

XPS 谱在磁光介质可靠性分析中的应用*

杨成韬** 张 鹰 李言荣

(电子科技大学光电记录技术中心 成都 610054)

【摘要】通过对单层结构和多层结构的磁光记录介质 TbFeCo 在常温环境气氛条件和高温加速应力条件下的可靠性对比实验,以及对组成元素的 XPS 光电子能谱分析,证明了只有经过多层结构保护处理的磁光记录介质才具有高的稳定性。

关键词 磁光介质; 多层膜; 可靠性; XPS 能谱

中图分类号 O653

早期研究的磁光材料采用蒸发 MnBi 薄膜,利用热笔进行写入并以磁光效应来观察磁畴的写过程,接着出现了 GdFe、TbFe 和 DyFe 二元系稀土材料以及 GdFeCo、TbFeCo 为主的三元系磁光材料研究。由于稀土材料具有易氧化性,导致磁光效应劣化甚至消失的严重不足,使研究工作遇到了很大的困难^[1],因此主要采用一种类似于“夹心饼”结构的多层结构方式,对信息记录层进行保护。80年代,采用如图1所示的多层膜结构,极大地提高了磁光介质的可靠性,成为一种最基本、最有效的结构,现今的磁光盘即是在此基础结构进行研制的。近年来采用化学性能稳定的氧化物磁光材料,有望从本质上解决材料的稳定性问题^[2]。

随着记录信息容量的剧增,人们对记录信息的可靠性提出了更高要求。磁光盘记录介质稳定性在采用多层膜结构后,其稳定性和可靠性得到了极大提高。日本是磁光盘的主要科研、生产和消费国,在此领域的研究一直比较活跃,特别是在只读式光盘(CD-ROM)得到广泛应用后,对可擦重写光盘介质的研究更加广泛和深入^[3,4]。本文针对 TbFeCo 磁光介质的化学稳定性^[5],通过进行高温应力加速试验,利用 XPS 光电子能谱对元素的化学状态非常敏感的特性,对 TbFeCo 记录介质的稳定性进行了分析,得到的结果证明磁光记录介质具有高的可靠性。

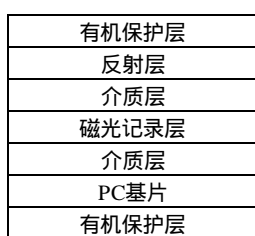


图1 磁光多层膜结构示意图

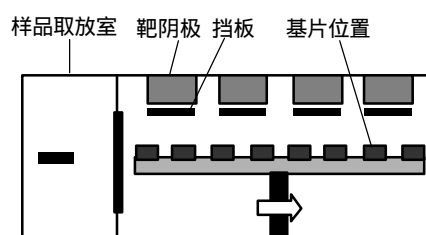


图2 多靶溅射系统示意图

1 实验方法

1.1 磁光薄膜制备

磁光记录是利用热磁写入原理进行信息记录,磁光克尔效应进行信息读出,为提高记录信号的信噪比,必须降低记录信号的噪声。磁光记录介质为非晶态薄膜,其制备方法一般采用磁控溅射法或物理气相蒸发沉积法^[6]。

2000年7月19日收稿

* 国家“九五”重点科技攻关项目

** 男 35岁 在职博士生 副教授

本文采用如图2所示的多靶磁控溅射设备制备磁光多层薄膜, 设备具有4个溅射靶位, 安装在同一个真空室内, 每个靶位可以进行直流和射频磁控溅射。真空室与外界样品交换由一个样品取放室完成, 以保证在不破坏真空溅射室真空度的条件下, 可以连续不断地进行多层膜的制备, 由溅射室制备出的样品通过样品取放室取出真空室外进行分析测试。研究中采用 Si 靶、TbFeCo 靶和 Al 靶。为提高一致性和可靠性, 减少层间污染, 本文采用连续溅射成膜方式。膜层如图1所示, 在 PC 基片上连续地依次溅射 SiN、TbFeCo、SiN、Al 膜。SiN 膜层采用单晶硅作靶材, 通入高纯度氩气和高纯度氮气, 采用射频磁控反应溅射法沉积薄膜^[7], 记录介质 TbFeCo 薄膜和反射层 Al 膜分别在通入高纯度氩气条件下采用直流磁控溅射方法沉积。完成薄膜沉积后的实验样品在 PC 面和 Al 膜层分别涂敷紫外光固化胶, 固化后形成有机保护层对多层膜实施保护。为了进行对比, 研究中同时在硅基片上溅射制备单层磁光 TbFeCo 薄膜。

薄膜溅射沉积时背底真空度为 4.0×10^{-4} Pa, 溅射时真空度为0.85~1.1 Pa, 沉积 SiN、TbFeCo、Al 薄膜时溅射功率分别为800 W, 350 W 和400 W, 各膜层匹配厚度为 PC/SiN(105 nm)/TbFeCo(30 nm)/SiN(25 nm)/Al(20 nm), 单层 TbFeCo 薄膜厚度为35 nm。

