文章编号:0253-2239(2002)11-1281-05

# AgInSbTe 薄膜的短波长记录性能分析\*

## 魏劲松 阮 吴 陈仲裕 干福熹

(中国科学院上海光学精密机械研究所,上海 201800)

摘要: 采用自制的装置研究了  $A_{gs} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜的静态记录性能与记录激光的功率和脉冲宽度的关系,并对其 记录畴形貌特点进行了直接观察。结果表明只有记录激光的功率和脉冲宽度在一定范围之内才能起到信息记录 的作用,所得的记录畴形貌十分清晰,基本为非晶态  $A_{gs} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ ;小于该范围的激光能量不能使材料结构发生 较大的变化,所得的记录畴形貌模糊,反射率对比度低于 2%;大于该范围所得的记录畴由烧蚀区和其周围的非晶 态  $A_{gs} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 组成。另外,得到了记录激光功率为 12 mW、脉冲宽度为 90 ns 的  $A_{gs} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜的短波长 最佳记录条件,其记录畴的反射率对比度为 22%,直径为 380 nm ~ 400 nm。

关键词: AgInSbTe 薄膜;记录畴;记录性能

中图分类号:0484.4<sup>+</sup>1 文献标识码:A

## 1 引 言

可擦写相变光盘是近十几年开发出来的新一代 光盘存储技术。在该技术中,以硫系或碲系半导体 合金为信息记录膜,在不同功率密度和脉冲宽度的 激光照射下使其发生晶态↔非晶态的可逆相变,利 用其反射率也发生相应的可逆变化来实现信息的写 入和擦除。信息的读取则是利用不会引起材料结构 变化的低功率密度的激光照射记录膜并测其反射率 来实现的。在上述过程中,材料的晶态与非晶态的 反射率对比度是实现信息记录和读出的关键<sup>1~3]</sup>。 另外 信息技术的高速发展要求光盘的存储密度必 须大大提高 其有效途径之一就是采用短波长激光 和高数值孔径的透镜来缩小记录光斑 从而减小记 录畴尺寸来实现高密度存储<sup>4~8]</sup>。Ag<sub>5</sub>In<sub>5</sub>Sb<sub>47</sub>Te<sub>33</sub> 由于具有高的晶态与非晶态的反射率对比度而成为 当前相变光存储材料研究的热点[3,9~11],我们课题 组也一直致力于这方面的研究工作<sup>12~16]</sup>。为了将 Ags Ins Sb47 Te33 薄膜用于高密度信息存储,我们在自 制的装置上对其短波长的记录性能进行了研究,并 通过该装置直接观察和研究了在不同记录条件下 Ag<sub>5</sub>In<sub>5</sub>Sb<sub>47</sub>Te<sub>33</sub>薄膜的记录畴形貌特点与其记录性 能的关系,从而为优化 Ag5 In5 Sb47 Te33 薄膜的记录

E-mail:weijingsong@netease.com 收稿日期 2001-12-12;收到修改稿日期 2002-01-23 性能和实现信息的高密度存储提供依据。

### 2 实 验

#### 2.1 试样制备

非晶态的  $A_{g_5} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜的制备采用射频 磁控溅射法。溅射前将真空室抽至 8 × 10<sup>-4</sup> Pa,然 后充高纯 Ar 至 1.0 Pa 进行溅射,溅射功率为 200 W, 靶直径为  $\phi$ 200 mm,基片为 K<sub>9</sub> 玻璃。薄膜厚度采 用多光束干涉仪进行测量,厚度为 30 nm。然后溅 射一层厚度为 20 nm 的 ZnS-SiO<sub>2</sub> 作为保护膜,防止 在测试过程中  $A_{g_5} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜的氧化从而影响 其记录性能。参照文献 17 的真空退火法对试样进 行热致晶化。退火过程为:首先将系统抽真空至 3 × 10<sup>-3</sup> Pa,然 后 以 10 ℃/min 的 升 温 速 率 到 220 ℃,保温 30 min,随炉冷却至室温后取出。 2.2 性能测试

 $A_{g_5} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜的记录性能与记录畴的测 量装置如图 1 所示。该装置由静态记录系统和记录 畴的观察系统组成。其中静态记录系统采用波长为 514.5 nm、输出功率为 50 mW 的氩离子激光器的 激光束。该激光束由声光调制器调制之后经过数值 孔径 NA = 0.85 的透镜聚焦到试样表面,激光束的 脉宽和功率通过可编程脉冲发生器进行调节。入射 到样品表面的激光功率和脉冲宽度的可变范围分别 为 0.1 mW ~ 30 mW 和 0.01  $\mu$ s ~ 6  $\mu$ s。薄膜记录性 能的检测采用 1 mW 或更低功率的激光束照射试

