

DOI: 10.19650/j.cnki.cjsi.J2514280

# 超低膨胀石英玻璃热膨胀系数检测原理、方法及系统集成技术综述\*

魏文卿<sup>1</sup>, 唐子圣<sup>1</sup>, 邓琥<sup>1</sup>, 张永峰<sup>2</sup>, 刘红<sup>3</sup>

(1. 西南科技大学信息与控制工程学院 绵阳 621010; 2. 苏州大学光电科学与工程学院 苏州 215006;  
3. 中国科学院光电技术研究所 成都 610209)

**摘要:**超低膨胀石英玻璃(ULE)是一种通过精确掺杂TiO<sub>2</sub>实现热膨胀系数(CTE)在10<sup>-9</sup>/°C量级的特种材料,具有卓越的尺寸稳定性和温度适应性,广泛应用于天文观测、激光探测和半导体制造等领域。ULE材料制备过程中,TiO<sub>2</sub>分布均匀性影响CTE分布的均匀性,进而对ULE光学元件的光学面形和成像质量稳定性产生重要影响,因此保证ULE材料全口径的CTE均匀性成为材料制备技术研究重点,其中CTE及其均匀性的高精度测量将为材料制备工艺高效迭代优化提供有力支撑。系统综述了ULE的制备工艺及其CTE调控机制,重点分析了CTE及其均匀性的检测技术研究进展并对比了各技术优缺点:传统取样标定法(如顶杆法、干涉法和光弹法)虽能实现高精度测量,但存在破坏性、操作复杂等局限性;而无损检测法(如折射率法、线聚焦超声扫描法和超声纵波声速法)则为ULE材料全口径CTE评估提供了有效解决方案,尤其超声纵波声速法,因其能够实现大尺寸ULE坩料CTE及其均匀性的高效表征,并在测量精度与工程实用性之间取得了良好平衡。进一步探讨了超声无损检测技术的关键挑战与发展前景,提出未来需突破微观特性对声波传输的影响机理、高精度声速测量等难题,以推动大尺寸、高性能ULE材料的制备与应用。从多学科交叉视角构建了ULE热膨胀系数检测技术体系,为相关研究提供了新思路和技术参考。

**关键词:**超低膨胀石英玻璃;热膨胀系数检测;取样标定法;无损检测法;超声纵波声速

**中图分类号:** TH89 TB321 TB551 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 460.4030

## Review of principles, methods and system integration technology for measuring coefficient of thermal expansion in ultra-low expansion quartz glass

Wei Wenqing<sup>1</sup>, Tang Zisheng<sup>1</sup>, Deng Hu<sup>1</sup>, Zhang Yongfeng<sup>2</sup>, Liu Hong<sup>3</sup>

(1. School of Information and Control Engineering, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, China;  
2. School of Optoelectronic Science and Engineering, Soochow University, Suzhou 215006, China;  
3. Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences, Chengdu 610209, China)

**Abstract:** Ultra-low expansion quartz glass (ULE) is a special material with a coefficient of thermal expansion (CTE) of 10<sup>-9</sup>/°C, achieved through precise TiO<sub>2</sub> doping. It boasts excellent dimensional stability and temperature adaptability, making it widely used in astronomical observations, laser detection, and semiconductor manufacturing. During the preparation of ULE materials, the uniformity of TiO<sub>2</sub> distribution affects the uniformity of CTE distribution, which in turn significantly influences the optical surface figure and the stability of imaging quality of ULE optical components. Therefore, ensuring full-bore CTE homogeneity in ULE materials has become a key focus in material preparation technology research, among which high-precision measurement of CTE and its uniformity provides strong support for efficient iterative optimization of the material preparation process. This paper provides a comprehensive review of the preparation methods of ULE and its CTE control mechanisms, focuses on analyzing the research progress on detection technology of CTE and its uniformity, and compares the advantages and disadvantages of each technology: Traditional sampling calibration methods, such as the pushing-rod method, interferometry, and photoelasticity, can achieve high-precision measurements but have limitations such as

收稿日期:2025-07-18 Received Date: 2025-07-18

\* 基金项目:基础加强计划技术领域基金(2024-JCJQ-JJ-0228)、四川省自然科学基金青年科学基金(2023NSFSC1391)项目资助

destructiveness and complex operation; while nondestructive testing methods (such as the refractive index method, the linear focused ultrasonic scanning method and the ultrasonic longitudinal wave velocity method) provide effective solutions for full-bore CTE evaluation of ULE materials. In particular, the ultrasonic longitudinal wave velocity method can effectively characterize CTE and its uniformity in large ULE boules, and achieve a good balance between measurement accuracy and engineering practicability. The paper further explores the key challenges and future prospects of ultrasonic nondestructive testing technology, proposing that future efforts should address the impact of microscopic characteristics on sound wave transmission and the challenge of achieving high-precision sound wave velocity measurements to advance the preparation and application of large-size, high-performance ULE materials. This review constructs a multi-disciplinary perspective on the detection technology system for coefficient of thermal expansion in ULE, providing new ideas and technical references for related research.

**Keywords:** ultra-low expansion quartz glass; CTE measurement; sampling calibration methods; nondestructive testing methods; ultrasonic longitudinal wave velocity

## 0 引 言

超低膨胀石英玻璃 (ultra-low expansion quartz glass, ULE) 是一种掺杂少量  $\text{TiO}_2$  的石英玻璃<sup>[1-2]</sup>, 其在特定温度区间内的热膨胀系数 (coefficient of thermal expansion, CTE) 可达  $10^{-9}/^\circ\text{C}$  量级 (接近于 0)<sup>[3]</sup>, 因具有优异的热稳定性和温度适应性, 已被广泛应用于天文观测<sup>[4-5]</sup>、激光探测<sup>[6-8]</sup> 及半导体制造<sup>[9-10]</sup> 等关键领域。

天文观测领域中, 反射镜镜体材料的选取直接影响大口径光学系统的成像性能<sup>[11]</sup>, 这要求镜体材料具有极低的 CTE, 保证光学反射镜在温度波动时依旧能保持较高的面形精度, 因此全球许多单片式和分块式望远镜的反射镜镜体均采用 ULE 材料。例如: 主镜口径为 1.45 m 的开普勒太空望远镜; 主镜口径为 2.4 m 哈勃太空望远镜; 主镜口径为 8.1 m 的南北双子望远镜 (Gemini I & II) 和 8.2 m 的昴星团望远镜 (Subaru) 等; 半导体制造领域, ULE 是极紫外光刻系统 (extreme ultraviolet lithography, EUVL) 光掩模版基板和反射镜基底的理想材料<sup>[12-13]</sup>。此外, ULE 也是原子钟<sup>[14-16]</sup>、航天器窥窗<sup>[17]</sup>、干涉仪<sup>[18-20]</sup> 等所用关键材料。

随着上述领域的迅速发展, 大尺寸、高性能 ULE 材料的研发需求日益迫切。现阶段, 如何确保 ULE 材料热膨胀系数及其均匀性满足关键应用性能要求是一项重要挑战, 一定程度上限制了具有超低 CTE 及其高度均匀性大尺寸 ULE 材料的制备能力。而突破这一重要挑战的前提是 ULE 材料热膨胀系数高精度检测与全口径无损检测方法的系统研究。该研究不仅可以保障 ULE 材料的应用性能需求, 还能推动 ULE 制备技术的发展和革新。同时, 与国际领先水平 (如康宁公司标准) 相比, 国内 ULE 制备工艺和 CTE 检测技术能力仍存在一定差距。

综合上述研究背景和关键问题, 本文在概述 ULE 材料制备方法及其 CTE 调控机制的基础上, 重点梳理了该材料 CTE 及其均匀性检测方法的研究进展, 并对其未来

发展进行了展望, 为实现大尺寸、高性能 ULE 材料的制备及其热膨胀性能的快速检测提供有价值的参考。基于上述研究框架, 本文的创新价值体现在两方面: 1) 聚焦超低膨胀石英玻璃热膨胀系数检测技术, 突破传统单一检测维度, 从多学科交叉视角构建检测体系, 为该领域检测技术研究提供新思路; 2) 尝试梳理检测技术发展脉络, 虽有文献不足, 但首次系统集成相关检测原理与方法, 为后续研究奠定基础。

## 1 ULE 制备工艺与检测技术研究现状

### 1.1 ULE 的制备

ULE 的制备通常采用火焰水解沉积法 (flame hydrolysis deposition, FHD)<sup>[21]</sup>, 将  $\text{SiCl}_4$  和  $\text{TiCl}_4$  蒸气一起送入旋转台上的燃烧器中, 发生如式 (1) 所示的水解反应。该方法属于化学气相沉积 (chemical vapor deposition, CVD) 技术的一种, 具体为: 使用含有硅和钛的化合物作为前驱物 (如  $\text{SiCl}_4$  和  $\text{TiCl}_4$ ), 在火焰环境中与水蒸气发生水解反应, 生成硅酸和钛酸等中间化合物。这些中间化合物在高温下进一步分解, 形成亚微米尺寸的含钛硅酸盐颗粒。随后, 这些颗粒在基板表面沉积, 并经受高于  $1\ 700^\circ\text{C}$  的高温熔融, 在特定容器中生成一整块 ULE 坩料<sup>[22]</sup>。



2016 年中国建筑材料科学研究总院有限公司团队<sup>[23]</sup> 采用 CVD 方法, 成功突破了大尺寸、高均匀性石英玻璃的制备技术瓶颈, 在国内首次实现了直径 600 mm 以上优质石英玻璃的自主可控制备。2024 年湖北菲利华石英玻璃股份有限公司<sup>[24]</sup> 将 ULE 产品尺寸提升至  $\Phi 1\ 500\ \text{mm}$ , 并成功进入终端客户应用阶段。

### 1.2 $\text{TiO}_2$ 对 CTE 的调控机制

超低膨胀石英玻璃本质上是一种石英掺杂 Ti 的钛硅酸盐玻璃, 其内部微观结构为单一且均匀的非晶态<sup>[25-26]</sup>。Ti 在石英玻璃中主要以  $\text{Ti}^{4+}$  形式存在, 与氧、硅

结合形成统一的 Si-O-Ti 网络结构。由于钛离子的半径大于硅离子,导致 Si-O-Ti 网络结构中的 Si-O-Ti 桥键平均距离增加,进而改变了玻璃的网络结构;在热运动影响下,桥氧电子跃迁能发生改变,桥氧原子偏离平行位置的振动超过了玻璃网络削弱对负膨胀的影响,因此掺入 Ti 会使石英玻璃的热膨胀系数显著降低<sup>[27]</sup>。

石英(SiO<sub>2</sub>)与二氧化钛(TiO<sub>2</sub>)这两种成分的组合以及精确比例对于实现 ULE 的超低热膨胀特性至关重要。Casamenti 等<sup>[12]</sup>的研究表明, TiO<sub>2</sub> 的含量与热膨胀系数呈线性关系,标准退火后的康宁 7972 牌 ULE 中的 TiO<sub>2</sub> 含量与 CTE 满足如式(2)所示关系,即:

$$\text{CTE} (\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}) = -55.1C(\text{TiO}_2) + 407.9 \quad (2)$$

式中:  $C(\text{TiO}_2)$  为 TiO<sub>2</sub> 的含量,单位为 wt%。

由式(2)可知,热膨胀系数随 TiO<sub>2</sub> 含量的增加而降低;当 TiO<sub>2</sub> 掺杂量为 7%~8% 时, ULE 的热膨胀系数接近 0。为了控制 Ti 的掺杂比例,康宁公司<sup>[27]</sup>采用分别输送 Ti 和 Si 的方法,将 Ti 的化合物与 Si 的化合物分别放在不同的加热器中,并将温度升至各自的气化温度,以生成气态反应物,这些气态反应物通过载气输送通道被输送到反应炉中再进行水解反应,如图 1 所示。这种方法可以通过控制载气输送通道的流量,实现反应炉中 Ti 含量的精确控制。



图 1 ULE 制备过程中 Ti 含量的控制

Fig. 1 Control of Ti content during ULE preparation

通过这种工艺制备的 ULE 坩埚料,在 5℃~35℃ 平均 CTE 为  $(0\sim30)\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ ,表现出非常好的 CTE 均匀性,其 CTE 关于坩埚的中心轴均匀对称分布,也就是说,当从坩埚中心到坩埚边缘进行 CTE 测量时,无论沿哪个半径方向测量,CTE 分布结果都是一致的<sup>[28]</sup>。

国内顾真安院士团队<sup>[29]</sup>深入研究了试验条件、工艺参数、玻璃成分与 ULE 热膨胀性能之间的相互影响,并给出 ULE 中 TiO<sub>2</sub> 含量与 CTE 之间的定量关系,如图 2 所示。这项研究不仅揭示了材料属性与工艺之间的复杂联系,也标志着国内对 ULE 系统性研究的开端,为后续高性能 ULE 材料研发工作奠定了坚实的基础。由图 2 可知,不同温度下,CTE 均随着 TiO<sub>2</sub> 含量的增加而减小,

二者呈线性关系。例如,当温度为 40℃ 时, TiO<sub>2</sub> 含量为 8% 的 ULE 的 CTE 达到零值,由此可以制造出零膨胀石英玻璃,即为 ULE;当继续增加 TiO<sub>2</sub> 含量时,玻璃 CTE 降低为负值。此外,等温线斜率随着温度升高而增大,即 TiO<sub>2</sub> 含量对 CTE 的影响随着温度升高而变得明显。

