

文章编号 1004-924X(2014)12-3224-07

## 应用表面改性技术降低烧结碳化硅 反射镜的表面散射

王彤彤

(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:**针对烧结碳化硅在制作过程中形成的孔洞缺陷会造成严重的反射镜表面散射问题,提出了用等离子体辅助沉积技术镀制硅表面改性层来消除表面缺陷以降低反射镜的表面散射。应用扫描电子显微镜测量了未改性的烧结碳化硅试片,并分析了表面散射成因。搭建了总积分散射仪,测试了改性前后的烧结碳化硅试片及抛光良好的 K9 玻璃试片的总积分散射。结果显示:烧结碳化硅试片改性前后的总积分散射分别为 3.92% 和 1.42%,K9 玻璃的总积分散射为 1.36%。使用原子力显微镜测试了烧结碳化硅试片改性抛光后表面和 K9 试片表面的均方根粗糙度,结果分别为 1.63 nm 和 1.04 nm,证明了改性后的烧结碳化硅试片消除了表面缺陷,显著地降低了表面散射,表面光学性能与抛光良好的 K9 玻璃接近。

**关键词:**表面改性;烧结碳化硅;反射镜;表面散射;总积分散射;等离子辅助沉积

**中图分类号:**O484.1; TN304.24 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20142212.3224

## Decreasing surface scattering of sintered silicon carbide mirror by surface modification technique

WANG Tong-tong

(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: wangtongtong@126.com

**Abstract:** As pin holes of sintered silicon carbide formed in manufacturing process cause serious surface scattering of mirrors, this paper proposes a surface modification technique to decrease the surface scattering of sintered silicon carbide mirror. A silicon layer was deposited by plasma ion assisted deposition technique on the mirror as a surface modification coating to eliminate the defects on the mirror surface and to decrease the surface scattering effectively. A scanning electron microscope was applied to characterize of the morphology of the sintered silicon carbide sample, and the surface scattering origin was systematically analyzed. A total integrated scattering instrument was established. Then the total integrated scatterings of the sintered silicon carbide samples before and after surface modifications and a fine polished K9 glass sample were measured. The results indicate that the total integrated scatterings of the sintered silicon carbide sample before and after surface modifications are 3.92% and

收稿日期:2014-03-20;修订日期:2013-04-21.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 60478035)

1.42%, respectively, and that of the K9 glass sample is 1.36%. The surface root mean square roughnesses of the sintered silicon carbide sample after surface modification polishing and the fine polished K9 glass sample are 1.63 nm and 1.04 nm respectively. These results demonstrate that the defect of the sintered silicon carbide is successfully eliminated after surface modification, the surface scattering is greatly decreased, furthermore the surface optical performance is quite close to that of the K9 glass.

**Key words:** surface modification; sintered silicon carbide; mirror; surface scattering; total integrated scattering; plasma ion assisted deposition

## 1 引言

随着光学系统向高分辨率、大口径的方向发展,碳化硅材料在反射镜镜胚中的应用越来越受到重视,其中烧结碳化硅(Sintered Silicon Carbide, S-SiC)制作的大口径反射镜既可以保证其物理性能,又可实现较大的减重比,因此成为了该领域的重点研究对象<sup>[1-6]</sup>。目前,改善 S-SiC 表面缺陷方法主要有沉积碳化硅或硅改性层两种。国际上美国 HDOS 公司<sup>[1]</sup>,Trex Advanced Materials 公司<sup>[7]</sup>等采用不同的方法制备了碳化硅改性层,均获得了良好的效果。Goela<sup>[8]</sup>和 Aoucher 等<sup>[9]</sup>使用不同的技术沉积了硅改性层,得到了光滑的光学表面。国内的相关研究主要集中于硅改性层技术。唐惠东<sup>[10]</sup>,薛栋林<sup>[11]</sup>,苑永涛<sup>[12]</sup>等人制备出硅改性层,并实现了降低表面散射的目的。但是关于造成 S-SiC 表面散射的微观结构及镀制改性层前后散射的定量分析的报道较少。本文分析了 S-SiC 表面散射的成因,采用等离子体辅助沉积技术镀制了硅改性层,使用总积分散射仪和原子力显微镜测量了相关数据,显著降低了 S-SiC 反射镜的表面散射,提高了它的光学性能。

