

文章编号: 0253-2239(2001)05-0638-03

# 溅射工艺参数对 AgInSbTe 相变薄膜光学性质的影响\*

李进延 侯立松 阮 昊 谢 泉 干福熹

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

**摘要:** 采用射频磁控溅射工艺, 在  $K_9$  玻璃基片上用 Ag-In-Sb-Te 合金靶制备了相变薄膜。对沉积态薄膜在 300 °C 下进行了热处理, 测量了薄膜的光学性质。通过改变本底气压、溅射气压及溅射功率, 研究了工艺参数对薄膜光学性质的影响。实验表明, 本底气压、溅射气压及溅射功率综合决定了 AgInSbTe 薄膜的光学性质。对 AgInSbTe 薄膜的制备, 选择较高的本底真空度、适当的溅射气压及溅射功率是非常重要的。

**关键词:** 射频磁控溅射; AgInSbTe 相变薄膜; 光学性质  
中图分类号: O484.4<sup>+</sup>1 文献标识码: A

## 1 引 言

最近, 可逆相变光存储材料如 GeSbTe 和 AgInSbTe 的研究和应用成为可擦重写存储技术的热点<sup>[1-3]</sup>。随着存储技术的发展, 要求光盘具有高存储密度、高数据传输速率、高稳定性等性能, 而 AgInSbTe 半导体相变薄膜具有良好的存储性能, 是可擦重写光盘系统如可擦重写光盘(CD-RW)、数字化随机存取多用途光盘(DVD-RAM)的重要记录材料之一, 尤其在短波长记录方面有着广阔的应用。Roel van Wordenberg 最近报道了他在短波长记录方面的研究成果<sup>[4]</sup>, AgInSbTe 相变薄膜是实现短波长记录的优良材料。对相变光盘而言, 镀膜工艺是十分重要的。溅射的各种工艺参数如本底气压、溅射气压、溅射功率、衬底与靶之间的距离、靶的结构及尺寸等都会影响薄膜的质量, 从而影响薄膜的光学性能和光盘的存储性能。因此, 有必要研究溅射的各种工艺参数对这种薄膜的影响。另外, 相变薄膜的存储性能主要由其反射及吸收等光学性质决定, 所以本文将综合考虑这三个溅射工艺参数对薄膜的反射和吸收的影响, 对其机理进行研究。

## 2 实 验

用射频磁控溅射法在  $K_9$  玻璃基片上沉积

\* 国家自然科学基金(59832060)和中国科学院九五基础研究基金(KJ951-B1-701)资助项目。

收稿日期: 2000-01-22; 收到修改稿日期: 2000-03-15

AgInSbTe 薄膜, 分别改变本底气压、溅射气压和溅射功率, 得到沉积态薄膜。工艺参数如表 1 所示。

Table 1. Sputtering parameters

target	AgInSbTe
target diameter /mm	100
substrate	$K_9$ glass
sputtering gas pressure /Pa	0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5, 1.8
sputtering background pressure / $10^{-3}$ Pa	0.84, 1.5, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0
RF input power /W	50, 100, 200, 300, 400, 600
sputtering time /min	3

对制备的薄膜在 300 °C 的温度下进行热处理, 具体工艺为先随炉以 10 °C/min 的速率升温至 300 °C, 然后保温 30 min 后随炉自然冷却至室温。在整个热处理和测试过程中都通 Ar 气进行保护以防止薄膜氧化。

用 Perkin-Elmer Lambda 9UV/VIS/NIR 型光谱仪测量了薄膜的吸收、透过、反射光谱; 用 Perkin-Elmer 7 Series 型热分析仪对 AgInSbTe 薄膜样品的粉末进行热分析。

## 3 结 语 和 讨 论

### 3.1 薄膜的差式扫描量热分析(DSC)曲线

图 1 为 AgInSbTe 沉积态薄膜粉末样品的 DSC 曲线, 其中  $T_c$  为晶化温度,  $T_m$  为熔化温度。根据曲线可知 AgInSbTe 薄膜在 200 °C 附近开始发生晶化转变, 500 °C 附近开始熔化, 因此我们在 300 °C 条件下热处理薄膜将其晶化。

