

文章编号 : 0253-2239(2001)10-1177-05

原子力显微镜对 TeO_x 薄膜中短波长静态记录点结构的分析*

李青会 孙洁林 王海凤 干福熹

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

摘要: 以真空蒸镀法在 K_9 基底上制备了 TeO_x 单层薄膜。采用特定的定位方法, 使用原子力显微镜对不同记录功率下薄膜中短波长静态记录点(514.5 nm)的结构进行了分析。实验结果表明薄膜具有良好的记录灵敏性, 在记录功率 1.5 mW 时就可产生较高的反射率对比度。记录点具有明显的凹陷和凸起结构, 随着记录功率的提高, 凹陷和凸起增强, 记录点增大。记录点的形态结构和记录前后反射率对比度是直接相关的。研究揭示了原子力显微镜在提高薄膜存储特性如信噪比、存储密度等方面的分析功能。

关键词: TeO_x 薄膜; 原子力显微镜; 静态记录; 光存储

中图分类号: O484.5 文献标识码: A

1 引 言

1982 年日本的 Akahira、Ohta 等^[1]发现次氧化物如 TeO_x 、 SbO_x 、 MoO_x 和 GeO_x 的薄膜, 在加热到临界温度或受到光脉冲辐射时, 薄膜的吸收系数和折射率会发生较大的变化, 他们认为这些次氧化物薄膜有应用于光存储的可能, 并开展了一系列的研究。在这些次氧化物薄膜中, TeO_x 薄膜有较高的写入灵敏度和良好的存储稳定性, 在其中掺入 Pd 或 Ge 和 Sn 后可使薄膜用作可录或可逆光存储介质^[2,3]。1998 年, Nishiuchi 等^[4]以记录波长 680 nm、数值孔径 NA 0.6, 按照 DVD-RAM 的规格, 在以 $\text{Te-O-Pd}(\text{Te}_{42}\text{O}_{46}\text{Pd}_{12})$ 为存储介质的可录双层光盘上, 以 10 mW 和 12 mW 的记录能量进行了单面 5.2 Gb 的高密度记录。但是, 目前对基于 TeO_x 薄膜光存储介质的研究主要集中在较长波段, 薄膜的存储密度和数据传输率也需进一步提高。

提高存储密度和数据传输率一直是光盘存储技术的主要发展目标, 提高光存储密度的方法之一是缩小记录点的几何尺寸^[5]。随着蓝绿光半导体激光器特别是 GaN 半导体激光器的发展, 以及近场光学记录^[6]、超分辨^[7]等新的存储技术的应用, 单个记录点的尺寸可缩小到几十纳米, 因此观测纳米级记录点显微结构的技术越来越重要。本文使用原子力显

微镜 (AFM) 对不同记录功率下 TeO_x 薄膜中短波长 (514.4 nm) 静态记录点结构进行研究。与透射电镜 (TEM) 相比, 原子力显微镜可以对绝缘材料表面结构进行纳米甚至原子级别分辨, 减少了耗时的样品制作过程。研究表明静态记录点的结构是和记录前后的反射率对比度直接相关的。

2 实 验

2.1 样品制备和测试

TeO_x 薄膜由 DM220 型高真空镀膜台蒸发制备, 真空度低于 2.7×10^{-3} Pa。所用试剂为化学纯 Te 和 TeO_2 粉末, 不同成分的样品可通过调整 Te 和 TeO_2 的比例获得。薄膜成分由 Microlab 310F 型 X 射线光电子能谱仪 (XPS) 进行分析, 实验采用的薄膜成分为 $\text{TeO}_{1.04}$ 。基片选择两面抛光的 K_9 玻璃 ($\phi 30\text{mm}$, 厚 1.2 mm)。溅射前将基片在无水乙醇中进行超声清洗, 溅射时基片既不加热也不冷却。

采用短波长光学静态记录测试仪对 TeO_x 薄膜的静态记录特性进行了研究。该装置采用波长为 514.5 nm、输出功率为 100 mW 的氩离子激光器的激光束, 由声光调制器加以调制, 输出的脉宽和功率可通过由计算机控制的可编程脉冲发生器来改变。物镜 NA=0.85, 光束经聚焦后照射在薄膜表面, 光照区的直径小于 $1 \mu\text{m}$, 入射到样品表面的激光功率和脉宽的可变范围分别为 0.1 mW ~ 30 mW 和