## 2 散射成因

在用 S-SiC 制作反射镜镜胚时,通过将碳化硅微粉制作成素胚再在烧结炉中经过高温烧结而最终成型。由于烧结过程中镜胚表面会残留许多孔洞,因此即使经过良好的抛光,仍然无法消除表面的孔洞缺陷。本文使用日本电子生产的 JSM-6510 型扫描电子显微镜在 5 kV 电压下对未进行改性处理的  $\varphi 30$  mm S-SiC 试片进行了测量,图 1 是放大 1 000 倍的测试结果。

从图 1 中可以看到抛光后镜胚表面依然残留

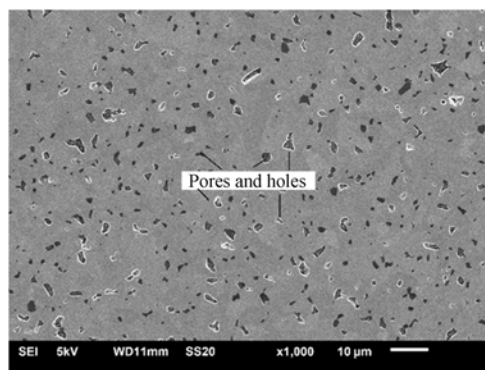


图 1 未进行改性的烧结碳化硅表面放大 1 000 倍的扫描电镜测试结果

Fig. 1 1 000 $\times$  enlargement of bare S-SiC tested by SEM

有孔洞缺陷,这是由于在烧结过程中,生成的孔洞随机分布在坯料的不同区域和不同深度,且微观尺寸不一致,细致的抛光只能达到要求的面形,但无法改善这些缺陷。将图 1 中的局部区域使用电子显微镜放大到 7 500 倍,如图 2 所示,可以清楚地看到在表面的孔洞中存在碳化硅微粉在烧结过程中形成的颗粒。

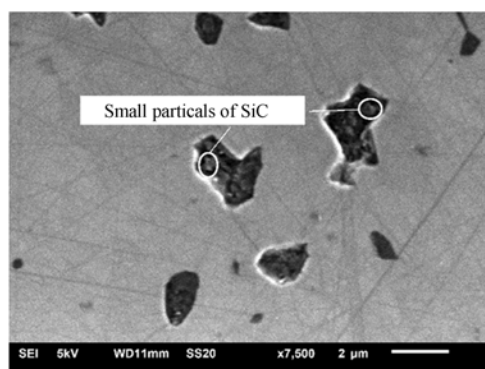


图 2 未进行改性的烧结碳化硅表面放大 7 500 倍的扫描电镜测试结果

Fig. 2 7 500 $\times$  enlargement of bare S-SiC tested by SEM

根据瑞利散射理论,当散射体的尺寸小于波长时,入射光中不同的波长成分有不同的散射。因此当光入射到 S-SiC 基底表面时,会在表面孔洞中发生如图 3 所示的散射。

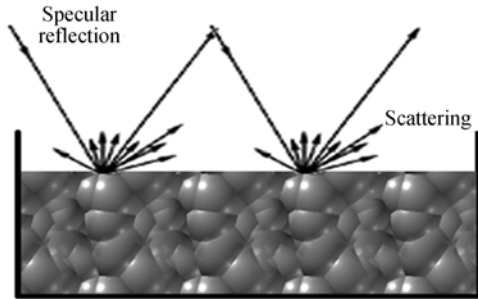


图 3 孔洞中碳化硅颗粒引起的散射示意图  
Fig. 3 Scattering on SiC particles in a hole

这种表面散射对于反射式光学系统是有害的,它除了降低反射效率外还会在系统中引入杂散光,必须采用有效手段消除这种缺陷引起的表面散射。本文使用表面改性技术消除了这种表面缺陷,并对散射的变化进行了定量分析。