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金重点项目(59832060)、国家基础研究 973项目和上海市应用物理研究中心资助课题。

样 经试样表面反射之后由会聚透镜聚焦到光电管 输入计算机。通过测试薄膜记录前后反射率对比度 *C* 来衡量试样的记录性能 反射率对比度 *C* 定义为

$$C = \frac{2 \left| R_{\rm i} - R_{\rm f} \right|}{R_{\rm i} + R_{\rm f}} \times 100\%$$

其中 R<sub>i</sub>和 R<sub>i</sub>分别为写入前、后薄膜的反射率。测试 完成之后在记录畴观察系统上直接对记录畴进行观 察,这样避免了采用原子力显微镜及透射电子显微 镜观察记录畴时制样和寻找记录畴的困难<sup>18,19]</sup>。该 观察系统由成像物镜、半反镜、放大系统及 CCD 接 收系统组成。白光经准直透镜后变为平行光,该平 行光由半反镜进入透镜后聚焦到试样上。来自试样 的反射光经成像物镜进入放大系统,由 CCD 接收直 接成像在监视器和计算机上。



Fig.1 Apparatus of the recording properties measurement

## 3 实验结果与讨论

相变记录材料的记录性能主要与记录激光的功 率和脉冲宽度有关,因此首先研究了在相同脉冲宽 度下不同激光功率作用下 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub>薄膜的记 录性能,其结果如图 2 所示。将图 2 分成三个阶段, 分别记为阶段 I、阶段 II 和阶段 III。

在阶段 I,记录功率小于 7 mW,反射率对比度 低于 2% 称为记录前阶段;

在阶段Ⅱ,记录功率为7mW~13mW,反射率 对比度随记录激光的功率增加从10%升高到25%, 称为记录阶段;

在阶段Ⅲ,记录功率大于13 mW,反射率对比 度大于30%,反射率对比度随着记录功率的增加而 增加,称为烧蚀阶段。





同时对相同记录功率下不同激光脉冲宽度辐照 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub>薄膜的记录性能进行了研究,其结果 如图 3 所示。同样可以将图 3 分成三个阶段,分别 称为记录前阶段、记录阶段和烧蚀阶段。





pulse width ( laser power :10 mW )

从图3可以看出:

在记录前阶段,激光脉冲宽度小于 50 ns,反射 率对比度基本为 0~2%;

在记录阶段,激光脉冲宽度为 50 ns~150 ns, 反射率对比度随激光的脉冲宽度增加由 10%升高 到 25%;

在烧蚀阶段,激光脉冲宽度大于150 ns,反射率 对比度大于30%,反射率对比度随激光脉冲宽度的 增加而增加。

对比图 2 和图 3 可以发现 ,Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜 在三个阶段内反射率对比度的变化规律基本一致。 为了对上述三个阶段内 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜的记录 性能有一个更加直观深刻的理解 ,对图 3 所示的记 录前阶段 A、B 和 C、记录阶段 D、E 和 F、烧蚀阶段 G、H 和 I 记录条件下的记录畴在图 1 所示的装置上





Fig.4 Morphology of the recording domain. ( a )Pre-recording stage ;( b ) Recording stage ;( c ) Ablating stage

在图 4(a)中,记录畴 A、B 形貌十分模糊,记录 畴 C 较 A、B 略微清晰 从图 3 的记录前阶段的反射 率对比度低于 2% 也能说明这一点,这主要是激光 脉冲时间较短 ,Ag5 In5 Sb47 Te33 薄膜吸收激光的能量 没有达到其熔化能,材料没有发生任何结构上的改 变。随着激光脉冲宽度的增加 ,Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜 吸收激光的能量增加,当脉冲宽度达到 50 ns 以上 时,其吸收的能量超过 Ag5 In5 Sb47 Te33 薄膜的熔化 热 随即进入了记录阶段。从图 3 的记录阶段及图 4(b)的记录畴 D、E和 F可以看出 随激光脉冲宽度 的增加,记录畴直径变大,形貌也随之更加清晰,其 反射率对比度也相应增加。当脉冲宽度达到 150 ns 以上时 反射率对比度有一个较明显的突变 薄膜进 入烧蚀阶段。在烧蚀阶段,我们观察了记录畴 G、 H、[见图4(c)]。根据记录畴的形貌特点可以将其 分成两部分:中心颜色较浅的区域为烧蚀区 在烧蚀 区周围颜色较深,为Ag, In, Sb47 Te33 非晶态区域,同