* 国家自然科学基金 (59832060) 资助课题。

收稿日期 2000-07-11; 收到修改稿日期 2000-08-29

$0.1 \mu\text{s} \sim 6 \mu\text{s}$ ^[8]。采用一束 1 mW 或更低功率的激光束来检验薄膜在激光写入前后的反射率,反射率对比度 C 定义为

$$C = \frac{R_i - R_f}{R_f + R_i}$$

其中 R_i 、 R_f 分别为写入前、后薄膜的反射率。使用备有视频显微镜的 Dimension 3100 (Digital Instruments) 型原子力显微镜对薄膜中的记录点结构进行观测。薄膜的几何厚度用 Alpha-Step 500 表面轮廓仪测得。实验采用的薄膜厚度为 141 nm 左右。

2.2 静态记录点的追踪

由于原子力显微镜的扫描范围较小,要将薄膜在不同记录功率下记录前后的反射率对比度和记录点的结构特征相联系,在原子力显微镜镜下对记录点进行定位就很重要。实验中我们采用了一种称为“顺藤摸瓜”的定位方法。图 1 为视频显微镜下记录点的定位标记图。在图中可以清晰看到标记点及一些线形条痕。我们预先在基片的背面作了标记以确定方向。如果从反射率对比度数据确定记录成功,就使用载物台微调旋钮使样品移动,移动过程中聚焦激光束会在样品表面划下清晰的条痕。对每次记录和移动作记录,在原子力显微镜镜下寻找到标志条痕就可对记录点进行定点分析。

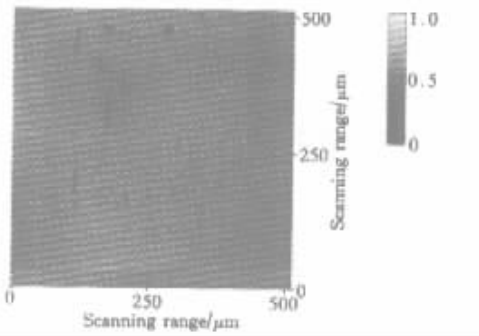


Fig. 1 Location signs of recording bits observed with video microscope

3 实验结果及讨论

3.1 静态记录特性

图 2 为 TeO_x 薄膜的反射率对比度与写入功率关系曲线,写入脉宽为 50 ns。从图中可以看出薄膜具有良好的记录灵敏性,以大于 1.5 mW 的功率记录就可产生高的反射率对比度。在功率记录为 5 mW 时,反射率对比度可达 85%。在相同记录功率、不同脉宽条件下记录,薄膜的反射率对比度随脉宽的增加而增大。

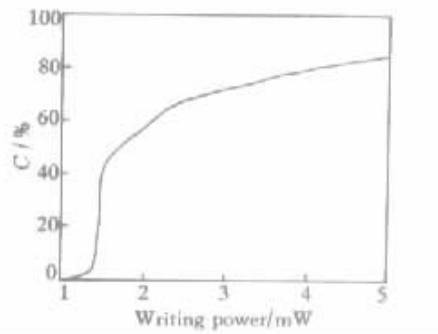


Fig. 2 The dependence of reflectivity contrast C on writing power

3.2 记录点结构的原子力显微镜分析

图 3(a) 和图 3(c) 分别为记录前后 TeO_x 薄膜的原子力显微镜图像,图 3(b)、图 3(d) 分别为图 3(a)、图 3(c) 的三维视图。记录功率 5 mW,脉宽 50 ns。从图可知薄膜为精细粒状结构,粒度在 30 nm~140 nm 之间。因颗粒间界、区域密度的变化,薄膜具有粗糙表面,平均表面粗糙度为 8 nm 左右。记录后记录点的边缘清晰,与未记录区表面有显著不同,典型特征是在记录点的中心形成凹陷及边缘明显凸起。

