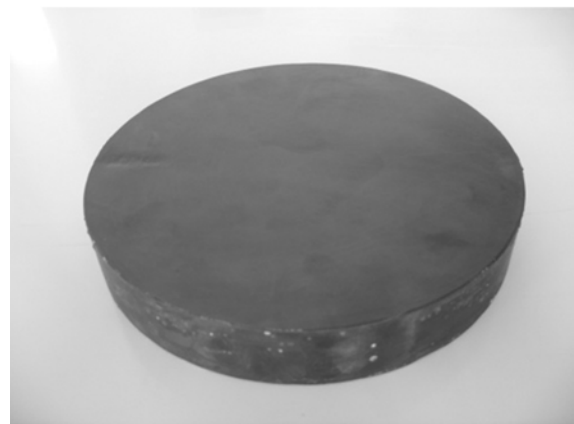


图 6 1700°C 高温烧结后分区浇注接头情况

Fig. 6 Joint of SiC mirror blank sintering in 1700°C



(a) 镜坯镜面

(a) Mirror surface



(b) 镜坯背板

(b) Mirror back panel

图 7 Φ210 mm SiC 镜坯

Fig. 7 Φ210 mm SiC mirror

3.3 反应烧结 SiC 镜坯的性能特征

从已完成的 2 次成型制备 $\Phi 210$ mm SiC 镜坯(见图 7)及 6 次成型制备 $\Phi 500$ mm 镜坯的反应烧结 SiC 结果来看(见图 8),2 次成型的镜坯直径 $\Phi 212$ mm,收缩率 $S_o\% = 1.03\%$,6 次成型的镜坯直径 $\Phi 503$ mm,收缩率 $S_o\% = 0.98\%$ 。镜坯收缩率均低于常规镜坯制备工艺标准 1.2%。反应

烧结后的镜坯连接处经 X 射线无损探伤测试仪检测,交接缝无任何裂纹存在。镜面经机械洗磨加工去除 1 cm 的厚度后,镜面无拼接的痕迹、显微组织均匀一致(见图 9)。与一次成型制备得到的碳化硅镜坯没有差别,镜坯的刚度、抗弯强度等力学性能指标能够符合设计标准,也满足镜坯光学加工的要求。镜坯主要性能测试结果见表 2。

表 2 分区浇注成型碳化硅反射镜镜坯主要性能测试

Tab. 2 Properties of SiC mirror blank via gel-casting

材料/mm	重量/g	密度 $\rho/(g \cdot cm^{-3})$	弹性模量 E/GPa	抗弯强度 σ/MPa	断裂韧性 KIC/ $MPa \cdot m^{1/2}$	线膨胀系数 CTE/ $10^{-6} K^{-1}$
$\Phi 210$ mm	720	≥ 3.0	≥ 340	≥ 360	≥ 4.1	2.6 ± 0.5
$\Phi 500$ mm	9710	≥ 3.0	≥ 350	≥ 360	≥ 4.0	2.6 ± 0.5



(a) 镜坯镜面
(a) Mirror surface

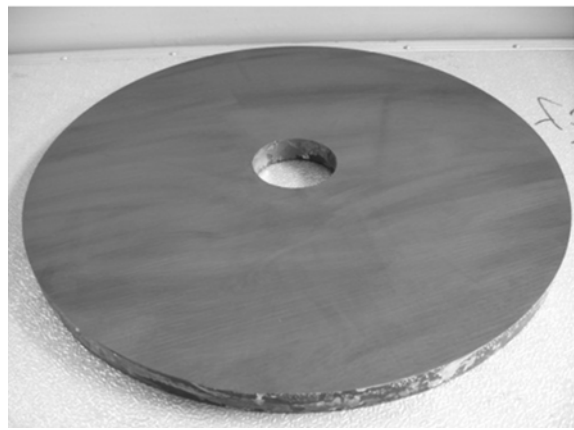
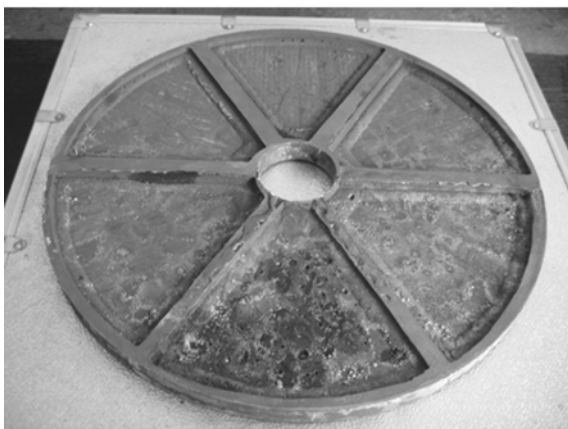