### 3 表面改性技术

表面改性技术是指在基底表面涂覆或沉积一层新的材料,从而改善表面特性。本文采用等离子辅助沉积技术在较低温度下沉积硅改性层,覆盖基底表面固有的孔洞缺陷。由于镀膜会复制基底表面的微结构,因此需要对硅改性层进行抛光从而获得无缺陷的光滑表面<sup>[13-15]</sup>。图 4 给出了 S-SiC 改性技术的流程图。

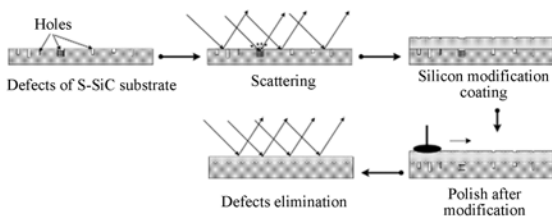


图 4 烧结碳化硅表面改性流程

Fig. 4 Flow chart of surface modification of S-SiC

实验采用成都南光机器有限公司生产的 zzs-2500 型箱式镀膜机。硅改性层通过等离子辅助沉积工艺制备,图 5 是工艺示意图。

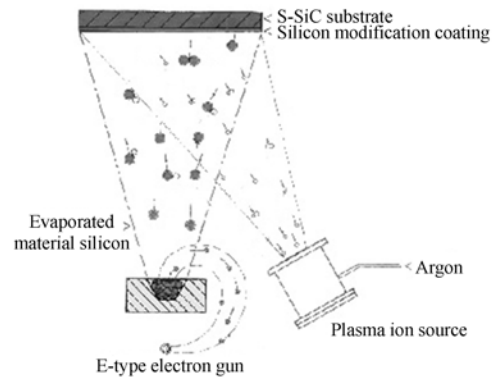


图 5 硅改性层制备工艺示意图

Fig. 5 Schematic diagram of fabrication of silicon surface modification coating

试样用平面夹具固定。等离子源置于真空室绝缘基板中心,和平面夹具的垂直距离为 100 cm。蒸发材料为纯度 99.95% 的单质硅粒,蒸发前预熔,试样材料为国产 S-SiC。试样在镀膜前都经过了乙醇和丙酮的超声清洗。真空室压强抽至  $7.0 \times 10^{-4}$  Pa。拱型夹具的旋转速率定为 5 r/min。沉积过程开始时,电子枪加 6 kV 高压,硅蒸发材料在电子枪阴极灯丝发出的高能电子的作用下开始蒸发,通过 IC/5 石英晶体控制仪监控沉积速率和薄膜厚度,沉积膜层厚度为 10  $\mu\text{m}$ 。

镀膜完成硅表面改性层后,使用光学元件抛光机对它进行抛光,最终可获得光滑且致密的高质量反射镜表面。

### 4 散射测量

反射镜表面微观结构的粗糙程度是造成散射的直接原因。目前相关的理论有标量理论和矢量理论两种<sup>[16]</sup>。由于矢量理论需考虑各微结构之间散射光的干涉,适用于周期结构的微观结构,各散射波之间存在固定的位相差,而 S-SiC 的微观孔洞是随机分布的,因此更适合采用标量理论进行分析。本文采用的总积分散射属于标量理论,可以较好地评价入射光辐照到样品表面时的散射强度,因此自行搭建了总积分散射测量仪用于测试样品<sup>[17-20]</sup>。图 6 是该设备的原理图,主要包括光源、斩波器、积分球、光电倍增管和锁相放大器部分。输入光源采用单色性和稳定性较好的半导体激光器,工作波长为 635 nm。为避免背景