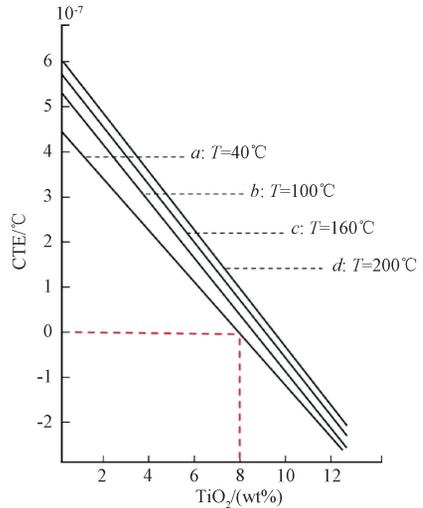


图 2 ULE 的 CTE 与 TiO<sub>2</sub> 含量之间的关系<sup>[29]</sup>

Fig. 2 Relationship between CTE and TiO<sub>2</sub> content in ULE

综上所述,通过精确控制 TiO<sub>2</sub> 含量,可以制备出具有预期 CTE 特性的 ULE 材料。而对于 ULE 材料而言,极低的 CTE 是其高性能应用领域的最大优势。因此,快速准确测量 ULE 材料的 CTE 及其均匀性对于评估其应用性能至关重要。

### 1.3 超低膨胀石英玻璃热膨胀系数检测技术研究进展

超低膨胀石英玻璃,因其热膨胀系数近乎为零的特性,在大口径精密光学系统中成为基体材料的不二之选<sup>[30-31]</sup>。它是掺有二氧化钛(TiO<sub>2</sub>)的石英玻璃,在众多高新技术领域都发挥着关键作用,如半导体光刻设备用光学元件、天文望远镜反射镜以及原子钟腔体等<sup>[32-33]</sup>。但在制备过程中,内部 TiO<sub>2</sub> 组分分布不均,致使其热膨胀系数呈现区域分布不均匀的状况<sup>[34]</sup>,一旦这种不均匀性超出特定范围,其加工成型的基体便会产生残余应力,严重影响光学镜面的加工质量以及成像稳定性<sup>[35]</sup>。因此,快速且精准地检测超低膨胀石英玻璃不同位置的热膨胀系数,对筛选优质材料意义重大<sup>[36]</sup>。

目前,在检测超低膨胀石英玻璃热膨胀系数的技术手段方面,已发展出多种方法<sup>[37]</sup>。国内主要依靠自主采购高精度的激光干涉型热膨胀系数测量设备开展测量研究。国外的研究则更为多样,包括斐索干涉法、法布里-珀罗(Fabry-Perot, F-P)干涉法、双通迈克尔逊干涉法、双光路光学外差干涉法、修正的迈克尔逊干涉法以及光弹性分析法等。斐索干涉法在 5℃~35℃,平均热膨胀系数

测量的最大误差为  $7 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 多次读数后的偶然误差在  $(2 \sim 3) \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 然而该方法在样品准备和测量环节极为耗时, 大约需要两周时间。法布里-珀罗干涉法测量绝对热膨胀系数的精度可达  $1 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 适用于测量热膨胀系数在  $(0 \sim 1) \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  范围的材料, 不过其测量精度受激光频率稳定性、温度变化不确定度以及 F-P 共振峰值可复位性的限制。双通迈克尔逊干涉法能测量多数材料在  $2^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$  的绝对热膨胀系数, 还可实现干涉条纹和温度信息的可视化, 但该方法测量过程缓慢, 温度难以快速平衡, 单次测量需  $6 \sim 8 \text{ h}$ , 且准确度不及法布里-珀罗干涉仪。双光路光学外差干涉法测量热膨胀系数的标准不确定度为  $2.1 \times 10^{-8} / ^\circ\text{C}$ , 其双光路光学系统大大降低了测量前和测量期间对样品端面平行度的要求, 在降低实验不确定度上有较大改善空间。光弹性分析法通过测量中间密封层的光学延迟来推导玻璃热膨胀系数差, 结合已知热膨胀系数的标准件实现样品热膨胀系数的绝对测量, 但该方法测量热膨胀系数差的不确定度高达  $0.15 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 测量准确性欠佳。此外, 还有通过建立声速与温度定量关系模型来检测的方法, 可实现大尺寸超低膨胀石英玻璃特定温度下热膨胀系数的超声快速无损检测, 避免了对玻璃的切割, 有效规避大尺寸玻璃块体现场检测精密温控的难题。比如, 先获取位于超低膨胀石英玻璃不同位置试样在不同温度下的纵波声速, 经数据拟合得到纵波声速和温度之间的拟合关系式, 在实际计算热膨胀系数时, 输入预设温度, 利用拟合关系式确定该温度下的纵波声速, 进而确定热膨胀系数。

随着科技的不断进步, 超低膨胀石英玻璃热膨胀系数检测技术也在持续发展。未来, 一方面检测技术将朝着更高精度、更快速以及无损检测的方向发展, 以满足对材料性能更精准把控的需求。例如, 在半导体光刻设备等对精度要求极高的领域, 更高精度的检测技术能确保光学元件的质量, 提升产品性能。另一方面, 针对大尺寸超低膨胀石英玻璃的检测技术会进一步优化, 解决现有检测方法在大尺寸玻璃检测中面临的问题, 更好地实现大尺寸玻璃的无损检测, 提高检测效率。同时, 与人工智能、大数据等新兴技术的融合也可能成为发展趋势, 通过对大量检测数据的分析, 优化检测模型, 提升检测的准确性和可靠性。总之, 超低膨胀石英玻璃热膨胀系数检测技术的发展, 将为其在更多领域的广泛应用提供有力支撑。

## 2 超低膨胀石英玻璃 CTE 检测方法

ULE 的 CTE 测量方法可以分为两类: 取样标定法和无损检测法。其中, 取样标定法包括顶杆法、干涉法和光弹法等; 无损检测法包括折射率法、线聚焦超声扫描法和

超声纵波声速法等。这些检测方法可提供精确的热膨胀数据, 进而评估材料是否满足超低膨胀的性能要求。本章将详细阐述 ULE 材料不同的 CTE 测量方法, 这些方法不仅能确保 ULE 在高性能应用中的优异表现, 还为 ULE 的应用提供了科学依据。

### 2.1 取样标定法

#### 1) 顶杆法

顶杆法是一种经典的热膨胀系数测量技术<sup>[38]</sup>。该方法将待测样品置于炉体内, 通过一根尺寸稳定的刚性顶杆将样品一端固定, 另一端与顶杆紧密接触。在程序控温过程中, 样品随温度变化发生的热膨胀/收缩量会通过顶杆精确地传递至炉体外部, 该长度变化量随后由高精度位移传感器进行检测, 同时, 紧贴样品旁的测温元件实时记录对应的温度值<sup>[39-41]</sup>。通过传感器采集到试样的膨胀量及其对应的温差, 即可根据式(3), 计算出该材料在特定温度区间内的平均线热膨胀系数<sup>[42-44]</sup>, 即:

$$\alpha = \Delta L / (L_0 \times \Delta T) \quad (3)$$

式中:  $L_0$  为样品初始长度;  $\Delta L$  为样品长度的变化量;  $\Delta T$  为温度的变化量。

20 世纪后期, 康宁公司的 Plummer 等<sup>[45]</sup>为实现高精度 CTE 测量, 选用高输出、短量程、可控温的线性可变差动变压器 (linear variable differential transformer, LVDT) 作为伸长计, 在室温下采取如图 3(a) 所示的顶杆式石英玻璃热膨胀仪对低膨胀石英玻璃进行了 CTE 测量研究, 由于 LVDT 最小输出对应线膨胀率的分辨率为  $\pm 0.025 \times 10^{-6}$ , 该装置理论测量不确定度为  $1.7 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 但受到测量环境等因素的不利影响, 实际测量不确定度为  $7 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 测量结果如图 3(b) 所示。

在 2007 年和 2010 年, 原中国科学院兰州物理研究所 (现中国航天科技集团公司第五研究院第 510 研究所) 的张建可等<sup>[46-47]</sup>采用了传统的顶杆法, 在  $-50^\circ\text{C} \sim 40^\circ\text{C}$  的温度范围对碳纤维材料和石墨纤维材料的轴向及径向 CTE 进行了测试。在测试过程中, 使用了千分表进行位移测量, 最终得到的 CTE 测量结果达到了  $10^{-8} / ^\circ\text{C}$  量级。尽管其 CTE 测量结果表现出较高的精密度, 但该结果的准确性仍需要进一步验证, 原因在于千分表测量精度只有  $3 \mu\text{m}$ , 这难以满足  $10^{-8} / ^\circ\text{C}$  的测量精度要求。

在使用顶杆法测量低膨胀玻璃材料 CTE 的研究中, 比较具有代表性的是德国肖特公司。肖特公司的 Jedamzik 等<sup>[48]</sup>设计了如图 4(a) 所示的标准热膨胀仪, 该装置与 Plummer 等<sup>[45]</sup>设计的热膨胀仪相似, 使用顶杆式膨胀仪设计。标准热膨胀仪的不同之处在于, 其样品支架与顶杆由钛硅酸盐玻璃制成, 同时, Jedamzik 等<sup>[48]</sup>还将样品尺寸进行了优化, 优化后的样品长度为  $100 \text{ mm}$ , 直径  $6 \text{ mm}$ 。标准热膨胀仪 CTE 测量精度达到  $\pm 1 \times 10^{-8} / ^\circ\text{C}$ , 展现出  $\pm 5 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$  的良好重复性。

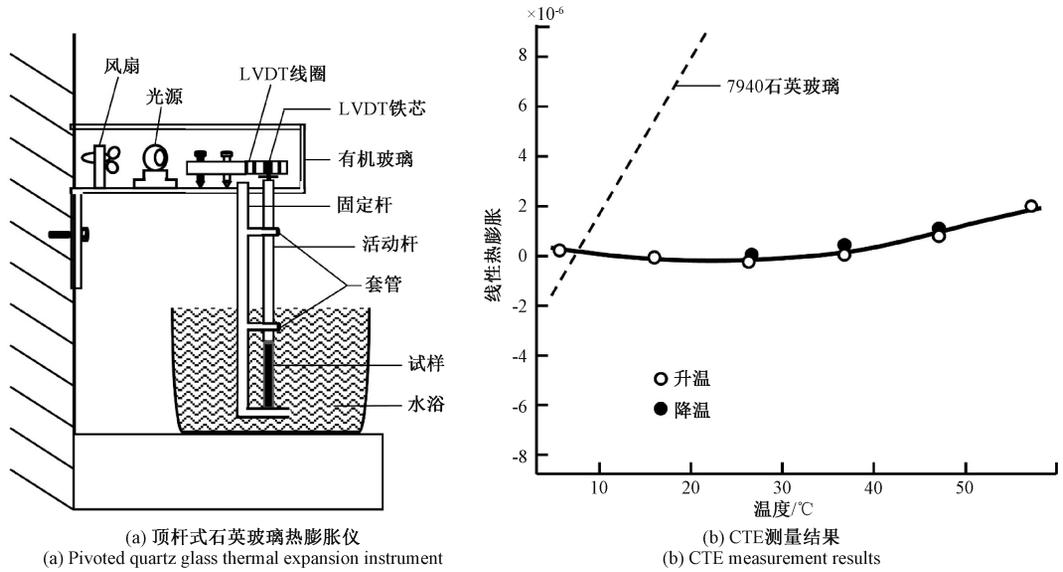


图3 康宁公司采用的顶杆式石英玻璃热膨胀仪与CTE测量结果<sup>[45]</sup>

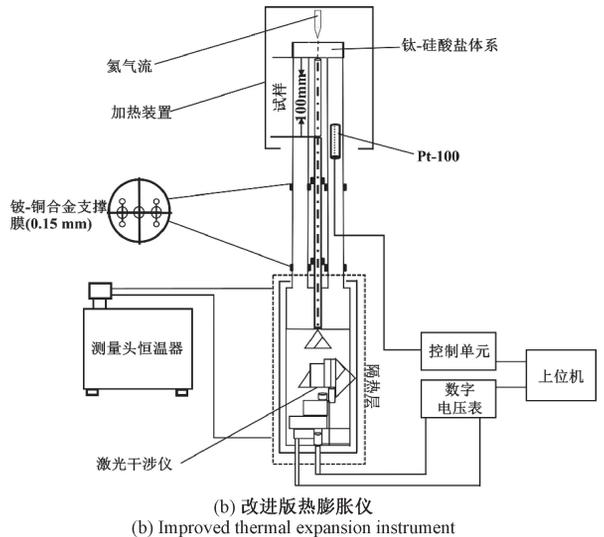
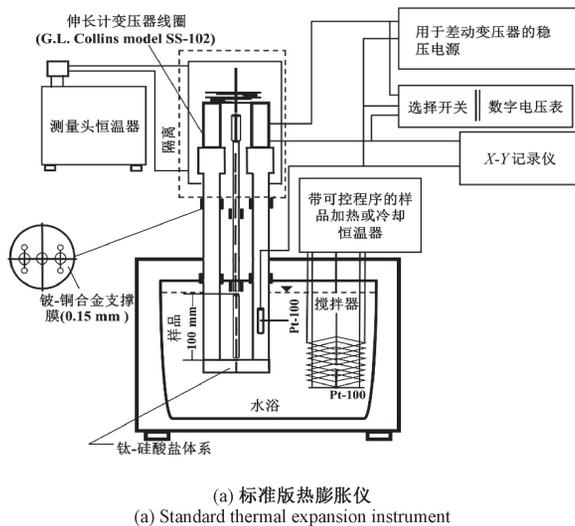
Fig. 3 The pushing-rod quartz glass thermal expansion instrument used by Corning and the CTE measurement results

为了应对更高精度的CTE测量需求, Jedamzik等<sup>[49]</sup>在标准热膨胀仪设计的基础上, 对其的关键测量部件进行了优化, 研发了一款改进版的热膨胀仪, 如图4(b)所示。该热膨胀仪的测量头更新为迈克尔逊光学干涉仪, 与标准LVDT相比, 分辨率提高了50倍, 提升了测量准确性。Jedamzik等<sup>[49]</sup>使用德国联邦物理技术研究所高精度干涉仪系统认证的钛硅酸盐参考样品对改进版热膨胀仪进行定期校准, 校准参考样品的绝对准确度为 $0.5 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , CTE( $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ )测量总精度达到了 $\pm 6.2 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 重复性为 $\pm 1.2 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 其重复性是标准热膨胀仪的4倍。