图 4 为不同记录功率下单个记录点的原子力显微镜图像。脉宽均为 50 ns。图 4(a)、图 4(b)、图 4(c) 分别对应图 4(a)、图 4(b)、图 4(c) 的三维视图。从图中可以看出凹陷和凸起的相对位置大致有三种: 1) 中心凹陷、周边凸起,记录点较圆,如图 4(b); 2) 中心凹陷、双边凸起,记录点为椭圆,如图 4(c); 3) 边缘凹陷、单边凸起,记录点为椭圆,如图 4(a)。这三种相对位置的形成可能和光束强度的非完全高斯分布以及记录过程中的轻微离焦有关,进一步的研究正在进行之中。

图 5 为不同记录功率下单个记录点的剖面分析图。图 5(a)、图 5(b)、图 5(c) 中的记录点分别对应图 4(a)、图 4(b)、图 4(c) 中的记录点。从分析结果可知,记录点、凹陷、凸起的几何尺寸在记录功率为 1.5 mW 时,分别为 622.6 nm、45.2 nm 和 44.9 nm; 记录功率为 1.7 mW 时,分别为 942.5 nm、74.7 nm、65.6 nm; 记录功率为 5 mW 时,分别为 1200.2 nm、77.7 nm、60.2 nm。其中,记录点的几何尺寸是指图 5 中包含凹陷和凸起在内的两个相应三角形标记之间的径向长度,凹陷和凸起的几何尺寸是两个相应的三角形标记之间的高度。可以看出随着记录功率的增加,记录点的凸起和凹陷增强、高度增大,反映了激光对薄膜热效应的增强。从图中

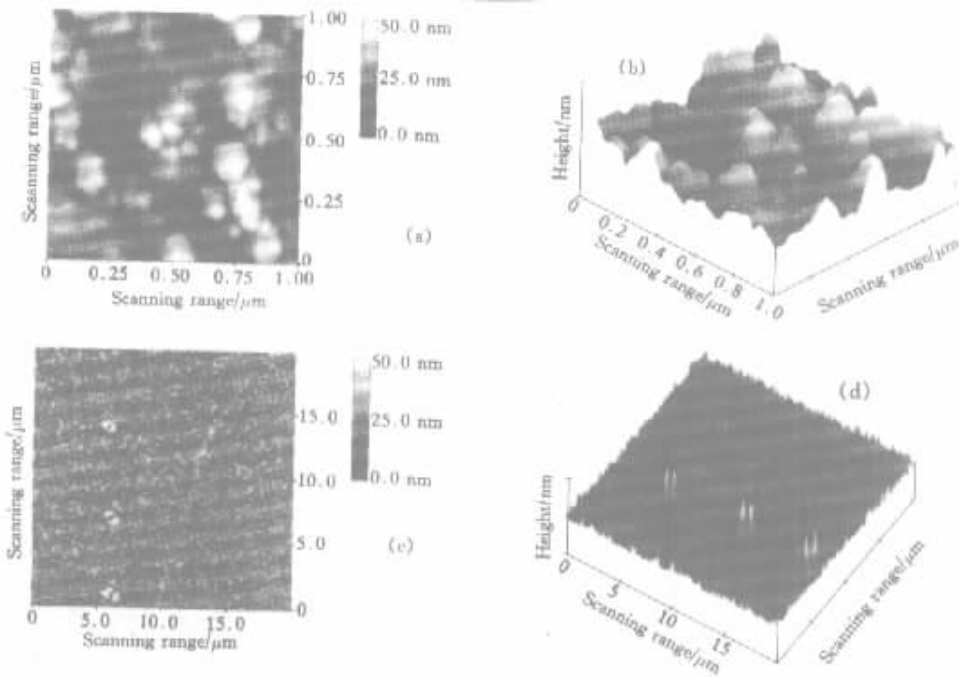


Fig. 3 AFM images of unrecorded (a) and recorded (c) TeO_x thin films. (b) and (d) represent 3-dimensional images of (a) and (c)