等其他恒定信号的影响,采用斩波器对输入的激光信号进行调制。利用积分球采集相关的光信号,光信号通过锁相放大器将散射光信号转化成电信号,以电压数值的形式输出。由于散射光强度较弱,采集到的电信号也较弱,再通过光电倍增管将信号放大,此过程中采用了信噪比较高的倍增管,有效降低了噪声的影响,避免了强光背景下的弱光提取。所有测试均在暗室条件下进行,并预先测量了背底杂散光噪声,在计算时要去除这部分数值。

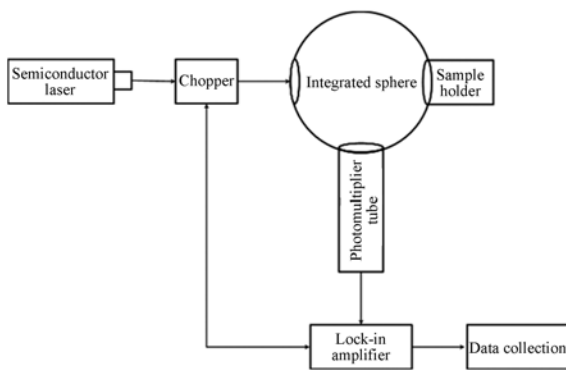


图 6 散射测量仪原理图

Fig. 6 Schematic diagram of scatterometer

搭建的散射测量仪本质上是测量能量的变化,由于引入的光电倍增管和锁相放大器可以将能量变化转换为电信号,相关参数可以用电压的形式表示,因此只要测得总入射辐射  $V_t$ , 散射辐射  $V_s$ , 镜面反射  $V_r$  和背景信号  $V_b$  等数值就可以计算出镜面反射率  $R$ , 半球反射率  $R_h$  和总积分散射 TIS 等相关量。其中,

镜面反射率为:

$$R = \frac{V_r - V_b}{V_t - V_b} \quad (1)$$

半球反射率为:

$$R_h = \frac{V_r + V_s - V_b}{V_t - V_b} \quad (2)$$

总积分散射为:

$$TIS = \frac{V_s - V_b}{V_r + V_s - V_b} \quad (3)$$

测量步骤为:(1)开机预热激光器,待其工作稳定后,入射激光束直接从积分球的中心穿出,此时采集背景信号  $V_b$ ;(2)将激光入射到积分球内

并照射到出光口附近的内壁上,测得总入射辐射  $V_t$ ;(3)将待测样品垂直放在样品架上并紧贴积分球出光口,激光束以小角度 ( $<5^\circ$ ) 入射到样品上,并使样品表面的镜面反射光从积分球入口输出,测得样品的散射辐射  $V_s$ ;(4)将激光束以小角度 ( $<5^\circ$ ) 直接投射到待测样品表面,然后使反射光进入积分球内并投射到出光口附近的内壁上,测得镜面反射  $V_r$ ;(5)将得到的结果带入式(1)、(2)、(3),即可计算得到镜面反射率  $R$ , 半球反射率  $R_h$  和总积分散射 TIS。

## 5 结果及讨论

S-SiC 试片为国内制作的  $\varphi$  为 30 mm, 厚度为 5 mm 的平面试片,并在镀制硅改性层前将表面面形抛光至  $0.1\lambda$ (RMS)。镀制硅改性层后,采用传统抛光法进行抛光,优点在于加工后表面中、高频面形误差很小,可以很好地消除加工过程可能产生的波纹误差对表面总积分散射的影响。