图 9 $\Phi 500$ mm SiC 镜坯机械加工
Fig. 9 $\Phi 500$ mm SiC mirror



(b) 镜坯背板
(b) Mirror back panel

图 8 $\Phi 500$ mm SiC 镜坯
Fig. 8 $\Phi 500$ mm SiC mirror

4 结 论

本文在凝胶注模(Gel-casting)成型制备碳化硅反射镜镜坯的基础上,采用分区浇注成型的方法对碳化硅反射镜镜坯进行制备,这是一种新的大尺寸碳化硅反射镜镜坯制备的工艺技术与方法。通过对 $\Phi 500$ mm 镜坯的试验与制备,经 $1700^\circ C$ 高温反应烧结,镜坯交接缝与母材之间能够完全熔合为一体,经 X 射线无损探伤仪检测,镜坯连接的界面无裂缝,整体组织均匀。经机械加工去除镜面 1 mm 的厚度后,仍无任何缺陷;镜坯的收缩率 0.98%,弹性模量 ≥ 350 GPa,抗弯强度 ≥ 360 MPa,符合空间用碳化硅反射镜对镜

坯强度的技术要求, 此项技术可用于更大尺寸碳

化硅反射镜镜坯的研究与制备。

参考文献:

- [1] 李宗轩, 金光, 张雷, 等. 3.5 m 口径空间望远镜单块式主镜技术展望[J]. 中国光学, 2014, 7(4): 532-541.
LI Z X, JIN G, ZHANG L, *et al.*. Overview and outlook of monolithic primary mirror of spaceborne telescope with 3.5 m aperture[J]. *Chinese Optics*, 2014, 7(4): 532-541. (in Chinese)
- [2] 崔向群, 李新南, 张振超, 等. 大口径天文薄镜面磨制试验[J]. 光学学报, 2005, 25(7): 965-969.
CUI X Q, LI X N, ZHANG ZH CH, *et al.*. Tentative fabrication test for large aperture thin astronomical mirror[J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, 25(7): 965-969. (in Chinese)
- [3] 韩昌元. 空间光学的发展与波前传感技术[J]. 中国光学与应用光学, 2008, 1(1): 13-24.
HAN CH Y. Progress in space optics and wave front sensing technique[J]. *Chinese Journal of Optics and Applied Optics*, 2008, 1(1): 13-24. (in Chinese)
- [4] 赵汝成, 包建勋. 大口径轻质 SiC 反射镜的研究与应用[J]. 中国光学, 2014, 7(4): 552-558.
ZHAO R CH, BAO J X. The investigation and application of large scale lightweight SiC mirror[J]. *Chinese Optics*, 2014, 7(4): 552-558. (in Chinese)
- [5] 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, 16(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, 16(9): 37-39. (in Chinese)
- [6] 赵汝成, 包建勋. $\Phi 1.34$ m 轻质碳化硅反射镜镜坯的制造[J]. 光学精密工程, 2012, 20(S12): 82-85.
ZHAO R CH, BAO J X. Preparation of $\Phi 1.34$ m light-weight silicon carbide mirror blank[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2012, 20(S12): 82-85. (in Chinese) (请核对期号)
- [7] 赵文兴, 张舸, 赵汝成, 等. 轻型碳化硅质反射镜坯体的制造工艺[J]. 光学精密工程, 2011, 19(11): 2609-2617.
ZHAO W X, ZHANG G, ZHAO R CH, *et al.*. Fabrication of silicon carbide lightweight mirror blank[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2011, 19(11): 2609-2617. (in Chinese)

作者简介:



赵汝成(1957—),男,云南瑞丽人,高级工程师,1980年毕业于昆明工学院,主要从事大尺寸轻型碳化硅反射镜镜坯制备方面的研究。E-mail: zhaoruchengciomp@126.com



包建勋(1984—),男,广西北海人,助理研究员,2007年、2009年于华中科技大学分别获学士、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



曹琪(1987—),男,黑龙江哈尔滨人,助理研究员,2010年、2012年于哈尔滨工业大学分别获得学士、硕士学位,主要从事碳化硅颗粒增强铝基复合材料制备方面研究。E-mail: nimitzqc@126.com