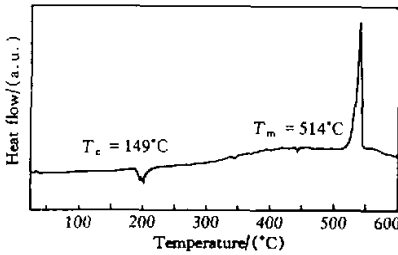


Fig. 1 DSC curve of the as-deposited AgInSbTe film

3.2 本底气压对薄膜光学性质的影响

图2是在波长 514.5 nm 处不同本底气压下制备的薄膜的反射和吸收与本底气压的关系图。从图中可明显看出随着本底气压的降低,薄膜的反射率增大;反之,随着本底气压的升高,薄膜的吸收变小。与沉积态薄膜相似,较低的本底气压有利于晶态薄膜反射率的提高,有利于吸收的增强。由于本底气压的增加使薄膜中的杂质气体增多,从而使薄膜的缺陷增多,薄膜质量下降,因此在真空镀膜时较高的真空度是很有必要的。但在现有条件下达到很高的真空度却比较困难,同时也不利于提高工作效率,在我们的实验中,本底气压在  $2 \times 10^{-3}$  Pa 以下就可以保证薄膜有良好的光学性质。

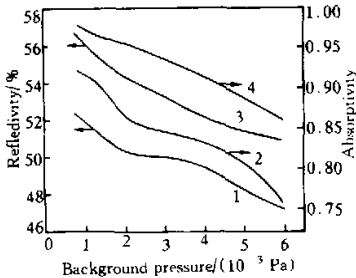


Fig. 2 Dependence of reflectivity and absorptivity of the films on background pressure at wavelength 514.5 nm. 1: reflectivity of the as-deposited films. 2: absorptivity of the as-deposited films. 3: reflectivity of the annealed films. 4: absorptivity of the annealed films

3.3 溅射气压对薄膜性质的影响

图3为在波长 514.5 nm 处不同溅射气压下制备的薄膜的反射和吸收与溅射气压的关系。当溅射气压从 0.3 Pa 逐渐增高时薄膜的吸收和反射都增大,在 0.9 Pa 时达到最大值;然后,随着溅射气压的增高,薄膜的反射和吸收逐渐降低。与沉积态薄膜相似热处理后的薄膜的反射和吸收也在一定溅射气压时达到最大值而后再逐渐降低。但相对于沉积态薄膜,其吸收明显下降,这主要与薄膜的晶化有关。

根据溅射的原理知道,在溅射过程中 Ar 进入膜

的浓度在可允许溅射气压范围内存在一最大值,此后随 Ar 压力的增高进入膜的 Ar 气浓度减小。溅射时沉积速率  $Q$  与溅射速率  $S$  成正比,即有

$$Q = CIS, \quad (1)$$

式中  $C$  为与溅射装置有关的特征常数,  $I$  为离子流。对于一定的溅射装置(即  $C$  为确定值)和一定的工作气压,提高沉积速率的有效方法是提高离子流,而增高溅射气压就可提高离子流  $I$ ,因此气体压力越高,则沉积速率越快,即在一定的时间内沉积的膜的厚度越大。但当压力达到一定值后,溅射率由于靶材粒子的背返射和散射增大而开始明显下降,离子间的过多碰撞也会影响离子到基片时的能量,所以沉积速率减慢,造成一定时间内薄膜的厚度减小和薄膜的不致密。具体在光学性质上就表现反射、吸收先随溅射气压增高而增大,而后减小。

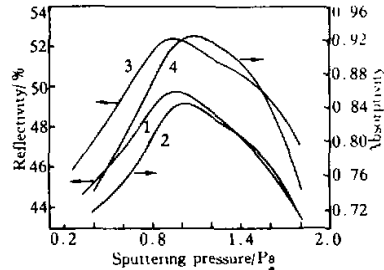


Fig. 3 Dependence of reflectivity and absorptivity of the films on the sputtering pressure at wavelength 514.5 nm. 1: reflectivity of the as-deposited films. 2: absorptivity of the as-deposited films. 3: reflectivity of the annealed films. 4: absorptivity of the annealed films

3.4 溅射功率对薄膜性质的影响

图4为在波长 514.5 nm 处不同溅射功率下制备的薄膜的反射和吸收与溅功率的关系图。随着溅射功率的提高沉积态薄膜的反射、吸收增强。热处理后的薄膜的反射和吸收随溅射功率的变化在低溅射功率时与沉积态薄膜有相同的趋势,但热处理后相应薄膜的反射和吸收在 300 W 附近达到最大值,此后随溅射功率增大而减小。