S-SiC 试片和 K9 玻璃试片均需镀制高反射膜以提高其表面反射,从而更有效地测量并表征出表面散射,因此在相同的条件下分别在改性抛光的烧结碳化硅试片和 K9 试片上镀制了一层铝反射膜。镀制的铝反射膜厚度为 160 nm,理论上在可见光区的反射率约为 90%,并且铝反射膜在空气中迅速氧化形成一层很薄的三氧化二铝保护膜,避免了膜层被进一步氧化,使膜层反射率不会随着时间的改变而产生明显的变化,各测试片受反射膜层反射率差异的影响较小。依据这套测试系统可以准确地反映改性前后 S-SiC 试片的散射变化以及与 K9 试片的散射差异。测试在暗室条件下进行,以降低背景辐射。半导体激光器需要预热半小时,调节输出稳定后,多次测量求算术平均值以降低测试误差。

在对样品进行散射测试之前,首先对搭建的总积分散射测量仪进行校准。具体步骤是:使用 Perkin Elmer 公司生产的 Lambda900 UV/Vis/NIR 分光光度计测量标准片(附带的标准高反射测试片)在波长 635 nm 的镜面反射率,然后比对搭建的总积分散射测量仪测试的镜面反射率,完成校准后进行测量。表 1 是总积分散射测量仪的

测试结果。使用美国 Bruker 公司的 Dimension Edge 原子力显微镜测试了改性抛光后的 S-SiC

试片及 K9 试片的粗糙度,测量范围为  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 。图 7 是测试结果。

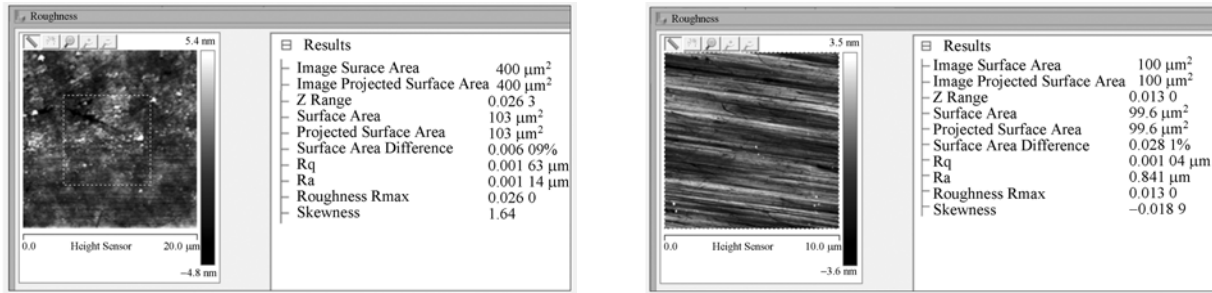


图 7 原子力显微镜测试的粗糙度数据

Fig. 7 Roughness data measured by AFM

表 1 散射测量仪及分光光度计测试和计算结果

Tab. 1 Testing and calculating results of scatterometer and spectrometer

Sample	S-SiC (bare)	S-SiC (after surface modification)	K9 glass
Total radiation $V_t/mV$	600	600	600
Scatter radiation $V_s/mV$	21.4	8.05	7.73
Specular radiation $V_r/mV$	514.68	530.75	531.47
Background radiation $V_b/mV$	0.4	0.4	0.4
Specular reflectance $R/\%$	85.77	88.45	88.57
Hemispherical reflectance $R_h/\%$	89.34	89.79	89.86
TIS/ $\%$	3.92	1.42	1.36
Specular reflectance by Lambda 900 $R_L/\%$	86.89	89.37	89.63
Difference between R and $R_L/\%$	1.12	0.92	1.06

由表 1 可知,未进行表面改性的碳化硅试片镀制铝膜后,其表面散射达到了 3.92%;而经过精细抛光均质的硅改性层可以获得光滑的表面,镀制铝膜后表面散射降低到 1.42%,相对于未改性前降低了 1.5 倍以上。由此说明 S-SiC 表面的孔洞缺陷是产生散射的直接原因,而硅改性层通过将 S-SiC 表面的孔洞“封堵”,消除了散射产生的源头,再经过抛光可以获得良好的光学表面。由原子力显微镜的测量结果可知,改性抛光后的 S-SiC 试片和抛光良好的 K9 玻璃试片具有相近的表面均方根粗糙度,分别为 1.63 nm 和 1.04 nm,说明两种试片均具有较好的表面质量,并且表面散射很低,处于同一量级。总积分散射测量仪的结果显示两种试片的表面散射仅相差 0.06%,同原子力显微镜的测试结果吻合,证明改性抛光后的 S-SiC 试片达到了抛光良好的 K9 玻