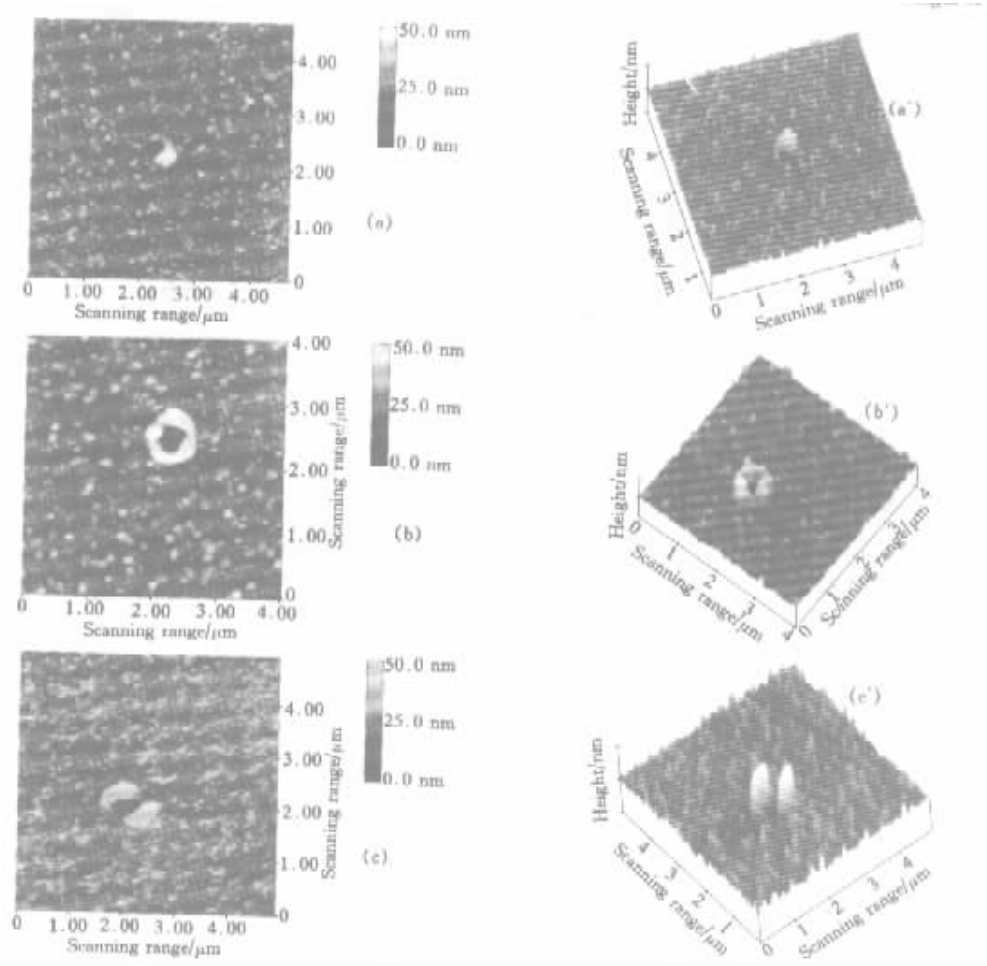


Fig. 4 AFM image of single recording bit recorded at different writing powers. (a) 1.5 mW; (b) 1.7 mW, (c) 5 mW; (a') (b') and (c') represented 3-dimensional images of (a) (b) and (c) respectively