1969年, Sigmand 假定碰撞级联是线性的,通过解线性玻耳兹曼方程获得了垂直入射离子的溅射率:

$$Y = 0.042 \frac{\alpha(M_2/M_1)S_n(E)}{U_s} \quad (2)$$

式中,  $S_n(E) = \frac{4\pi\alpha Z_1 Z_2 e^2 M_1}{M_1 + M_2} S_n$ , (3)

$$S_n = \frac{3.411\sqrt{\epsilon}\log(\epsilon + 2.718)}{1 + 6.335\sqrt{\epsilon} + \epsilon(-1.708 + 6.88\sqrt{\epsilon})} \quad (4)$$

$$\epsilon = \frac{\alpha E}{Z_1 Z_2 e^2} \frac{M_2}{M_1 + M_2}, \quad \alpha = \frac{0.8853 a_0}{\sqrt{Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}}}, \quad (5)$$

其中  $\alpha(M_2/M_1)$  是仅由入射离子质量和样品原子质量之比决定的常数;  $S_n(E)$  为弹性碰撞阻止截面;  $E$  为入射离子的动能;  $U_s$  为表面结合能, 通常可取升华能;  $a_0$  为氢原子第一玻尔轨道半径, 其数值大约为  $5.29 \times 10^{-2}$  nm;  $e$  为电子电量;  $Z_1, Z_2$  分别为入射离子和样品原子的原子序数。

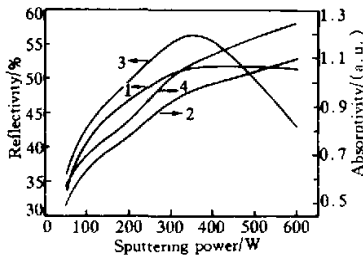


Fig. 4 Dependence of reflectivity and absorptivity of the films on sputtering power at wavelength 514.5 nm. 1; reflectivity of the as-deposited films. 2; absorptivity of the as-deposited films. 3; reflectivity of the annealed films. 4; absorptivity of the annealed films

从这一经验公式中可以知道, 当 Ar 离子的能量过低时溅射现象不会发生, 在离子能量超过一定值后, 随着入射 Ar 离子能量的增加, 溅射出的靶材原子的数量和能量也增加, 但入射离子的能量增加到一定值后, 溅射产率变化不明显, 此后随入射 Ar 离子能量的增加溅射产率下降。

由于在不同功率下沉积薄膜时为了使膜厚相同而选择了相同的溅射时间, 而实际上随着溅射功率

的变化即随着入射 Ar 离子能量的变化, 不同的溅射功率下溅射的薄膜的厚度是不一样的。这就造成了薄膜在光学性质上的差别。在我们所测得的光谱中观察到了这一差别。显然过低的功率不利于薄膜的光学性质的提高, 但当功率过高时不仅薄膜的光学性质会有所下降, 而且过高的功率会使靶产生的热量很大以至于使靶熔化。

**结论** 本底气压、溅射气压和溅射功率对 AgInSbTe 相变薄膜的光学性质有较大的影响, 它们综合决定了薄膜的光学性质。较低的本底气压有利于提高薄膜的质量, 有利于薄膜反射、吸收等光学性质的提高。适当的溅射气压和溅射功率对薄膜质量和薄膜的光学性质有利, 但过高或过低的溅射气压和溅射功率都不利薄膜生长, 也不利于薄膜的光学性质。

### 参 考 文 献

- [1] Iwasaki H, Ide Y, Harigaya M *et al.*. Completely erasable phase change optical disk. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1992, 31(2B):461~465
- [2] Handa T, Tominaga J, Haratani S *et al.*. In-Ag-Sb-Te phase change recording media at compact disk linear velocity. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1993, 32(11B):5226~5229
- [3] Uchino K, Takada K, Ohno T *et al.*. High-density pulse width modulation recording and rewritable capability in GeSbTe phase-change system using visible laser beam at low velocity. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1993, 32(11B):5354~5360
- [4] van Woudenberg R. Short wavelength phase change recording. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1998, 37(4B):2159~2162

## Effects of Sputtering Technical Parameters on Optical Properties of AgInSbTe Phase-Change Films

Li Jinyan Hou Lisong Ruan Hao Xie Quan Gan Fuxi

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

(Received 22 January 2000; revised 15 March 2000)

**Abstract:** The phase-change films were deposited on  $K_9$  glass substrate by RF magnetron sputtering technique with an Ag-In-Sb-Te alloy target. The as-deposited films were annealed at 300 °C. The influences of background pressure, sputtering pressure and sputtering power on the optical properties of the phase-change films are studied. It was found that the optical properties of the phase-change films were synthetically determined by sputtering parameters and lower background pressure, while the proper sputtering pressure and sputtering power were very important for the AgInSbTe phase-change films.

**Key words:** RF magnetron sputtering; AgInSbTe phase-change films; optical properties