璃试片的表面质量。

基于碳化硅反射镜的反射式光学系统通常含有多块反射镜,例如经典的三反射式消像散系统,它含有主、次、三镜及折叠镜共 4 块反射镜,因此经过光线追迹,实际光线在光学系统中会经过 4 次反射,此时系统的整体信噪比和每块反射镜的反射率都有直接关系<sup>[12]</sup>。计算表明,S-SiC 反射镜在改性前,经过 4 次反射后,反射率仅为 54.12%;而在改性后,经过 4 次反射后,反射率提高到 61.21%,两者相差 7.09%,所以 S-SiC 反射镜在改性后可以显著地提高反射式光学系统的整体反射率及信噪比。

半球反射率是光入射到反射镜表面时,在  $180^\circ$  半球范围内镜面反射与各个角度散射之和。表 1 指出,改性前后的 S-SiC 试片和 K9 玻璃试片的半球反射率均在 89%~90%,相差不到 1%,所

以除镜面反射与反射膜层弱吸收的光,其余的光作为杂散光在光学系统中传输,影响光学系统的成像对比度和清晰度等。而改性后的 S-SiC 反射镜抑制了表面散射,提高了成像质量。

## 6 结 论

S-SiC 反射镜表面的孔洞缺陷是造成散射的直接原因,本文使用等离子辅助沉积技术在其表面镀制一层硅改性层并抛光后,有效地消除了这

种孔洞缺陷。自行搭建了总积分散射测量仪,定量表征显示改性后 S-Si 试片的表面散射率已从改性前的 3.92% 下降到改性后的 1.42%。原子力显微镜的测量结果指出改性抛光后的 S-SiC 试片的表面均方根粗糙度为 1.63 nm,接近抛光良好的 K9 玻璃试片的表面均方根粗糙度 1.04 nm。由此表明,表面改性技术有效地降低了 S-SiC 反射镜的表面散射,达到了传统玻璃材质反射镜的表面光学质量,为 S-SiC 反射镜在反射式光学系统中的应用奠定了基础。