2015年Jedamzik等<sup>[50]</sup>为了进一步提高热膨胀测量

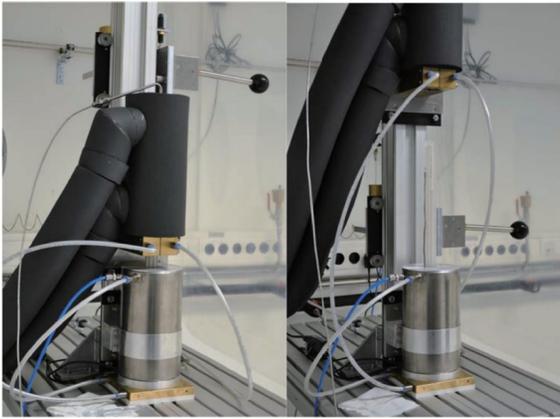
系统的长期稳定性、可重复性和测量精度, 计划研发一款高级热膨胀仪。该仪器采用线性增量编码器进行高精度位移测量, 仍保持了顶杆式热膨胀仪的基本原理, 但对顶杆式膨胀仪的结构进行了重新设计, 这款新型热膨胀仪于2015年完成开发, 如图4(c)所示。新型热膨胀仪对ULE试样在小温度范围内长时间的CTE测量结果如图4(d)所示, 其CTE的测量精度已提升至 $\pm 3 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ , 重复性达到 $\pm 1 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$ 。

顶杆法作为一种成熟的CTE测量方法, 具有操作简便、成本较低等优点。然而, 这种方法也存在一定的局限性: 1) 顶杆法的测量精度相对较低; 2) 该方法容易受到环境因素干扰, 例如温度和湿度的变化可能会对测量

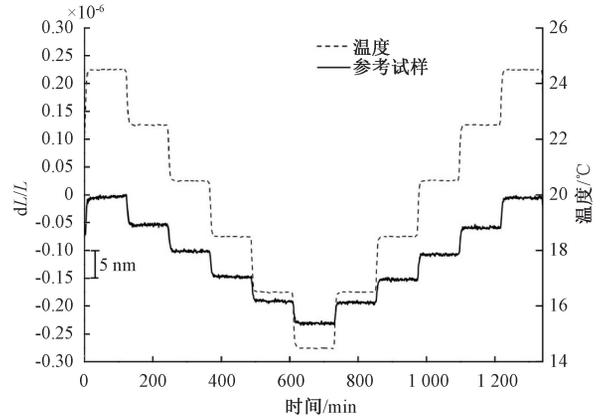


(a) 标准版热膨胀仪  
(a) Standard thermal expansion instrument

(b) 改进版热膨胀仪  
(b) Improved thermal expansion instrument



(c) 新型高级热膨胀仪  
(c) New advanced thermal expansion instrument



(d) 小温度范围内长时间的CTE测量结果  
(d) CTE measurement results over a long time in a small temperature range

图 4 肖特公司热膨胀仪的发展与 CTE 测量<sup>[48-50]</sup>

Fig. 4 Development of Schott's thermal expansion instruments and the CTE measurement

结果产生负面影响。因此,在对 ULE 材料进行更高精度的 CTE 测量时,需要严格控制顶杆法要求的环境条件和操作规范,才可能实现 CTE 测量的目标精度。

2) 干涉法

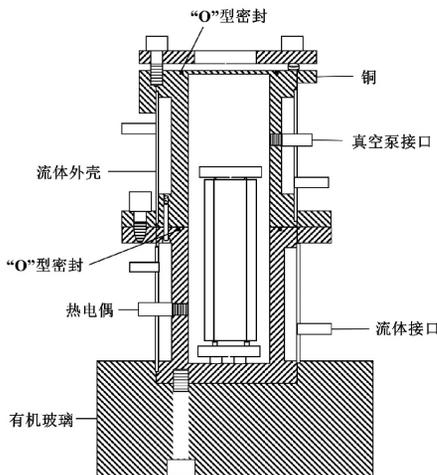
基于干涉法的热膨胀仪,其 CTE 测量精度可以达到  $10^{-9}/^{\circ}\text{C}$  量级,这有效弥补了顶杆式测量法精度上的不足,通常用于 ULE 热膨胀系数的标定或更高精度领域的 CTE 测量。干涉法的基本原理为:在特定环境下,以一定的升温速率加热试样至设定的温度,测量试样的长度变化,记录温度变化,计算试样在一定温度范围内的平均线热膨胀系数或特定温度下的瞬时线热膨胀系数<sup>[51]</sup>。其中,试样的长度变化采用激光干涉仪进行测量,即通过激光干涉仪测量试样长度随着温度变化引起的干涉条纹变化量,根据干涉条纹变化量计算出试样的长度变化量。因此,只要测得在温度变化量  $\Delta T$  下的干涉条纹移动数目  $\Delta N$ ,并根据样品初始长度  $L_0$ ,根据如式(4)所示公式

可计算出材料在该温区内的平均线热膨胀系数<sup>[52]</sup>,即:

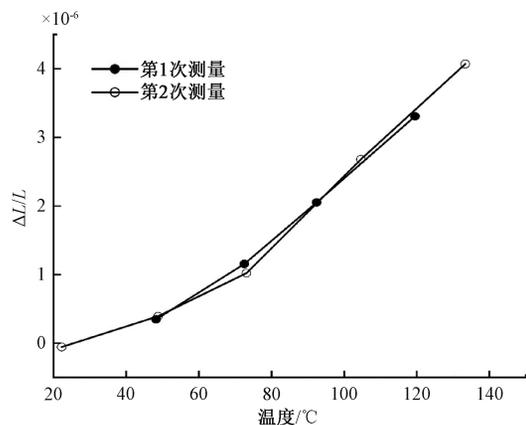
$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0 \times \Delta T} = \frac{\lambda \times \Delta N}{2L_0 \times \Delta T} \quad (4)$$

Plummer 等<sup>[45]</sup>采用如图 5(a) 所示的斐索干涉式热膨胀仪对康宁的 ULE 材料进行了绝对 CTE 测量,其测量结果如图 5(b) 所示。根据图 5(b) 测量的热膨胀量得出,在  $5^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$  平均 CTE 最大测量误差为  $7 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ 。美国亚利桑那大学的 Berthold 等<sup>[53]</sup>将 ULE 试样作为法布里-珀罗标准具的间隔,设计了如图 5(c) 所示的 CTE 测量系统,其 CTE 测量结果如图 5(d) 所示,分析实验数据得出,绝对 CTE 测量精度可达到  $10^{-9}/^{\circ}\text{C}$  量级。

日本产业技术综合研究所(national institute of advanced industrial science and technology, AIST)的 Takeichi 等<sup>[54]</sup>所带领的研究团队研发了高精度双光路外差干涉仪,该测量系统如图 6(a) 所示,使用干涉仪直接测量试样长度的变化,提供绝对 CTE 测量。为了抑制



(a) 斐索干涉热膨胀仪  
(a) Fessler interferometric thermal expansion instrument



(b) ULE 的热膨胀量测量结果  
(b) Thermal expansion measurement results of ULE

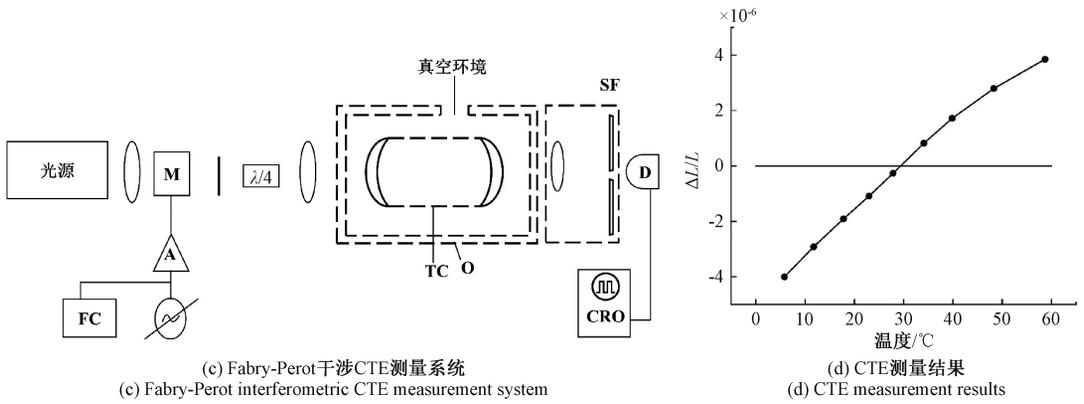


图5 基于干涉法的ULE材料热膨胀系数测量<sup>[45,53]</sup>

Fig.5 Measurement of the coefficient of thermal expansion for ULE materials using interferometry

基于双光路外差法的激光干涉膨胀仪

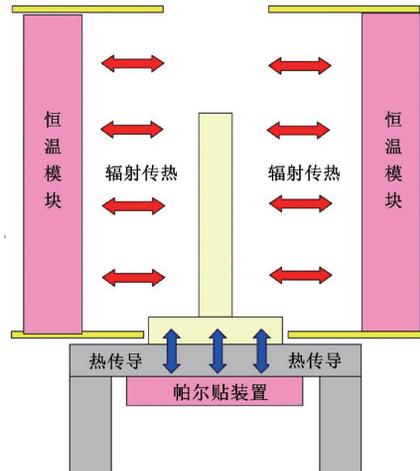
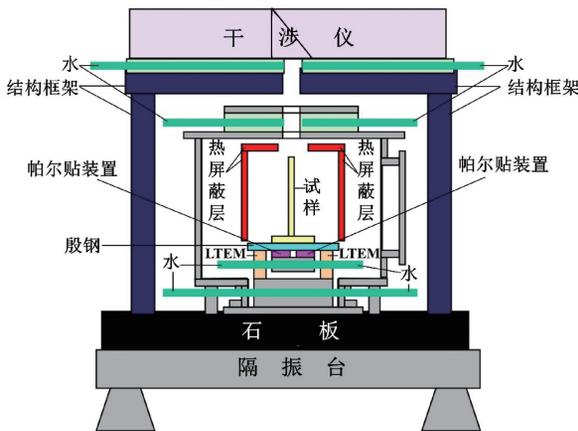
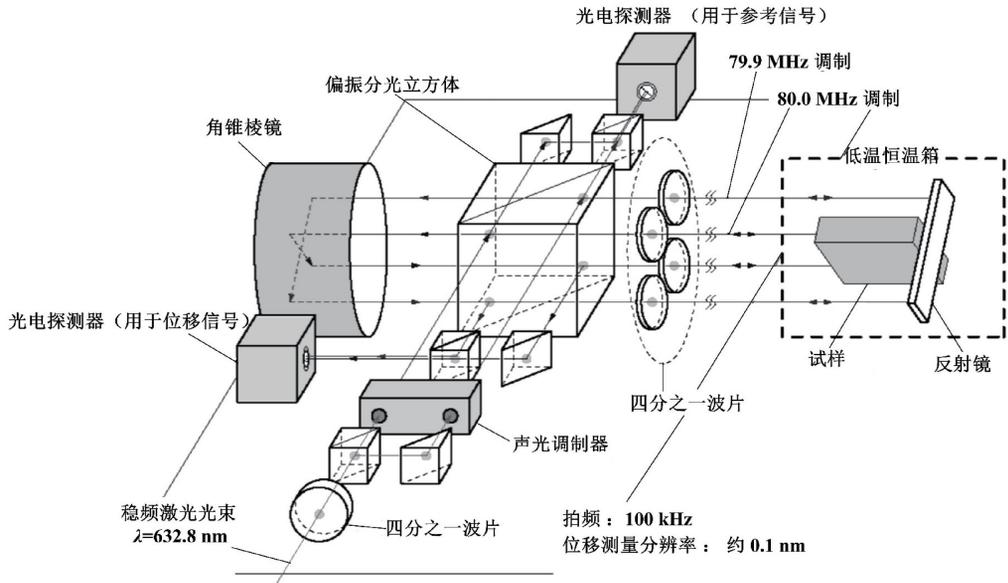


图6 基于双光路外差干涉仪与精密温控的高精度CTE测量系统<sup>[54]</sup>

Fig.6 High-precision CTE measurement system based on a dual-path heterodyne interferometer and precision temperature control

样品倾斜, Takeichi 等<sup>[54]</sup> 围绕膨胀仪组件结构进行了优化, 优化后的结构如图 6(b) 所示, 采用恒温模块和帕尔贴装置可使样品内部的温度保持均匀; 样品被固定在样品架上形成一个倒 T 形, 这种结构被认为是避免样品倾斜的最佳结构。样品的精密温度控制单元如图 6(c) 所示, 样品温度主要由恒温区确定, 从样品到接触板的热传导由帕尔贴装置调节, 以提高样品温度的均匀性。双光路外差干涉仪, 采用频率稳定的激光器作为光源, 可以优于 1 nm 的分辨率进行位移测量, 产生高精度 ( $<10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ ) 的 CTE 测量结果。

此外, 康宁的 Badami 等<sup>[55]</sup> 基于迈克尔逊干涉原理, 研发了一种高精度热膨胀仪, 该热膨胀仪包括单端测量、不带/带辅助光学器件的双端测量 3 种形式。

单端测量法的示意图如图 7(a) 所示, 该方法的 CTE 测量原理如图 7(b) 所示。这种结构允许在不放置样品的情况下仅对底座进行测试, 进而实现无加载空白测试, 以评估整个系统的稳定性, 且操作方法简单直接, 适用于一些特殊样品结构, 同时可以降低测量系统的复杂性。然而, 这种形式的热膨胀仪会受到样品结构的限制, 无法完全消除样品整体运动对测量结果的影响, 其测量不确