时将图 3 的烧蚀阶段与图 4( c)进行对照可以发现, 随激光脉冲宽度的增加,记录畴尺寸增加,烧蚀区的 孔径也加大。

在图 2 和图 3 所示的三个阶段中,各个阶段之 间均出现一个反射率对比度的突变。记录前阶段到 记录阶段的突变主要是 Ags Ins Sb47 Te33 薄膜发生了 Ags Ins Sb47 Te33 较其晶态反射率低 从而使反射率对 比度有一个小的突变。从记录阶段到烧蚀阶段的过 变化,随着激光脉冲宽度的增加,熔化态的 AgInSbTe继续吸收能量,温度不断增加,从而其粘 度降低,光斑中心部分的 Ags Ins Sb47 Te33 向四周流 动,使得光斑中心部分的 Ag, In, Sb47 Te33 减少,当脉 冲激光移去之后,Ag,In,Sb47 Te33 变为非晶态,最终 使得记录畴中心部分膜厚减小,而边缘部分的膜厚 增加。这正如图 4(c)所观察到的记录畴中心部分 颜色较浅 ,呈烧蚀状态 ,而边缘部分颜色较深 ,为非 晶态 Ag<sub>5</sub>In<sub>5</sub>Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub>。因烧蚀态的 Ag<sub>5</sub>In<sub>5</sub>Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜与晶态的 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜反射率相差较 大 因此图 2 和图 3 中的记录阶段到烧蚀阶段的反 射率对比度有一个较大的突变 使得烧蚀阶段的反 射率对比度最高,但烧蚀态的Ag,In,Sb47 Te33不具 有可擦和重写的特性,不能用于信息记录。因此对 于 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜,其记录激光的功率和脉冲 宽度必须低于其烧蚀阶段的最低记录激光功率和脉 冲宽度。同时,由于 Ag<sub>5</sub>In<sub>5</sub>Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜用于信息 存储 其晶态与非晶态的反射率对比度是提高信噪 比的关键因素 图 2 和图 3 所示的记录前阶段的反 射率对比度都低于 2%,在该阶段内的记录激光的 功率和脉冲宽度均不能达到其要求。因此对于 Ag<sub>5</sub>In<sub>5</sub>Sb<sub>47</sub>Te<sub>33</sub>薄膜而言,其记录条件必须在记录阶 段内。然而 提高存储密度最有效的途径之一就是 减小记录畴的尺寸。为此,根据图2和图3所示的 反射率对比度与记录条件的关系对 Ag, In, Sb47 Te33 薄膜的记录性能进行了优化 其结果为在记录激光 功率 12 mW、脉冲宽度 90 ns 的条件下得到了反射 率对比度为 22% 和直径为 380 nm~400 nm 的记录 畴,如见图5所示。

利用 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub>薄膜晶态与非晶态的反射 率对比度实现信息的的写入 ,信息的擦除则采用较 低功 率 密 度 和 较 宽 脉 冲 激 光 照 射 非 晶 态 的



Fig.5 Morphology of the recording domain obtained under optimum recording condition

Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub>(记录畴)区域,使该区域发生晶化, 这样原来记录的信息已被擦除。经过擦除过程的 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 薄膜为均匀一致的晶态,若此时再次 采用高功率密度和窄脉宽的激光照射,则光照区的 Ag<sub>5</sub> In<sub>5</sub> Sb<sub>47</sub> Te<sub>33</sub> 又会发生晶态 <sup>激光加热</sup>→熔化态 非晶态的转变,而非光照区仍为晶态,这样就实现了 信息的重写。

结论  $A_{g_5} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜的静态记录性能分三个 阶段:记录前阶段、记录阶段和烧蚀阶段。记录前阶 段和烧蚀阶段不宜用于可擦写信息记录,只有记录 条件在记录阶段之内所得到的记录畴才能用于记录 可擦写信息;采用自制的装置直接观察了  $A_{g_5} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ 薄膜三个阶段内的记录畴形貌。观 察结果表明:记录前阶段的记录畴形貌十分模糊,烧 蚀阶段的记录畴由烧蚀区和非晶态的  $A_{g_5} In_5 Sb_{47}$  $Te_{33}$ 两部分组成,记录阶段的记录畴为比较均匀的 非晶态  $A_{g_5} In_5 Sb_{47} Te_{33}$ ,在记录激光的功率为 12 mW、脉冲宽度为 90 ns 时,得到了最佳记录性能,反 射率对比度为 22%,记录畴直径为 380 nm ~ 400 nm。

#### 参考文献

- [1] Feinleid J, de Neufville J, Ovshinsky S R. Rapid reversible light-induced crystallization of amorphous semiconductors. Appl. Ppys. Lett., 1971, 18(6):254~ 257
- [2] Iwasuke H, Harigaya M, Nonoyama O et al.. Completely erasable phase change optical disc II : Application of mixed-phase system for rewritable compact disc compatible with CD-velocity and double CD-velocity. Jpn. J. Appl. Phys., 1993, 32 (11B) 5241 ~ 5245
- [3] Matsushita T, Suzuki A, Okuda M et al.. Phange-change optical recording films with AgInTe<sub>2</sub>-Sb-Te system. Jpn. J. Appl. Phys., 1995, 34(2A) 519 ~ 521
- [4] Yanagosawa T, Nomoto T, Ohsawa S et al.. Signal

simulation of 25 Gbytes read-only optical disk system using a high numerical aperture objective lens. Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40(3B):1536 ~ 1541