也可以看出记录点具有较平滑的坑壁和底部。与静态测试结果相结合可以发现,凹陷、凸起的增强和反射率对比度的提高有直接的对应关系。凹陷、凸起

的增强使探测激光束的散射增强是造成反射率对比度增加的主要原因之一。

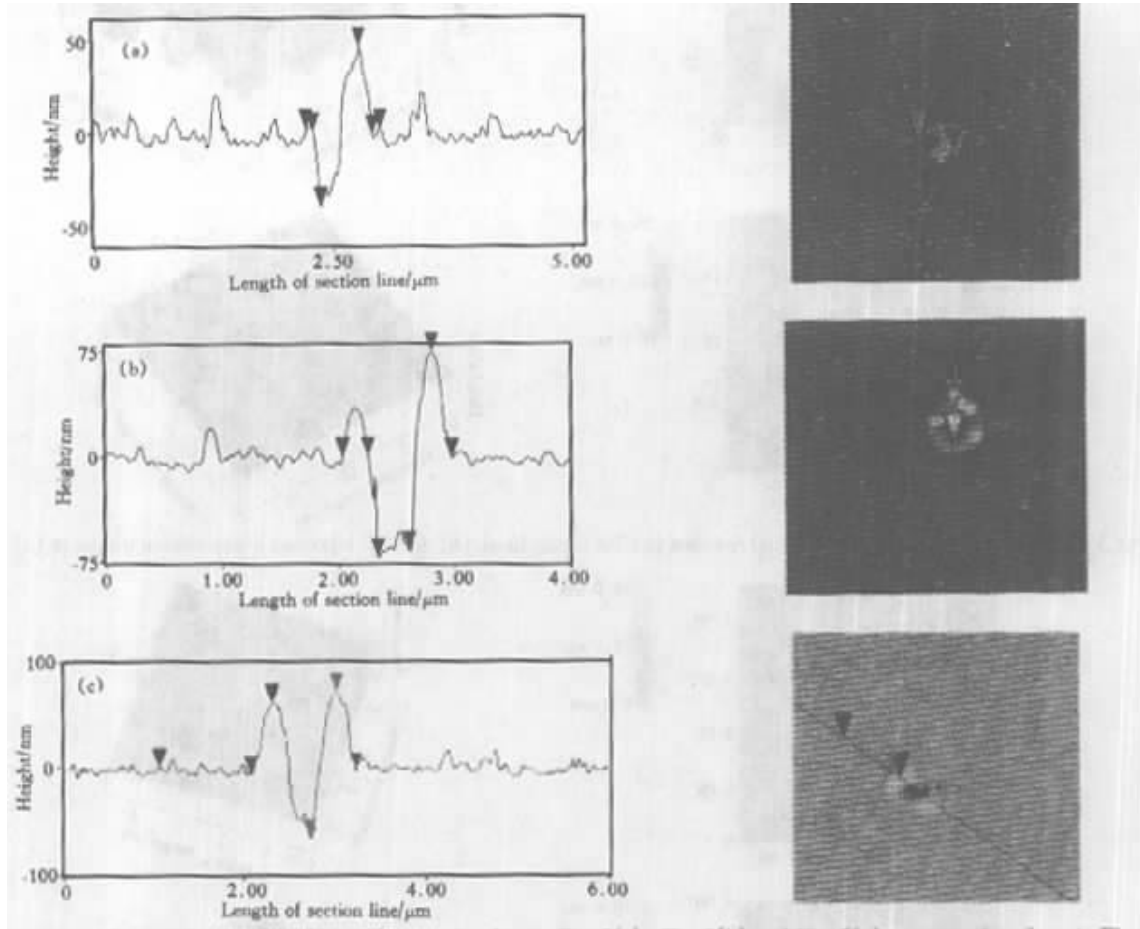


Fig. 5 Section analysis of the recording bits. The recording bits in Fig. 5 (a), Fig. 5 (b) and Fig. 5 (c) correspond to those in Fig. 4 (a), Fig. 4 (b) and Fig. 4 (c)

根据我们对 TeO_x 薄膜结构特性的研究,薄膜是由晶态 Te 分布在非晶态 TeO_2 基体中形成的混合体系。由于可见光波段半金属 Te 的吸收系数比 TeO_2 高,所以激光辐射时 Te 与 TeO_2 相比会吸收更多的热量。同时, TeO_2 的升华热比 Te 要高两倍多以及二者的难混溶性,在热效应下 Te 会向薄膜的表面偏析⁹(我们对薄膜退火前后的反射率测试也证实了这点),这可导致薄膜的表面自由能的降低。由于 Te 和 TeO_2 的熔点较低(449 °C 和 733 °C 左右),而激光束入射后瞬时温度较高,薄膜会产生熔融、流动和挥发。加上激光入射时间较短(50 ns)熔融物质会快速冷却,从而使 Te 由晶态转变为非晶态以亚稳态存在。Te 由晶态转变为非晶态后,由于密度变小体积会有一定的膨胀,同时也会降低薄膜的反射率。Te 在 TeO_2 基体中的非理想均匀分布