定度为  $(5\sim 60)\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ 。不带辅助光学器件的双端测量配置如图 7(c) 所示。该系统直接在样品的两端进行测量, 其测量原理如图 7(d) 所示, 它由两个独立的迈克尔逊干涉仪组成, 每个干涉仪具有独立的参考臂, 形成相互参考。因此, 通过减少参考臂的长度, 可以减少因参考臂的绝对膨胀引入的不确定度, 有效地缩短了测量回路并提高了其稳定性。但该方法也有一个明显的缺点: 两个传感器通过框架相连, 形成一个测量回路, 框架尺寸的变化与样品长度的变化无法区分, 最终, 双端热膨胀仪 CTE 的测量不确定度达到了  $(8\sim 40)\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ 。带辅助光学器件的双端测量热膨胀仪如图 7(e) 所示, 其测量原理是利用样品作为间隔, 构建形成一个高精度的法布里-珀罗标准具, 如图 7(f) 所示。在这种结构中, 具有高反射涂层的反射镜与样品的两端进行光学接触, 通过标准频率来确定探测激光的频率, 光程变化由标准具的谐振频率变化来度量。与之前方法相比, 这种位移测量方法具有极高的灵敏度(可感知的热膨胀率量级约为  $10^{-11}$ ), CTE 的测量精度能达到  $1\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ , 整体的不确定性约为  $5\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ 。康宁研发的 3 种形式的热膨胀仪的测量不确定度如表 1 所示。

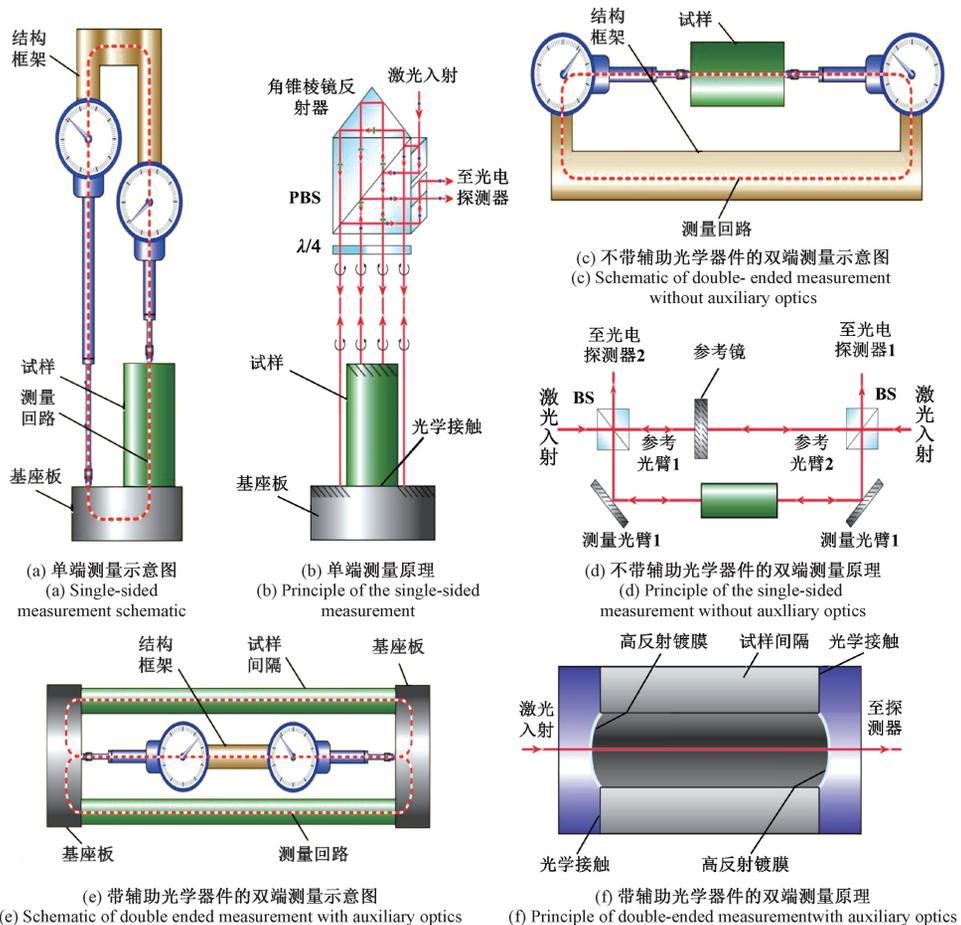


图 7 康宁公司不同结构形式的热膨胀仪<sup>[55]</sup>

Fig. 7 Different CTE measurement topologies developed by Corning

表1 不同形式的热膨胀仪测量不确定度  
Table 1 Measurement uncertainty of different forms of thermal expansion meters

热膨胀仪的形式	不确定度评估
单端测量	$(5\sim 60)\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$
双端测量	$(8\sim 40)\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$
带辅助双端测量	$(5\sim 10)\times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$

从日本 AIST 和美国康宁各自研发热膨胀仪的过程可以看出,对核心测量部件的优化与改进,是提高 CTE 的测量精度的重要手段,这一进程不仅体现了测量技术的进步,也反映了高精度测量设备在提升材料性能方面的关键作用。

国内在干涉法 CTE 测量方法研究和系统研制方面鲜有公开报道,目前可查的资料显示,仅有上海依阳实业公司和北京长城计量测试技术研究所两家单位开展了高精度干涉法热膨胀仪自主研制:

(1)国内上海依阳实业公司 2015 年公开的激光干涉法热膨胀测定仪技术说明书(<http://www.eyoungindustry.com/2013/1024/46.html>)中指出,该公司沿用康宁自研的高精度热膨胀仪中的单端形式光路系统,设计了两个独立的光学测量通道,可同时进行中温和高温试样的热膨胀系数测量。该装置的所有光学元件均放置于恒温腔中,具有稳定的温度环境,测试的温度覆盖了 $-20^{\circ}\text{C}\sim 1\,400^{\circ}\text{C}$ 的范围,可满足 $50\sim 65\text{ mm}$ 长的试样测量,可实现 $10^{-8}/^{\circ}\text{C}$ 量级的 CTE 测量。

(2)北京长城计量测试技术研究所蔡静研究员在第二届全国光电测量测试技术及产业发展大会口头报告中介绍了她所在研究团队借助双光束非共轴对称式激光干涉光学系统,研制了一套高精度热膨胀系数测量系统。

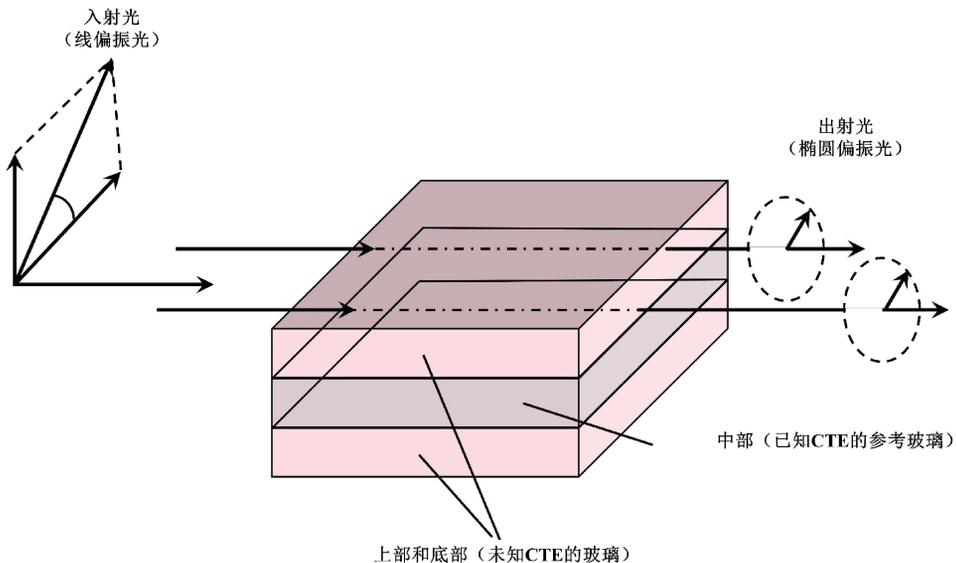


图8 用于光弹性法 CTE 测量的对称夹层密封结构

Fig. 8 Symmetrical sandwich seal construction for photoelastic CTE measurements

该系统采用非共轴共光路式设计,将测量臂与参考臂的噪声相互抵消,将角锥镜作为反射器,对干涉仪光路部分进行恒温且真空控制,该设计提高了干涉系统的稳定性。CTE 测试温度覆盖了 $-180^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 的范围,可满足 $20\sim 30\text{ mm}$ 长的试样测量,测量精度可达到 $10^{-8}/^{\circ}\text{C}$ 量级。

干涉法可实现极低量级 CTE 的高精度测量,进而满足超精密光学工程领域需求。但干涉式热膨胀仪本身具有的复杂性、高昂成本以及对试样尺寸和操作环境的严格要求,一定程度上限制了该技术在 CTE 检测方面的工程应用和发展。

### 3) 光弹法

光弹法是采用三明治密封结构高精度测量 CTE 的方法。其测量原理为:两种热膨胀系数不同的材料在高温下被封接成一个复合结构后,在冷却至室温的过程中,由于收缩不均会产生残余应力。该应力会使透明材料(如玻璃)产生双折射效应,进而引发可通过偏振仪测量的光学延迟。最终,通过测量光学延迟,并利用理论模型进行计算,便可反推出两种材料间热膨胀系数的差值或绝对值,这是一种间接测量法<sup>[56-57]</sup>。

1969 年康宁公司的 Hagy 等<sup>[58]</sup>提出了利用夹层密封技术(三明治密封结构)来测量超低膨胀石英玻璃的热膨胀系数。光弹法测量 CTE 的原理如图 8 所示。这个结构由两种具有不同热膨胀系数的玻璃层叠而成,包含 3 块等厚的矩形玻璃板,其中两块玻璃板的热膨胀系数相同,用作密封结构的上下两层;而第 3 块玻璃板的热膨胀系数不同,作为中间的密封层。在堆叠结构中,3 块玻璃板被加热至超过软化点,以熔融方式黏合在一起,形成密封。接着,对整个密封结构进行严格的退火处理,以消除由于温度梯度产生的残余应力。最终,密封结构中仅存的残余应力是由于两种玻璃的热膨胀系数差异造成的。

通过光弹法,在高温(例如 300℃)和室温下测量光学延迟,根据如式(5)所示的关系,可得到玻璃弹性范围内的热膨胀系数差值<sup>[56]</sup>,即:

$$\alpha_d = \frac{\lambda(R_0 - R_T)}{180K_c d_B (T_T - T_0)} \left[ \frac{1}{E_B} + \frac{S_B}{E_A(S_{A1} + S_{A2})} \right] \times 10^6 \quad (5)$$

式中: $\alpha_d$ 为未知样品与已知标准样品的热膨胀系数差值,单位为 $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ;  $\lambda$ 为入射光的波长,单位为 nm;  $R_0$ 为偏振分析仪在低温下的读数,  $R_T$ 为偏振分析仪在高温下的读数,单位为角度( $^{\circ}$ );  $K_c$ 为试样的应力光学常数,单位为 $(\text{nm}/\text{cm}) \cdot \text{Pa}$ ;  $d_B$ 为标准样品的密封层厚度,即光路长度,单位为 cm;  $T_T$ 与  $T_0$ 分别是高温和低温下的温度,单位为 $^{\circ}\text{C}$ ;  $E_A$ 和  $E_B$ 分别为未知样品的和已知标准样品的弹性模量,单位为 Pa;  $S_{A1}$ 、 $S_{A2}$ 和  $S_B$ 分别为未知样品(上层和下层)和已知标准样品的截面积,单位为  $\text{m}^2$ 。

结合已知标准样品的热膨胀系数,可以实现对超低膨胀玻璃热膨胀系数的准确测量。Hagy 等<sup>[58]</sup>提出的光弹法测量 CTE 差值的不确定度达到了  $0.15 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ , 远远高出顶杆法和干涉法,但是不足之处也很明显,光弹法属于取样测量,且需要借助已知的 CTE 标准样品,才能实现 CTE 的测量。

## 2.2 无损检测法

取样标定法可提供准确的热膨胀数据,但不可避免会对材料造成一定程度的损坏与浪费,无法对 ULE 材料进行全口径无损 CTE 测量。无损检测作为一种被广泛应用的技术,它可在不损伤被检对象的前提下,探测其物理性质、状态及内部结构是否存在开裂、夹杂等状况<sup>[59]</sup>。鉴于此,本部分将重点讨论 CTE 的无损检测方法。这些方法可在不破坏 ULE 完整性的前提下进行 CTE 快速测量,确保了材料在后续高性能应用中的利用率和可靠性。

### 1) 折射率测量法

美国的 Hrdina 等<sup>[60]</sup>通过实验证实了 ULE 材料内部折射率变化与其 CTE 分布之间存在相关性,并提出了一种无损测量 ULE 内 CTE 变化的新方法。在实验中, Hrdina 等<sup>[60]</sup>首先使用干涉仪对 4 块绝对热膨胀系数值在  $(-25 \sim 0) \times 10^{-9}/\text{K}$  的 ULE 样品( $152 \text{ mm} \times 152 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ )进行折射率测量。随后,使用超声法对 ULE 样品的 CTE 进行了测量。最后,将折射率与 CTE 数据绘制为位置的函数,结果如图 9 所示。图中的方形数据点为超声波每间隔 6 mm 测量的 CTE 值,样品折射率变化则以 225  $\mu\text{m}$  的间距进行测量,用近乎连续的实线表示。