- [5] Lee K G , Park C M , Yoon D et al. Experimental results of space layer thickness for bule-wavelength dual-layered disc. Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40(3B):1643~1644
- [6] Sato M, Ezuka T, Koike K et al.. High-numericalaperture objective lens for blue laser disk system. Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40(3B):1790~1791
- [7] Kouchiyama A, Ichimura I. Optical recording using high numerical-aperture microlens by plasma etching. Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40(3B):1792~1793
- [8] Borg H J, Schijndel M. Phase-change media for highnumerical-aperture and blue-wavelength recording. Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40(3B):1592~1597
- [9] Iwasaki H, Ide Y et al. V and Ti doping effect on optical phase-change rewribale disc. Jpn. J. Appl. Phys., 1992, 31(2B) 461~464
- [ 10 ] Kageyamn Y , Ide Y , Harigaya M et al.. Compact disc erasable (CD-E) with phase-change recording materials. Jpn. J. Appl. Phys., 1996, 35 (1B) 500 ~ 504
- [11] Jiang F S, Okuda M. The effect of doping on the erasure speed and stability of reversible phase-change optical recording films. Jpn. J. Appl. Phys., 1991, 30(1) 97 ~ 100
- [12] Li Jinyan, Gan Fuxi. Optical and short-wavelength recording preperties of Ag<sub>8</sub> In<sub>14</sub> Sb<sub>55</sub> Te<sub>23</sub> phase-change films. *Chinese J. Lasers* (B), 2001, B10(4) 305 ~ 309
- [ 13 ] Li Jinyan , Ruan H , Gan Fuxi *et al*. Effect of sputtering parameters on the optical properties of phase-change film. *Proc. SPIE*, 2000, 4085 :125 ~ 127
- [14] Li Qinghui, Gu D, Gan Fuxi et al.. Optical properties and static recording performances of Ag-In-Sb-Te-O films using short-wavelength laser. Proc. SPIE, 2000, 4085: 133~135
- [15] Li Jinyan, Ruan H, Gan Fuxi *et al*.. Effect of sputtering parameter on optical properties of the phase-change thin films. *Acta Optica Sinica* (光学学报), 2001, **21**(5): 638~640(in Chinese)
- [16] Li Jinyan, Ruan H, Gan Fuxi *et al*.. Effect of thin film thickness on optical properties of thin films. *Acta Optica Sinica* (光学学报), 2001, **21**(8):952 ~ 955 (in Chinese)
- [17] Liu Huiyong, Jiang F, Gan Fuxi et al.. Heat-induced microstructure and optical properties change of the high reflectivity phase-change thin films. Chinese Science Bulletin, 1998, 43(16):1783
- [18] Lin Qinghui, Sun Jielin, Wang Haifeng et al.. Atomic force microscopic study of the structure of shortwavelength laser static recording bits in TeO<sub>x</sub> thin film. *Acta Optica Sinica* (光学学报), 2001, 21(10):1177 (in Chinese)
- [19] Meinders E R, Lankhorst M H R, Borg H J et al.. Thermal cross-erase issues in high-data-density phasechange recording. Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40 (3B):1558 ~ 1564

#### Analysis of Short-Wavelength Recording Properties of AgInSbTe Thin Films

Wei Jingsong Ruan Hao Chen Zhongyu Gan Fuxi

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800) (Received 12 December 2001; revised 23 Janoury 2002)

**Abstract** : The relationships between the recording properties and the recording laser power and pulse width of the  $Ag_5 In_5 Sb_{47} Te_{33}$  thin films were investigated and the recording domains morphology was observed. The results showed that the recording domains could be obtained when the recording laser power and pulse width were within a certain range , and the morphology of the recording domains is very clear and is amorphous  $Ag_5 In_5 Sb_{47} Te_{33}$ . When the laser power and pulse width could not provide efficient energy to induce significant change in the films , the morphology of the recording domains is very illegible. When the ablation took place the recording domains were composed of the ablation area and the surrounding amorphous  $Ag_5 In_5 Sb_{47} Te_{33}$ . In addition , the optimum recording conditions ( 12 mW recording power and the 90 ns laser pulse width ) were obtained , the reflectivity contrast of the recording domains obtained under the condition is 22% and the domain diameter is 380 nm ~ 400 nm.

**Key words** : AgInSbTe thin films ; recording domain ; recording properties