(粗糙表面)、激光光束强度的非完全高斯分布以及记录过程中的轻微离焦都会影响 Te 的偏析、非晶化过程及薄膜的熔融、流动和挥发。

以上分析可用于定性解释记录点特征凹陷和凸起的形成和相对位置的不同,对薄膜记录机制的深入讨论需结合其它分析测试手段如 TEM 和进一步的工作。

综合以上分析,使用原子力显微镜可以确定 TeO_x 薄膜的表面结构,不同记录功率下记录点的形态和大小,对记录点进行二维及三维结构分析。由于采用了特定的定位方法,可以将薄膜记录前后的反射率对比度和记录点的结构特征相结合。实验结果指出了进一步提高 TeO_x 薄膜记录特性的途径,即选择适当掺和物提高薄膜的表面平整度和薄膜熔点,以消除背景噪声、减小记录点的尺寸,使薄

膜可应用于高密度光存储。

结论 使用原子力显微镜对不同记录功率下 TeO_x 薄膜中短波长静态记录点的结构进行了分析,结果表明:1)薄膜具有良好的记录灵敏性,在记录功率大于 1.5 mW 时就可产生较高的反射率对比度。2)记录点具有明显的凹陷和凸起结构,随着记录功率的提高,凹陷和凸起增强、记录点增大。原子力显微镜可精确确定记录点、凹陷和凸起的大小。3)凹陷和凸起增强加强了对入射光束的散射从而使记录前后的反射率对比度加大。研究确立了记录点的形态结构和记录前后反射率对比度之间的联系,揭示了原子力显微镜在提高薄膜存储特性如信噪比、存储密度等方面的分析功能。

实验过程中得到陈仲裕、徐文东、林强等同志的帮助,在此表示衷心感谢。

参 考 文 献

[1] Akahira N, Ohta T, Yamada N *et al.*. Sub-oxide thin

films for an optical recording disk. *Proc. SPIE*, 1982, **329**:195~201

[2] Kimura K. Optical recording materials based on TeO_x films. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1989, **28**(5):810~813

[3] Takenaga M, Yamada N, Ohara S *et al.*. New optical erasable medium using tellurium suboxide thin film. *Proc. SPIE*, 1983, **420**:173~177

[4] Nishiuchi K, Kitaura H, Yamada N *et al.*. Dual-layer optical disk with Te-O-Pd phase-change film. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1998, **37**(4B):2163~2167

[5] 干福熹. 高密度光数据存储技术的发展. *物理*, 1999, **28**(6):323~332

[6] Terris B D, Mamin H J, Rugar D. Near-field data storage. *Appl. Phys. Lett.*, 1996, **68**(2):141~143

[7] Shintani T, Terao M, Yamamoto Y *et al.*. A new super-resolution film applicable to read-only and rewritable optical disks. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1999, **38**(3B):1656~1660

[8] 陈仲裕,甘柏辉,刘海清. 磁盘静态测试仪. *光学学报*, 1991, **11**(12):1110~1114

[9] Lee W Y, Sequeda F, Salem J *et al.*. Reactively sputter-deposited and coevaporated TeO_x thin films for optical recording. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1986, **A4**(3):553~557

Atomic Force Microscope Study of the Structure of Short-Wavelength Laser Static Recording Bits in TeO_x Thin Film

Li Qinghui Sun Jielin Wang Haifeng Gan Fuxi

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

(Received 11 July 2000; revised 29 August 2000)

Abstract: Monolayer TeO_x thin film was deposited on K_9 glass substrates by vacuum evaporation. By adopting a specific locating method, atomic force microscope (AFM) could be used to analysis the structure of short-wavelength laser static recording bits, which were recorded at different writing powers in TeO_x thin film. It was found that the film had good writing sensitivity, the reflectivity contrast could reach to a high value at writing power 1.5 mW. The bits were characterized by obvious hollows and mounds. With the increase of writing power, the height of hollow and mound increased, so did the length of the recording bits. The present setup allows the correlation of the change in reflectivity contrast caused by a specific laser pulse to the bit topography. This establishes the use of the analytical power of AFM for dedicated efforts in improving the performance, e. g., signal-to-noise ratio and storage density of optical storage media.

Key words: TeO_x thin film; atomic force microscope; static recording; optical storage