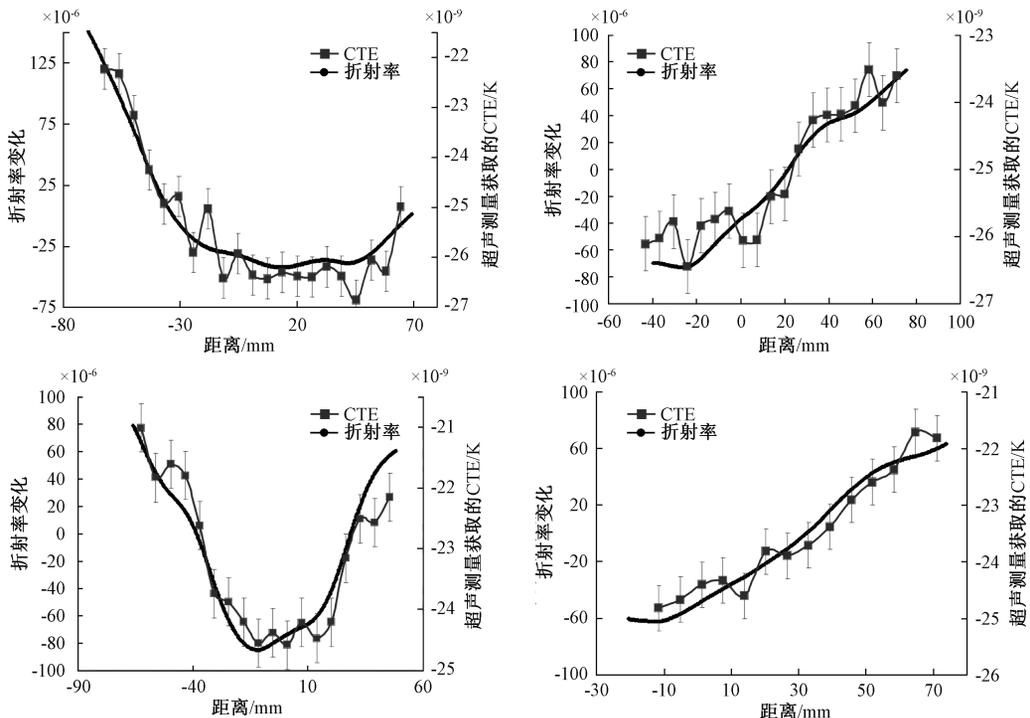


图 9 折射率随 CTE 变化的函数关系<sup>[60]</sup>

Fig. 9 Relationship between refractive index and CTE

从图 9 可知,无论 CTE 的分布和绝对值如何,折射率的变化都与 CTE 的变化明显相关。Hrdina 等<sup>[60]</sup>通过对数据进行拟合分析,给出了 ULE 试样的拟合结果:对

于  $(41.7 \pm 3.7) \times 10^{-6}$  的折射率变化,预期变化的 CTE 为  $1 \times 10^{-9}/\text{K}$ ,两者拟合优度  $R^2$  为 0.93。折射率测量法所得 CTE 的峰谷值(peak-to-valley, PV)为  $0.07 \times 10^{-9}/\text{K}$ ,

该值在3个标准偏差下,比超声波方法提高了17倍(超声波法典型精度为 $1.23 \times 10^{-9}/K$ )。此外,Harper等<sup>[61]</sup>还发现,折射率法可以测量更薄的样品,大约为 EUVL 光掩模的厚度(约 6.35 mm),不过测量精度略有下降。

2) 线聚焦超声扫描法

日本东北大学的 Arakawa 等<sup>[62]</sup>提出了一种利用线聚焦超声材料表征系统(line-focus-beam ultrasonic material characterization, LFB-UMC)评估 CTE 的方法,该方法以非破坏和非接触的方式,通过测量泄露表面声波(leaky surface acoustic waves, LSAW)的相位速度,对 ULE 的 CTE 进行评估,旨在为 EUVL 应用筛选出 CTE 绝对值 $<5 \times 10^{-9}/^{\circ}C$ 且分布均匀的 ULE 材料。具体原理为:使用水作为耦合剂,采用超声频率为 225 MHz 的 LFB-UMC 系统来测量 ULE 材料的 LSAW 速度,测量原理如图 10(a)所示。当线聚焦超声波通过水耦合剂聚焦到样品表面时,以临界角 $\theta_{LSAW}$ 入射在样品表面激发 LSAW,并在样本表面传播。通过改变 LFB 超声装置与 ULE 之间的距离 $z$ 可以获得 $V(z)$ 曲线,进而分析 LSAW 的传播特性<sup>[63]</sup>。ULE 玻璃典型的 $V(z)$ 曲线如图 10(b)所示,通过 FFT 进行分析的频谱分布如图 10(c)所示。其中 LSAW 波的入射角 $\theta_{LSAW}$ 根据如

式(6)所示关系得出,即:

$$\theta_{LSAW} = \sin^{-1}(k_{LSAW}/k_w) \tag{6}$$

式中: $k_{LSAW}$ 是 LSAW 在水中的波数; $k_w$ 是纵波在水中的波数。

$V(z)$ 曲线的振荡间隔 $\Delta z$ 取决于两个相量之间的相对相位差,如式(7)所示。

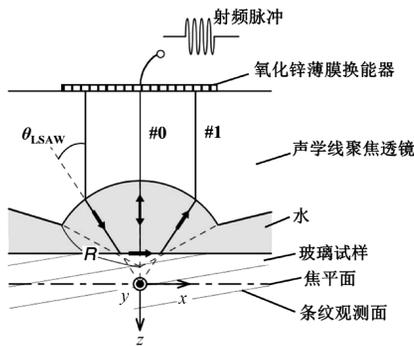
$$\Delta z = \frac{\pi}{k_w \times (1 + \cos\theta_{LSAW})} \tag{7}$$

LSAW 速度 $V_{LSAW}$ 由 $V(z)$ 曲线的振荡间隔 $\Delta z$ 、 $V_w$ 以及 $f$ 共同确定,如式(8)所示。

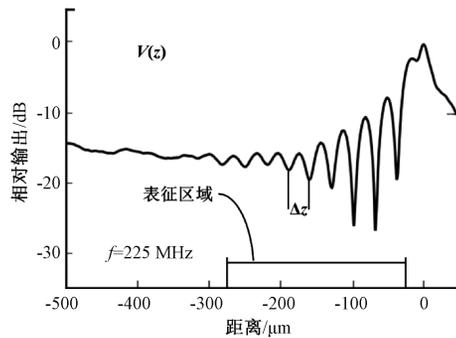
$$V_{LSAW} = \frac{V_w}{\sqrt{1 - \left(1 - \frac{V_w}{2f \times \Delta z}\right)^2}} \tag{8}$$

式中: $V_w$ 是超声纵波在水中的传播速度; $f$ 为超声系统频率,其值为 225 MHz。

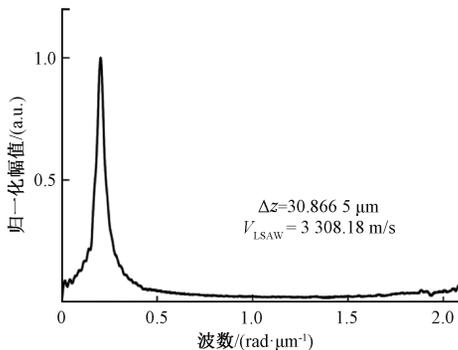
Kushibiki 等<sup>[64]</sup>的研究还发现,当超声频率为 225 MHz 时,LSAW 对 CTE 的灵敏度为 $(4.41 \times 10^{-9}/^{\circ}C)/(m \cdot s^{-1})$ 。因此,为了确保 ULE 材料的 CTE 可以满足 EUVL 应用所需的 $(0 \pm 5) \times 10^{-9}/^{\circ}C$ 以内的标准,LSAW 速度变化必须控制在 $\pm 1.13$  m/s 以内,LFB-UMC 系统对 CTE 的具体测量评估流程如图 10(d)所示。



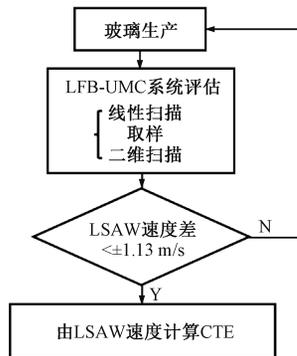
(a) 基于LFB-UMC系统的 $V(z)$ 曲线测量原理  
(a) Measurement principle of the  $V(z)$  curve based on the LFB-UMC system



(b) 7972 ULE试样在225 MHz下典型的 $V(z)$ 曲线  
(b) Typical  $V(z)$  curve measured for ULE-7972 specimen at 225 MHz



(c) FFT分析的 $V(z)$ 曲线频谱分布  
(c) Spectral distribution analyzed by FFT for the  $V(z)$  curve



(d) 基于LFB-UMC系统的EUVL级ULE玻璃评估、质量控制与筛选流程  
(d) Flowchart for evaluation, quality control, and selection of EUVL-grade ULE glass using the LFB-UMC system

图 10 EUVL 级 ULE 玻璃的 LFB 评估:原理、 $V(z)$  曲线、频谱分析与筛选流程<sup>[62-64]</sup>

Fig. 10 LFB evaluation of EUVL-grade ULE glass: Principle,  $V(z)$  curve, spectral analysis, and selection flowchart

根据图 10(d) 的流程,使用 LFB-UMC 系统对 ULE 进行评估,若 LSAW 的速度差异在  $\pm 1.13 \text{ m/s}$  的范围,则表明所检测的 ULE 材料符合 EUVL 应用标准(CTE 在  $\pm 5 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ )。2009 年 Kushibiki 等<sup>[65]</sup>使用 LFB-UMC 系统测量获取了康宁 7972 牌 ULE 样品的 CTE ( $22^\circ\text{C}$ ) 与 LSAW 之间的关系,如式(9)所示,其 CTE 测量不确定度达到  $0.72 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ 。

$$\text{CTE}(22^\circ\text{C}) = 4.31 \times (V_{\text{LSAW}} - 3302.02) \quad (9)$$

线聚焦超声扫描法能在 ULE 材料批量生产阶段的质量控制和筛选中能发挥关键作用,也能以较高的精度测量出 CTE 的值,但其测量系统的复杂性一定程度上限制了该方法进一步应用。

### 3) 超声纵波声速法

康宁在 ULE 的研发过程中,使用了多种方法来测量热膨胀系数,并不断提出新的方法。从干涉法测量、光弹性技术到超声无损 CTE 测量技术的开发,最终,康宁公司的 Hagy<sup>[66]</sup>及其团队使用超声纵波声速法将 ULE 热膨胀系数的测量精度提升到  $10^{-9}/^\circ\text{C}$  量级。

超声法测量 CTE 的测量原理为:材料中的纵波声速  $c_L$  与杨氏模量  $E$  之间存在明确的物理关系,如式(10)所示,而材料的热膨胀系数  $\alpha$  在一定温度范围内与杨氏模量呈指数关系,如式(11)所示。对于同种材料,通过将杨氏模量作为中间变量进行理论推导与简化,可建立超声纵波声速  $c_L$  与热膨胀系数  $\alpha$  之间的直接定量关系,如式(12)所示。因此,通过精确测量超声纵波声速,即可实现对大尺寸 ULE 材料热膨胀系数的无损、全口径检测。

$$c_L = \sqrt{\frac{E \times (1 - \nu)}{\rho \times (1 + \nu) \times (1 - 2\nu)}} \quad (10)$$

$$E = k_1 \times e^{k_2 \times \alpha_m} \quad (11)$$

$$\alpha_m = k \times \ln(c_L) + \alpha_0 \quad (12)$$

式中: $c_L$  为超声纵波声速; $E$  为材料杨氏模量; $\nu$  为材料泊松比; $\rho$  为材料密度; $k_1$ 、 $k_2$  和  $k$  为材料特性有关的常数; $\alpha_m$  为材料在特定温度范围内的平均热膨胀系数。

超声纵波声速法因其具有可检测深度大、灵敏度高、成本低、操作方便、效率高和对人体无害等优点,已在 ULE 热膨胀系数及其均匀性无损检测得到了应用验证<sup>[67]</sup>。

1973 年 Hagy 等<sup>[25]</sup>根据材料的纵波声速与杨氏模量有关这一性质,推断出 ULE 的热膨胀系数与其自身纵波声速有关。为了分析超声纵波声速对与 ULE 的热膨胀系数之间的定量关系,Hagy 等<sup>[25]</sup>利用超声纵波对厚度为  $25.4 \sim 177.8 \text{ mm}$ ,  $5^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$  的平均 CTE 为  $(-0.03 \sim 0.06) \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$  的 104 个 ULE 坩料进行了研究,其中 33 个坩料进行了控温测量。首先,Hagy 等<sup>[25]</sup>从每个 ULE 坩料边缘取样,经过严格退火后,进行 CTE 的绝对

测量。随后,在取样附近的相邻位置进行超声波纵波声速测量,将测得的声速与测量的绝对 CTE 值进行线性拟合,建立了 ULE 热膨胀系数与超声纵波声速的线性关系模型。结果表明,104 个 ULE 坩料中,进行了温控测量的 ULE 坩料的 CTE 标准差为  $7 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ ,没有经过控温测量的 ULE 坩料的 CTE 标准差为  $12 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ 。

为了进一步提高测量热膨胀系数的精度,Hagy 等<sup>[66]</sup>在特定条件下对 ULE 坩料进行了声速测量,从 33 个经过控温处理的 ULE 块体中选取了 31 个进行改进研究。这些坩料经过退火和精磨后,被放入  $26^\circ\text{C}$  的水中水浴加热。当坩料与水的温度达到一致时,保持恒温状态 1 h 以上,然后对坩料进行超声测量。研究结果表明,通过控温、退火和表面精磨处理,超声法测量 ULE 块体热膨胀系数不确定度降低了  $(1 \sim 2) \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ ,准确度达到了  $\pm 2 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ 。此后,康宁公司又对超声法进行不断优化,最终将超声法的检测精度提升到  $\pm 1 \times 10^{-9}/^\circ\text{C}$ 。