### 参考文献:

- [1] PAQUIN R A, MAGIDA M B, VEMOLD C L. Large optics from silicon carbide [J]. *SPIE*, 1991, 1618:53-60.
- [2] EBIZUKA N, ETO H, DAI Y, *et al.*. SiC ultra light mirror for large space telescope and for extremely huge ground based telescope II [J]. *SPIE*, 2004, 5487: 1013-1017.
- [3] BREIDENTHAL R S, GALAT-SKEY R, GEANY J J. Optical surfacing of one-meter class reaction-bonded silicon carbide [J]. *SPIE*, 1995, 2453: 248-253.
- [4] WANG T T, GAO J S, WANG X Y, *et al.*. Surface modification on a silicon carbide mirror for space application [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2010, 8 (Supp.): 183-185.
- [5] 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*, 2013, 7(4):552-558.  
ZHAO R CH, BAO J X. Investigation and application of large scale lightweight SiC mirror [J]. *Chinese Optics*, 2013, 7(4):552-558. (in Chinese)
- [6] 康健, 宣斌, 谢京江. 表面改性碳化硅基底反射镜加工技术现状 [J]. *中国光学*, 2013, 6(6): 824-833.  
KANG J, XUAN B, XIE J J. Manufacture technology status of surface modified silicon carbide mirrors [J]. *Chinese Optics*, 2013, 6(6):824-833. (in Chinese)
- [7] ZHOU H, ZHANG C R, CAO Y B, *et al.*. Lightweight C/SiC mirrors for space application [J]. *Large Mirrors and Telescopes*, 2006, 6148: 1480-1486.
- [8] GOELA J S, TAYLOR R L. Chemical vapor deposition for silicon cladding on advanced ceramics [J]. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1989, 72 (9): 1747-1750.
- [9] AOUCHER M, FARHI G, MOHAMMED-BRAHIMT. Crystallization of hydrogenated amorphous silicon deposited at high rate by DC magnetron sputtering [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1998, 227/230: 958-961.
- [10] TANG H, HUANG Z R, TAN S. PVD SiC and PVD Si coatings on RB SiC for surface modification [J]. *SPIE*, 2006, 6149: 61490A-1-6.
- [11] 薛栋林. 表面改性非球面碳化硅反射镜的加工 [J]. *光学精密工程*, 2008, 16(12): 2479-2484.  
XUE D L. Manufacture fine optical performance surface of aspheric silicon carbide mirror [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2008, 16(12): 2479-2484. (in Chinese)
- [12] 苑永涛, 刘红, 邵传兵, 等. RB-SiC 表面改性 Si 涂层的制备与性能 [J]. *强激光与粒子束*, 2011, 23 (5):1281-1284.  
YUAN Y T, LIU H, SHAO CH B, *et al.*. Preparation and performance of Si coating on RB-SiC mirror for surface modification [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2011, 23 (5): 1281-1284. (in Chinese)
- [13] 王彤彤. 霍尔离子源辅助制备长波红外碳化硅增透膜 [J]. *发光学报*, 2013, 34(3):319-323.  
WANG T T. Fabrication of the long-wave infrared germanium carbide antireflection coatings by end-hall ion source [J]. *Chin. J. Lumin.*, 2013, 34 (3):319-323. (in Chinese)
- [14] 陈红, 王彤彤, 高劲松, 等. 应用 SiC 反射镜表面改性技术提高 TMC 光学系统信噪比 [J]. *光学精密工程*, 2009, 17(12):2952-2957.  
CHEN H, WANG T T, GAO J S, *et al.*. Improvement of signal noise ratio of TMC optical system by SiC surface modification technology [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2009, 17(12): 2952-2957. (in Chinese)

- [15] 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)
- [16] STOVER J C. *Optical Scattering, Measurement and Analysis* [M]. New York: McGraw Hill, 1990.
- [17] BENNETT H E, PORTEUS J O. Relation between surface roughness and specular reflectance at normal incidence [J]. *Journal of the Optical Society of America*, 1961, 51(2):123-129.
- [18] LINDSTROM T, RONNOW D. Total integrated scattering from transparent substrates in the infrared region-validity of scalar theory [J]. *Opt. Eng.*, 2000, 39(2):478-487.
- [19] 侯海虹,洪瑞金,张东平,等. 测量薄膜微粗糙度的总积分散射仪[J]. 中国激光,2005,32(9):1258-1261.  
HOU H H, HONG R J, ZHANG D P, *et al.*. Total integrated scatterometer for measuring the micro roughness of optical thin films [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2005, 32(9):1258-1261. (in Chinese)
- [20] 侯海虹,孙喜莲,田光磊,等. 利用总积分散射仪对光学薄膜表面散射特性的研究[J]. 物理学报, 2009,58(9):6425-6429.  
HOU H H, SUN X L, TIAN G L, *et al.*. Research on the surface scattering properties of optical films by the total integrated scatter [J]. *Acta Physica Sinica*, 2009, 58(9):6425-6429. (in Chinese)

#### 作者简介:



王彤彤(1979—),男,吉林长春人,博士,副研究员,2002年于延边大学获得学士学位,2008年于中国科学院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要研究方向为先进光学薄膜的理论和制备。E-mail:wangtongtong@126.com

(版权所有 未经许可 不得转载)