针对如图 11(a)所示的大尺寸 ULE 块体 CTE 的全口径检测,Vanbrocklin 等<sup>[68]</sup>开展了相关研究,其 CTE 超声测量过程如图 11(b)所示。具体流程为:研究人员首先对待测的大尺寸 ULE 块体表面进行了研磨,以确保其上下表面平整且相互平行,然后将超声探头与玻璃不同径向位置通过耦合剂进行耦合。采用精度 2 ns 的时间间隔测量仪测量了径向不同位置处的超声波传播时间,采用精度 1.2 ns 的脉冲回波重叠系统测量了块体边缘位置处的声波传播时间。块体边缘厚度由精度  $0.508 \mu\text{m}$  的线性高度尺测得,沿径向其他位置与块体边缘位置的厚度差由精度  $1.8 \mu\text{m}$  的 LVDT 厚度差测量仪测得,二者相结合即可确定径向其他待测位置处的厚度值。将测得的厚度和传播时间代入式(13),即可计算出径向不同位置处的声速,由它们之间的差值和已建立的超声 CTE 测量模型即可推算出大尺寸 ULE 块体径向不同位置处的相对 CTE 差值<sup>[25]</sup>,即:

$$\begin{cases} c_i = \frac{2d}{(S_i - k_i)} \\ c_i = \frac{2d}{S_p} \end{cases} \quad (13)$$

式中: $c_i$  和  $c_p$  是分别由时间间隔测量仪和脉冲回波重叠系统测得的声速; $S_i$  和  $S_p$  是分别由时间间隔测量仪和脉冲回波重叠系统测得的声波传播时间; $d$  是玻璃厚度; $k_i$  是修正系数,由时间间隔测量仪的未定误差确定。

接着沿径向以  $50.8 \text{ mm}$  的步长将超声探头从块体中心点移动到边缘位置,测量并计算块体上各个径向位置的相对声速差和相对 CTE 差值,考虑到玻璃制造工艺导致材料 CTE 固有的径向对称性,仅需沿一条半径线移动探头就可以完成 ULE 的全口径 CTE 测量,如图 11(c)所示;然后,在块体边缘位置点区域切取样品,进行恒

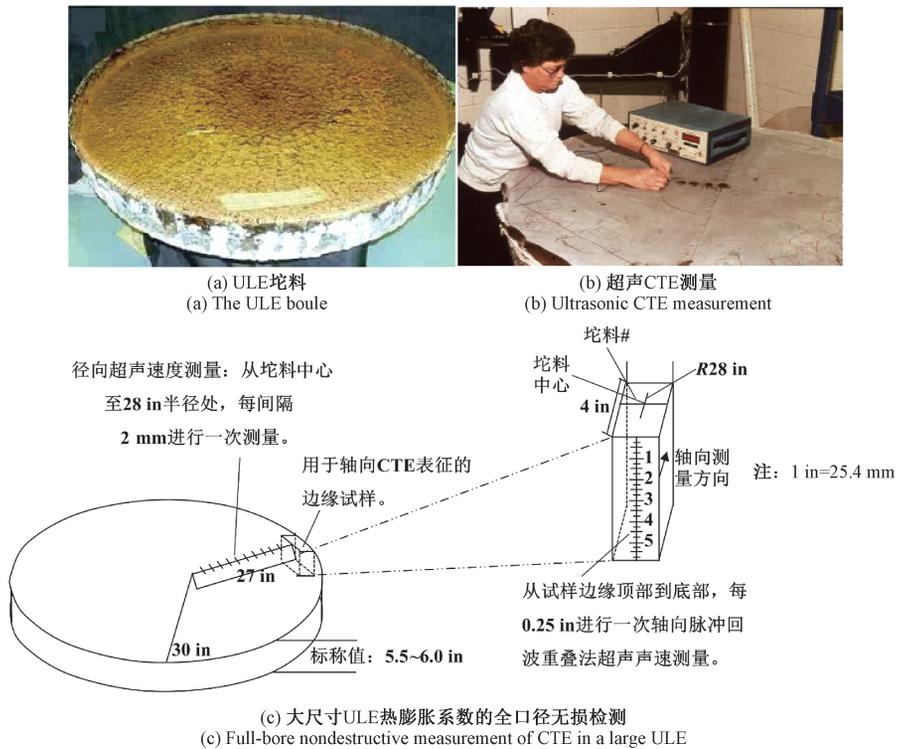
图 11 大尺寸 ULE 块体 CTE 的超声直接接触式测量<sup>[68]</sup>

Fig. 11 Ultrasonic direct contact measurement of the CTE in a large ULE boule

温  $26^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  水浴控制并达到热平衡后, 测量其声速并代入超声 CTE 测量模型, 即可实现块体边缘位置点绝对 CTE 值的测定; 最后, 结合相对 CTE 差值可以获取所有其他径向位置点的绝对 CTE 值, 进而实现对大尺寸 ULE 块体 CTE 的全口径无损检测。

因为超声速度和 CTE 都与  $\text{TiO}_2$  含量呈线性相关, 所以简单地测量超声波通过给定厚度的 ULE 的传播时间就可以得到玻璃的热膨胀系数<sup>[69]</sup>, 自 1973 年以来, 康宁公司将 ULE 的超声波检测法作为一项专利技术, 成功地用于 ULE 产品的过程控制和检测标准认证。

2017 年中国科学院光电技术研究所也开始 ULE 材料超声 CTE 测量技术研究和装置研制, 以实现大尺寸 ULE 材料热膨胀系数全口径无损检测<sup>[67]</sup>。2023 年 Wei 等<sup>[70]</sup> 使用超声纵波声速法对 ULE 块体 CTE 的无损检测展开了研究。利用水浸脉冲回波法测量 ULE 试样中的超声信号, 其测量原理如图 12(a) 所示。记原始声波  $S_0$  在时间零点 (脉冲发出时刻) 的时间为  $t_0$ , 第 1 次表面回波  $S_1$  与第 1 次底波  $B_1$  的时间间隔为  $t_1$ ,  $B_1$  与第 2 次底波  $B_2$  的时间间隔为  $t_2$ , 设试样厚度  $d$ , 则可以得出如式(14)所示的关系, 即:

$$t_1 = t_2 = \frac{2d}{c_L} \quad (14)$$

由式(14)进一步得到的超声纵波声速的计算公式

如式(15)所示。

$$c_L = \frac{2d}{t_1} = \frac{2d}{t_2} \quad (15)$$

其中, 超声波的传播时间 (time of flight, TOF) 通过对回波信号进行相关运算得出。该方法基于信号互相关原理, 能有效抑制噪声干扰, 是信号处理中广泛应用的一种高精度时延估计技术<sup>[71-73]</sup>。结合试样的厚度就可计算出超声波在 ULE 试样中的传播速度<sup>[74]</sup>。采用激光热膨胀干涉仪对 ULE 试样进行了 CTE 标定后, 通过最小二乘法拟合了测量得到的  $c_L$  与标定 CTE 数据  $\alpha_p$ , 如图 12(b) 所示; 获得的  $c_L$  与  $\alpha_p$  的线性拟合方程如式(16)所示<sup>[70]</sup>。

$$\alpha_p = 2.3355c_L - 13439 \quad (16)$$

根据相关文献表明<sup>[25,66]</sup>, CTE 与超声纵波声速之间有很好的线性关系, 截距与斜率总是保持在一个范围内: 截距  $\alpha_0$ :  $(-13509.59 \sim -13346.39) \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ ; 斜率  $k_0$ :  $(2.323 \sim 2.52) \times (10^{-9}/^{\circ}\text{C}) / (\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$ 。

由式(16)可知, 文献[70]所得到的测量模型完全处于相关文献报道值所在的范围, 可以通过此模型来对 ULE 进行 CTE 测量。

Wei 等<sup>[70]</sup> 使用超声纵波声速法所测量的总体 CTE 不确定度为  $2.12 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$  (试样长度为 50 mm), ULE 材料热膨胀系数均匀性的 PV 值达到了  $6 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ , 与康

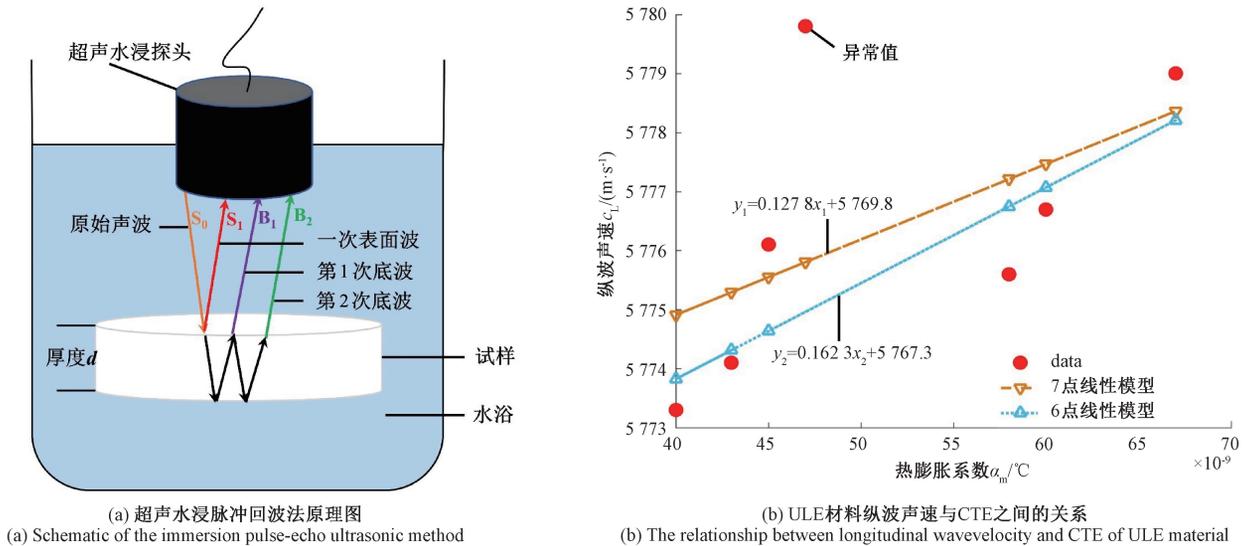
图 12 基于超声纵波声速法的 ULE 材料热膨胀系数表征<sup>[70]</sup>

Fig. 12 Characterization of the coefficient of thermal expansion in ULE material based on the ultrasonic longitudinal wave velocity method

宁产品报告给出的  $4 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$  十分相近,满足反射镜材料热膨胀系数的标准范围 ( $\text{PV} \leq 15 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ );模型预测 ULE 的 CTE 均方根误差为  $0.9 \times 10^{-9}/^{\circ}\text{C}$ ,满足工程应用需求。

由上述可见,超声纵波声速法是一种有效地测量 ULE 材料热膨胀系数的方法,该方法具有高灵敏度、低成本和对大尺寸材料进行全口径无损检测的能力。尽管存在对环境控制和标准样品校准的依赖,但超声法已在康宁公司等研究机构中成功得到应用,展现出其在大尺寸 ULE 材料热膨胀系数测量的适用性和实用性。

### 2.3 CTE 检测方法对比分析

#### 1) 取样标定法存在的不足与局限性

(1) 测量环境的一致性。上述的取样标定测量方法均易受环境因素如温度波动、振动和空气流动的影响,这些因素会直接导致 CTE 测量误差。因此,保证环境的一致性为精准测量 CTE 的必要条件。

(2) 测量部件优化和系统校准。定期对测量系统进行设备优化,发展更高精度的位移测量装置;定期对测量系统进行校准,并采取更先进的数据采集、校正、分析和不确定度评估方法,以确保 CTE 测量结果的可靠性和准确性。

(3) 试样尺寸增长带来挑战。由热膨胀系数定义可知,试样尺寸增长可提高 CTE 测量精度,但试样尺寸的增长同时也会引起样品腔内温度分布不均、光学干涉光程加长,进而导致折射率和光学误差增加,且更易受环境振动影响。因此,需要优化温度控制和真空控制,采取稳定防振措施来确保 CTE 测量的精确性和可靠性。

#### 2) 无损检测法存在的不足与关键问题

折射率法在 CTE 检测中,表现出了比超声波法更高的分辨率,但使用干涉仪测量折射率存在与干涉法测量 CTE 一样的问题,容易受到外界环境的影响。线聚焦超声扫描法可以选择出适合 EUVL 应用的 ULE 材料,但是其操作系统复杂且检测尺寸有限,目前尚未有相关研究报道关于两种方法在大尺寸 ULE 材料反射镜的 CTE 测量上的应用。超声纵波声速法有着快速和无损的特性,以及能逐点扫描以评估 ULE 材料热膨胀系数的均匀性,展现出了非常好的发展前景,对于后续 ULE 生产规模扩大和应用拓展极为重要。超声纵波声速法有着诸多优势,但对于 ULE 的 CTE 检测方面仍有以下关键问题需要进一步深入研究:

(1) ULE 材料的微观特性对声波传输的影响机理研究。对 CTE 测量精度多影响因素(材料厚度、应力、温度等)溯源分析,获取多因素耦合作用特性,进而修正超声 CTE 测量模型,使其满足 CTE 快速、高精度测量需求。

(2) 超声探测参数(如探头频率)对纵波声速的影响机理研究。不同频率的超声波在材料中传播会表现出不同的声速,因此,需要进一步研究确定最佳的探测频率,以提高声速测量的准确性和可靠性。

(3) 突破亚纳秒级精度超声 TOF 的提取技术,解决 ULE 材料声速及其均匀性高精度测量难题。

上述 ULE 材料热膨胀系数检测方法的基本原理、测量精度及其优缺点如表 2 所示;通过分析表中数据可以明显发现,在 ULE 材料的 CTE 检测方面,国内主要采用干涉法和超声纵波声速法,而其他方法未见相关报道。

表2 几种超低膨胀石英玻璃的CTE检测方法对比

Table 2 Comparison of CTE testing methods for several kinds of ultra-low expansion quartz glass

检测方法	检测原理	国外最高精度	国内最高精度	取样形式	商用化程度	最大可实现口径(约)	单点测量时间(约)	主要影响因素	解决方案与趋势	优缺点
顶杆法	LVDI <sup>[45,48]</sup> / 迈克尔逊干涉 仪 <sup>[49]</sup> /线性增 量编码器位移 测量 <sup>[50]</sup>	$3 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	未见报道	破坏 式取 样	已商用,非常 成熟如德国 Linseis,肖特	受限于样品尺寸, 通常为 $\Phi 6 \text{ mm} \times$ $100 \text{ mm}$ 的标样	数小时至数 十小时(含 升温和平 衡时间)	(1) 环境振动 与温度波动; (2) 样品与顶 杆接触应力	(1) 采用主动隔 振、高精度温控 系统;(2) 优化 样品支架与顶 杆材料(如钛硅 酸盐玻璃)	操作简单但精 度不足,易受 环境影响
干涉法	斐索干涉 <sup>[45]</sup> / 法布里-珀罗 干涉 <sup>[53]</sup> /双频 外差干涉位移 测量 <sup>[54]</sup> /迈克 尔逊干涉 <sup>[55]</sup>	$1 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	$1 \times 10^{-8} / ^\circ\text{C}$	破坏 式取 样	已商用,用于 高精度标定 (如康宁, AIST,国内依 阳实业)	通常为 $\Phi(50 \sim 65)$ mm 的样品。系统 复杂,难以直接测 量米级坯料	数小时至数 天(斐索法 可达两周)	(1) 环境振动、 空气折射率; (2) 温度均匀 性与稳定性	(1) 在真空、恒 温环境中测量; (2) 采用双光路 共光路设计抵 消环境噪声	精度较高但操 作复杂,对测 量环境要求较 高
光弹法	偏振计光学延 迟测量 <sup>[56-58]</sup>	$0.15 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	未见报道	破坏 式取 样	已商用,主要 用于康宁内 部工艺控制	取决于“三明治”结 构的尺寸,通常用 于实验室样品	制备样品耗 时数天,测 量本身较快	(1) 需要已知 CTE 的标准样 品;(2) 密封退 火工艺引入的 残余应力	(1) 建立和完善 标准样品库; (2) 精确控制退 火工艺曲线。 本质上是 CTE 差值测量,难以 直接普及	精度较高但实 现 CTE 的测 量依赖于标准 样品的已知 CTE 值,难以 工程化应用
折射率法	干涉仪折射率 测量 <sup>[60-61]</sup>	$0.07 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	未见报道	全口 径无 损	实验室验证 阶段,展示了 极高潜力,但 尚未见大规 模商用报道	已在 $152 \text{ mm}$ 见方 的样品上验证。理 论上可通过扫描测 量更大口径	较快(可实 现自动化扫 描)	(1) 同样受环 境振动、温度 影响;(2) 依赖 折射率匹配油	(1) 与干涉法一 样,需要稳定的 测量环境;(2) 核心在于建立 普适、高精度的 折射率-CTE 转 换数据库	可实现高精度 CTE 均匀性测 量,属间接测 量且对环境要 求较高
线聚焦超声扫描法	泄漏声表面波 相位速度测 量 <sup>[62-65]</sup>	$0.72 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	未见报道	全口 径无 损	已商用,用于 EUVL 级别材 料的筛选,如 日本东北大 学技术	受限于 LFB 装置的 运动机构和耦合液 池,适合检测数百 毫米口径的材料	快速(可实 现自动化扫 描)	(1) 系统复杂, 设备昂贵;(2) 需要液体耦合 剂	(1) 设备集成化 与自动化;(2) 主要用于在线 质量控制和分 选,而非绝对值 的全口径均匀 性测量	可实现一定范 围内 CTE 值 的判定,但测 量系统复杂
超声纵波声速法	超声纵波声速 测量 <sup>[25, 66-70]</sup>	$1 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	$2.12 \times 10^{-9} / ^\circ\text{C}$	全口 径无 损	已商用,是康 宁公司的专 利技术和核 心检测手段, 国内已实现 工程化	可实现米级及以上 口径坯料的全面检 测	快速(可逐 点扫描,效 率远高于取 样法)	(1) 声速测量 精度(TOF 提 取);(2) 材料 微观结构(应 力、密度)对声 速的影响	(1) 研发亚纳秒 级精度的 TOF 提取算法与硬 件;(2) 深入研 究多因素耦合 的声速-CTE 模 型进行修正	可实现 CTE 及其均匀性全 口径快速测 量,但对声速 测量精度要求 较高

此外,在已知的检测方法中,国内在多数 CTE 检测技术方面的精度仍与国外存在一定差距。然而,基于超声纵波声速法的 CTE 检测,国内已取得了显著进展,检测精度较高,接近国际领先水平。

### 3 结 论

本文系统综述了 ULE 的制备工艺、CTE 调控机制及 CTE 检测技术的研究进展,重点分析了取样标定法和无损检测法的原理、精度及优缺点,并对超声无损检测技术的未来发展进行了展望,得出的结论为:

1) 目前 ULE 的热膨胀系数检测技术中,传统取样标定法(如顶杆法、干涉法、光弹法)虽能实现高精度测量,但存在破坏性、操作复杂、测量周期长等局限性,且易受环境因素影响,难以满足大尺寸 ULE 材料全口径检测需求。无损检测法(如折射率法、线聚焦超声扫描法、超声纵波声速法)为材料整体性能评估提供了有效解决方案,尤其是超声纵波声速法在精度和实用性方面表现突出,国内检测精度已接近国际领先水平,但仍存在对声速测量精度要求高、微观特性对声波传输的影响机理不明确等问题。

2) ULE 材料的制备工艺与 CTE 检测技术密切相关。精确控制  $\text{TiO}_2$  含量是实现 ULE 超低热膨胀特性的关键,而 CTE 检测技术的发展又为 ULE 制备工艺的优化提供了重要支撑。未来,随着大尺寸、高性能 ULE 材料在天文观测、空间遥感和半导体制造等领域的需求不断增加,CTE 检测技术将朝着更高精度、更快速、全口径无损检测的方向发展。

3) 超声纵波声速法作为一种极具潜力的无损检测技术,在商用领域中极具优势,其测量效率高、成本相对较低,已成为引领行业发展的关键技术。但仍需突破以下关键问题:深入研究 ULE 材料微观特性对声波传输的影响机理,建立更精准的超声 CTE 测量模型;探究超声探测参数(如探头频率)对纵波声速的影响,确定最佳探测频率;突破亚纳秒级精度 TOF 提取技术,提高声速测量精度。此外,还需加强检测技术与人工智能、大数据等新兴技术的融合,提升检测的准确性和可靠性。

随着 ULE 在高端领域应用的不断拓展,亟须进一步完善 CTE 检测技术体系,突破关键技术瓶颈,开发高精度、全口径无损检测装备,推动大尺寸、高性能 ULE 材料的制备与应用,缩小与国际领先水平的差距,保障我国在相关领域的自主可控与创新发展。

### 参考文献

[ 1 ] ZHOU L X, WEI W Q, TANG Z SH, et al. Quantitative characterization of bubble defects in ultra-low expansion quartz glass via ultrasonic interaction [ J ]. *Materials*,

2025, 18(7): 1639.

- [ 2 ] 王婷,沈一春,钱宜刚,等. 低膨胀石英玻璃的制备技术与发展趋势[ J ]. *材料导报*, 2024, 38(S1): 142-144.  
WANG T, SHEN Y CH, QIAN Y G, et al. Preparation and development of low expansion quartz glass [ J ]. *Materials Reports*, 2024, 38(S1): 142-144.
- [ 3 ] MAIA J M, MARQUES P V S. Study on fs-laser machining of optical waveguides and cavities in ULE<sup>®</sup> glass[ J ]. *Journal of Optics*, 2024, 26(6): 065802.
- [ 4 ] FOX A, HOBBS T, EDWARDS M, et al. ULE design considerations for a 3 m class light weighted mirror blank for E-ELT M5[ C ]. *Advances in Optical and Mechanical Technologies for Telescopes and Instrumentation II*, 2016, 9912: 99123F.
- [ 5 ] 于雷,关铭,韩勛,等. 空间大口径轻质反射镜材料研究进展[ J ]. *中国建材科技*, 2020, 29(6): 92-95.  
YU L, GUAN M, HAN X, et al. Research progress of lightweight mirror materials in space remote sensor[ J ]. *China Building Materials Science & Technology*, 2020, 29(6): 92-95.
- [ 6 ] MA K, YANG Y CH, FENG X J. Low-pressure performance of a Fabry-Pérot cavity based optical pressure standard working at the zero-thermal-expansion temperature[ J ]. *Vacuum*, 2024, 221: 112861.
- [ 7 ] JOSE S A, ATWA Y, IQBAL F, et al. Fabrication of ultra-low expansion glass based double paddle oscillator[ J ]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2024, 34(10): 105006.
- [ 8 ] YANG SH X, ZHANG Y P, TAN W H, et al. Study of the birefringence noise in high-finesse ULE cavity[ J ]. *Optics & Laser Technology*, 2025, 181: 111660.
- [ 9 ] HRDINA K E, DURAN C A. ULE<sup>®</sup> glass with improved thermal properties for EUVL masks and projection optics substrates[ J ]. *International Journal of Applied Glass Science*, 2014, 5(1): 82-88.
- [ 10 ] CHIBA A, SUGAWARA M, YAMANASHI H, et al. Assessment of heat deformation and throughput for selecting mask substrate material for extreme ultraviolet lithography[ J ]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2002, 41(11R): 6498.
- [ 11 ] SHANIN YU I, YAGNYATINSKIY D A. Finite element analysis of thermo-stressed states of the telescope objective model for the Lira-B space experiment[ J ]. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2023, 96(7): 1742-1747.
- [ 12 ] CASAMENTI E, BRUNO A, BERNASCONI P, et al. High precision microscale 3D manufacturing of ultralow

- expansion glass by femtosecond selective laser etching[J]. *Journal of Laser Applications*, 2024, 36(4): 042067.
- [13] CARAPPELLA A P, DURAN C A, HRDINA K E, et al. ULE<sup>®</sup> glass for EUVL applications, a fictive temperature correlation[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2013, 367: 37-42.
- [14] 林弋戈, 方占军. 镱原子光晶格钟[J]. *物理学报*, 2018, 67(16): 160604.  
LIN Y G, FANG ZH J. Strontium optical lattice clock[J]. *Acta Physica Sinica*, 2018, 67(16): 160604.
- [15] ZHADNOV N O, KUDEYAROV K S, KRYUCHKOV D S, et al. Long ULE cavities with relative fractional frequency drift rate below  $5 \times 10^{-16}/s$  for laser frequency stabilization [J]. *Bulletin of the Lebedev Physics Institute*, 2020, 47(9): 257-261.
- [16] 李婷, 卢晓同, 周驰华, 等. 利用钟跃迁谱线测量超稳光学参考腔的零温漂点[J]. *物理学报*, 2021, 70(7): 112-117.  
LI T, LU X T, ZHOU CH H, et al. Zero-crossing temperature of ultra-stable optical reference cavity measured by optical transition spectrum [J]. *Acta Physica Sinica*, 2021, 70(7): 112-117.
- [17] WIEDERHORN S M, EVANS A G, FULLER E R, et al. Application of fracture mechanics to space-shuttle windows[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1974, 57(7): 319-323.
- [18] MAIA J M, MARQUES P V S. High-visibility Fabry-Pérot interferometer fabricated in ULE<sup>®</sup> glass through fs-laser machining [J]. *Optics & Laser Technology*, 2024, 176: 110976.
- [19] JIAO D D, WU M F, GAO J, et al. Development of fully self-controllable high-finesse optical reference cavities[J]. *Chinese Physics Letters*, 2025, 42(1): 013701.
- [20] EGAN P F. Expansivity of fused quartz glass measured within  $6 \times 10^{-10} K^{-1}$  [J]. *International Journal of Thermophysics*, 2024, 45(9): 131.
- [21] SPANGENBERG-JOLLEY J. Large mirror fabrication of low expansion glasses [J]. *Astrophysics & Space Science*, 1989, 160(1): 199-205.
- [22] SABIA R, EDWARDS M J, VANBROCKLIN R, et al. Corning 7972 ULE material for segmented and large monolithic mirror blanks[C]. *Optomechanical Technologies for Astronomy*, 2006, 6273: 627302.
- [23] 聂兰舰, 王玉芬, 向在奎, 等. 高性能光学合成石英玻璃的制备和应用[J]. *光学精密工程*, 2016, 24(12): 2916-2924.  
NIE L J, WANG Y F, XIANG Z K, et al. Preparation and application of high-performance synthetic optical fused silica glass[J]. *Optics and Precision Engineering*, 2016, 24(12): 2916-2924.
- [24] 刘志龙, 耿爱霞, 毛露路, 等. 超低膨胀玻璃的发展及应用[J]. *玻璃*, 2024, 51(7): 1-9.  
LIU ZH L, GENG AI X, MAO L L, et al. Development and application of ultra-low expansion glass[J]. *Glass*, 2024, 51(7): 1-9.
- [25] HAGY H E. High precision photoelastic and ultrasonic techniques for determining absolute and differential thermal expansion of titania-silica glasses [J]. *Applied Optics*, 1973, 12(7): 1440-1446.
- [26] HECKLE C, HRDINA K E, ACKERMAN B G, et al. Development of mask materials for EUVL [C]. *22nd Annual BACUS Symposium on Photomask Technology*, 2002, 4889: 1113-1120.
- [27] 符博, 王玉芬, 饶传东, 等. 低膨胀石英玻璃[C]. *2015年全国玻璃科学技术年会论文专集*, 2015, 4: 195-198.  
FU B, WANG Y F, RAO CH D, et al. Low thermal expansion quartz glass[C]. *2015 National Annual Conference on Glass Science and Technology*, 2015, 4: 195-198.
- [28] VANBROCKLIN R R, EDWARDS M J, WELLS B. Review of Corning's capabilities for ULE mirror blank manufacturing for an extremely large telescope [C]. *Optomechanical Technologies for Astronomy*, 2006, 6273: 627301.
- [29] 顾真安, 何明学, 黄富根, 等. 低膨胀石英玻璃[J]. *中国建材科技*, 1979(1): 30-34.  
GU ZH AN, HE M X, HUANG F G, et al. Low thermal expansion quartz glass [J]. *China Building Materials Science & Technology*, 1979(1): 30-34.
- [30] 马静. 大尺寸低膨胀玻璃基复合材料的注浆成型研究[J]. *玻璃*, 2025, 52(6): 57-62.  
MA J. Grouting molding of large-size low-expansion glass matrix composites[J]. *Glass*, 2025, 52(6): 57-62.
- [31] ZHU ZH Y, TIAN AI L, LIU B C, et al. Design and evaluation of flexible support based on space mirror[J]. *Applied Sciences*, 2024, 14(5): 1927.
- [32] 张寒, 刘俊龙, 耿爱霞, 等. 超低膨胀合成石英玻璃关键制造工艺研究[J]. *玻璃*, 2024, 51(8): 7-12.  
ZHANG H, LIU J L, GENG AI X, et al. Study on key manufacturing process of ultra-low thermal expansion synthetic quartz glass[J]. *Glass*, 2024, 51(8): 7-12.
- [33] 刘小舟, 刘俊龙, 樊明轩, 等. 超低膨胀石英玻璃的制造及应用[J]. *玻璃*, 2025, 52(4): 8-14.  
LIU X ZH, LIU J L, FAN M X, et al. Manufacture and

- application of ultra-low expansion quartz glass [J]. *Glass*, 2025, 52(4): 8-14.
- [34] SCANNELL G, KOIKE A, HUANG L P. Structure and thermo-mechanical response of  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  glasses to temperature [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2016, 447: 238-247.
- [35] GHOSH G, SIDPARA A, BANDYOPADHYAY P P. Experimental and theoretical investigation into surface roughness and residual stress in magnetorheological finishing of OFHC copper [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2021, 288: 116899.
- [36] 王颖, 齐艳菲, 赵霞, 等. 药用玻璃输液瓶线热膨胀系数测定能力验证[J]. *中国药业*, 2023, 32(5): 80-83.
- WANG Y, QI Y F, ZHAO X, et al. Proficiency testing of determination of coefficient of linear thermal expansion for medicinal glass infusion bottles [J]. *China Pharmaceuticals*, 2023, 32(5): 80-83.
- [37] 崔剑秋, 郭斯宜, 任国营, 等. 激光绝对法测量材料热膨胀系数[J]. *计量科学与技术*, 2022, 66(11): 20-26.
- CUI J Q, GUO S Y, REN G Y, et al. Measurement of thermal expansion coefficient of materials by laser absolute method[J]. *Measurement Science and Technology*, 2022, 66(11): 20-26.
- [38] PARKER S S, ABDUL-JABBAR N M, JACKSON J M, et al. Feasibility of volumetric expansion of molten chlorides by conventional pushrod dilatometry [J]. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 2022, 331(12): 5259-5263.
- [39] 杨成, 姜鹏飞, 朱立平, 等. 碳纤维及其复合材料温度相关热膨胀特性研究[J]. *复合材料科学与工程*, 2025(1): 35-41.
- YANG CH, JIANG P F, ZHU L P, et al. Study on temperature-dependent thermal expansion properties of carbon fiber and CFPR [J]. *Composites Science and Engineering*, 2025(1): 35-41.
- [40] KOZLOVSKII Y M, STANKUS S V. Linear thermal expansion coefficient of nickel NP2 brand[J]. *Journal of Engineering Thermophysics*, 2023, 32(4): 697-701.
- [41] 梁群, 冯喜平, 张坤, 等. 热固性树脂固化过程热膨胀与收缩系数测量装置[J]. *仪器仪表学报*, 2022, 43(7): 35-43.
- LIANG Q, FENG X P, ZHANG K, et al. Measuring device for thermal expansion coefficient and shrinkage rate during cure process of thermosetting resin [J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2022, 43(7): 35-43.
- [42] HAN Y, ZHANG M L, CAO ZH B, et al. Research on several factors affecting the test of thermal expansion coefficient of glass materials: Improving accuracy for high-performance applications [J]. *Johnson Matthey Technology Review*, 2025, 69(3): 489-498.
- [43] WU B, WANG K, ZENG T, et al. Experimental study on thermal decomposition temperature and thermal expansion coefficient of typical nonmetallic materials in aeroengine components [J]. *Materials*, 2025, 18(6): 1250.
- [44] 凌明, 凌四营, 张衡, 等. 环境温度对双滚轮-导轨式渐开线测量仪的影响[J]. *仪器仪表学报*, 2022, 43(12): 104-111.
- LING M, LING S Y, ZHANG H, et al. Effect of ambient temperature on the double roller-guide involute measurement instrument [J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2022, 43(12): 104-111.
- [45] PLUMMER W A, HAGY H E. Precision thermal expansion measurements on low expansion optical materials [J]. *Applied Optics*, 1968, 7(5): 825-831.
- [46] 张建可, 冀勇夫. 碳纤维复合材料管件低温热膨胀性能测试研究 [C]. 第八届全国低温工程大会暨中国航天低温专业信息网 2007 年度学术交流会, 2007: 387-389.
- ZHANG J K, JI Y F. Testing study on low-temperature thermal expansion properties of carbon fiber composite pipe fittings [C]. *The 8th National Conference on Cryogenic Engineering and 2007 Academic Exchange Meeting of the China Aerospace Cryogenic Professional Information Network*, 2007: 387-389.
- [47] 张建可, 冀勇夫. 碳/环氧管件的低温热膨胀系数测试研究 [J]. *真空与低温*, 2010, 16(3): 181-184.
- ZHANG J K, JI Y F. The research and test of the heat expansion coefficient of the pipe of carbon fiber/epoxy composite at low temperature [J]. *Vacuum and Cryogenics*, 2010, 16(3): 181-184.
- [48] JEDAMZIK R, DOEHRING T, MUELLER R, et al. Homogeneity of the coefficient of linear thermal expansion of ZERODUR [C]. *Optical Materials and Structures Technologies II*, 2005, 5868: 58680S.
- [49] JEDAMZIK R, MULLER R, HARTMANN P. Homogeneity of the linear thermal expansion coefficient of ZERODUR measured with improved accuracy [C]. *Optomechanical Technologies for Astronomy*, 2006, 6273: 627306.
- [50] JEDAMZIK R, ENGEL A, KUNISCH C, et al. Next generation dilatometer for highest accuracy thermal expansion measurement of ZERODUR® [C]. *Material*

- Technologies and Applications to Optics, Structures, Components, and Sub-Systems II, 2015, 9574: 957400.
- [51] LEE C L, MA C T, YEH K C, et al. A dual-cavity fiber Fabry-Pérot interferometer for simultaneous measurement of thermo-optic and thermal expansion coefficients of a polymer[J]. *Polymers*, 2022, 14(22): 4966.
- [52] DENG W, PENG X F, FAN Y B, et al. A method for measuring the thermal expansion of long samples using a heterodyne interferometer with two-color inline refractivity compensation[J]. *Optics and Laser Technology*, 2025, 190: 113186.
- [53] BERTHOLD J W, JACOBS S F. Ultraprecise thermal expansion measurements of seven low expansion materials[J]. *Applied Optics*, 1976, 15(10): 2344-2347.
- [54] TAKEICHI Y, NISHIYAMA I, YAMADA N. High-precision optical heterodyne interferometric dilatometer for determining absolute CTE of EUVL materials[C]. *Emerging Lithographic Technologies IX*, 2005, 5751: 1069-1076.
- [55] BADAMI V G, LINDER M. Ultra-high accuracy measurement of the coefficient of thermal expansion for ultra-low expansion materials[C]. *Emerging Lithographic Technologies VI*, 2002, 4688: 469-480.
- [56] HAGY H E. The trident seal—a rapid and accurate expansion differential test [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1979, 62(1/2): 60-62.
- [57] GULATI S T, HAGY H E. Theory of the narrow sandwich seal [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1978, 61(5/6): 260-263.
- [58] HAGY H E, SMITH A F. Sandwich seal in the development and control of sealing glasses[J]. *Journal of the Canadian Ceramic Society*, 1969, 38: 63-68.
- [59] ZHAO L, WANG X, ZHAO B W, et al. Non-destructive testing method for crack based on diamond nitrogen-vacancy color center[J]. *Instrumentation*, 2022, 9(1): 56-64.
- [60] HRDINA K E, ACKERMAN B G, FANNING A W, et al. Measuring and tailoring CTE within ULE glass [C]. *Emerging Lithographic Technologies VII*, 2003, 5037: 227-235.
- [61] HARPER B L, HRDINA K E, NAVAN W D, et al. Measuring thermal expansion variations in ULE glass with interferometry [C]. *Emerging Lithographic Technologies VIII*, 2004, 5374: 847-853.
- [62] ARAKAWA M, OHASHI Y, KUSHIBIKI J. Evaluation and selection of EUVL-grade TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> ultra-low-expansion glasses using the line-focus-beam ultrasonic material characterization system[C]. *Emerging Lithographic Technologies XI*, 2007, 6517: 651725.
- [63] KUSHIBIKI J, ONO Y, OHASHI Y, et al. Development of the line-focus-beam ultrasonic material characterization system[J]. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, 2002, 49(1): 99-113.
- [64] KUSHIBIKI J, ARAKAWA M, OHASHI Y, et al. A promising evaluation method of ultra-low-expansion glasses for the extreme ultra-violet lithography system by the line-focus-beam ultrasonic material characterization system[J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2004, 43(11A): L1455-L1457.
- [65] KUSHIBIKI J, ARAKAWA M. Precise evaluation of zero-CTE temperature of EUVL-grade TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> ultra-low-expansion glass using the line-focus-beam ultrasonic material characterization system[C]. *Alternative Lithographic Technologies*, 2009, 7271: 72713D.
- [66] HAGY H E, SHIRKEY W D. Determining absolute thermal expansion of titania-silica glasses: A refined ultrasonic method[J]. *Applied Optics*, 1975, 14(9): 2099-2103.
- [67] 魏文卿, 张媛媛, 徐涛, 等. 基于相关法的超低膨胀玻璃声速测量[J]. *无损检测*, 2021, 43(11): 6-12, 46.
- WEI W Q, ZHANG Y Y, XU T, et al. Ultrasonic velocity measurement of ultra-low expansion glasses based on correlation method [J]. *Nondestructive Testing*, 2021, 43(11): 6-12, 46.
- [68] VANBROCKLIN R R, HOBBS T W, EDWARDS M J. Corning's approach to segment blank manufacturing for an extremely large telescope [C]. *Optical Fabrication, Metrology, and Material Advancements for Telescopes*, 2004, 5494: 1-8.
- [69] EDWARDS M J, BULLOCK E H, MORTON D E. Improved precision of absolute thermal-expansion measurements for ULE glass [C]. *SPIE's 1996 International Symposium on Optical Science, Engineering, and Instrumentation*, 1996, 2857: 58-63.
- [70] WEI W Q, QI X, DENG H, et al. Determination of the coefficient of thermal expansion of ultra-low-expansion glass using an ultrasonic immersion testing method[J]. *Applied Optics*, 2023, 62(13): 3347-3356.
- [71] 单泽彪, 于渤力, 徐再祥, 等. 基于二次相关的超声波风速风向测量方法[J]. *仪器仪表学报*, 2023, 44(4): 322-329.
- SHAN Z B, YU B L, XU Z X, et al. Ultrasonic wind speed and direction measurement method based on quadratic correlation [J]. *Chinese Journal of Scientific*

Instrument, 2023, 44(4): 322-329.

- [72] 杨斌, 张驰, 平力, 等. 循环流化床颗粒团多参数的光散射测量方法[J]. 仪器仪表学报, 2021, 42(10): 20-26.

YANG B, ZHANG CH, PING L, et al. Light scattering measurement method for multi-parameters of particle clusters in circulating fluidized bed[J]. Chinese Journal of Scientific Instrument, 2021, 42(10): 20-26.

- [73] 曾竞凯, 赵文龙, 娄嘉骏. 基于相关法的低采样率超声水表时延估计方法[J]. 电子测量与仪器学报, 2021, 35(9): 179-185.

ZENG J K, ZHAO W L, LOU J J. Low-sampling rate ultrasonic water meter time delay estimation method based on correlation method[J]. Journal of Electronic Measurement and Instrumentation, 2021, 35(9): 179-185.

- [74] ZHAO P, PENG Y Y, YANG W M, et al. Crystallization measurements via ultrasonic velocity: Study of poly (lactic acid) parts[J]. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 2015, 53(10): 700-708.

## 作者简介



魏文卿(通信作者), 2015 年于东北大学获得学士学位, 2022 年于中国科学院大学获得博士学位, 现为西南科技大学特聘副教授, 主要研究方向为材料性能超声检测方法、精密测试计量技术。

E-mail: weiwening11@163.com

**Wei Wenqing** (Corresponding author) received his B. Sc. degree from Northeastern University in 2015, his Ph. D. degree from University of Chinese Academy of Sciences in 2022. He is currently a distinguished associate professor at Southwest

University of Science and Technology. His main research interests include ultrasonic testing method for material properties and precision measurement technology.



张永峰, 2015 年于长春理工大学获得学士学位, 2020 年于中国科学院大学获得博士学位, 现为苏州大学副教授, 主要研究方向为自适应光学、新体制光电成像、神经形态视觉感知技术。

E-mail: yfzhang1992@suda.edu.cn

**Zhang Yongfeng** received his B. Sc. degree from Changchun University of Science and Technology in 2015, his Ph. D. degree from University of Chinese Academy of Sciences in 2020. He is currently an associate professor at Soochow University. His main research interests include adaptive optics, new system optoelectronic imaging, and neuromorphic visual perception technology.



刘红, 1996 年于四川大学获得学士学位, 2006 年于中国科学院光电技术研究所获得硕士学位, 现为中国科学院光电技术研究所正高级工程师, 主要研究方向为大口径反射镜轻量化技术、先进陶瓷材料制备与应用技术。

E-mail: liuh@ioe.ac.cn

**Liu Hong** received his B. Sc. degree from Sichuan University in 1996, his M. Sc. degree from Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences in 2006. He is currently a professorate senior engineer at Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences. His main research interests include lightweight technology for large-aperture mirrors, preparation and application technology of advanced ceramic materials.