1.2 可靠性实验

单层结构磁光薄膜直接暴露于大气气氛下使其自然失效; 多层结构磁光薄膜样品分为两组, 一组样品同单层结构磁光薄膜一起采用自然失效方式, 另一组样品则采用加速应力实验以加速其失效过程的进行。

加速应力实验条件采用+80℃恒定应力。实验时为了准确地控制实验条件, 保证实验的重复性, 采用高精度恒温实验箱, 温度精度控制在 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。多层结构薄膜样品在+80℃的高温环境中, 经过1 500 h 的实验, 单层样品在室温大气气氛中自然老化, 分别测试各种样品的磁光克尔特性, 并对多层样品进行 XPS 能谱分析。

2 结果分析与讨论

2.1 单层结构膜

制备的新鲜磁光薄膜, 磁光静态特性表现出优异的 Kerr 磁滞回线, 其矩形度好, 表明磁光薄膜具有较大的磁垂直各向异性。随着暴露在空气中时间的增加, 单层磁光薄膜的 Kerr 磁滞回线形状逐渐发生如图3所示的变化, 矩形度越来越差, 发生严重畸变直到最后消失, 薄膜由磁光材料变成了铁磁性材料。产生这种畸变的主要原因是由于稀土元素 Tb 具有极高的化学活性, 在大气气氛条件下择优氧化, 致使薄膜的磁垂直各向异性消失。从表面观察分析, 新鲜膜层表面平滑光亮, 暴露于大气中一段时间后, 表面逐渐出现褐色小斑点, 并且逐渐地扩大, 最终使整个膜面氧化而出现剥离。

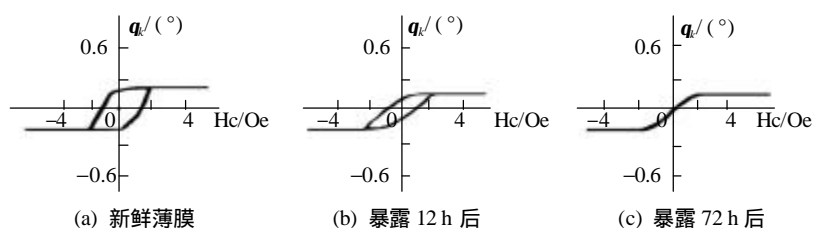


图3 单层磁光记录薄膜静态磁光性能随暴露大气气氛时间的变化

2.2 多层结构膜

磁光记录介质层采用多层膜结构后, 克尔磁滞回线矩形度与单层磁光薄膜相比, 不仅矩形度

更好, 而且磁光克尔旋转角得到了增强。将多层膜样品长时间暴露于大气中, 克尔磁滞回线形状、克尔旋转角的大小等磁光静态性能保持不变。由于 X 射线光电子能谱对化合物中各种元素的化学态具有非常敏感的探测能力, 为从本质上评价磁光介质的稳定性, 可采用 XPS 光电子能谱分析法来分析记录介质层 TbFeCo 的化学状态变化^[8]。经过加速应力实验后, 按照如图4所示的工艺流程, 首先将 Al 膜面与玻璃基片粘合, 其次剥离有机保护层, 然后在 PC 衬底上腐蚀制备供分析测试用的圆锥形孔。采用 VG microlab 的 MKII型能谱分析仪, 经离子刻蚀后, 收集各元素的 XPS 谱。图5为刻蚀时间与对应元素采集强度的关系图, 从图中可清楚地看到刻蚀进行时各层膜的结构情况。

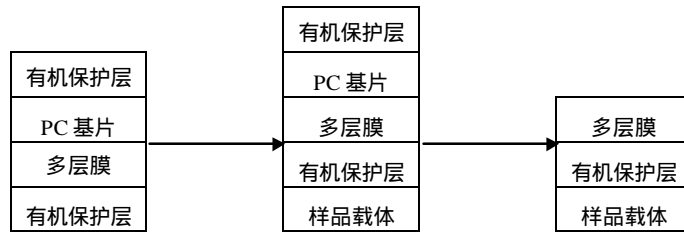


图4 多层磁光介质膜 XPS 分析样品准备

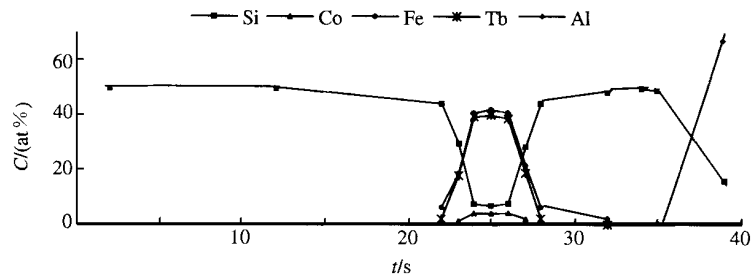


图5 XPS 谱采集时间与元素含量关系

实验样品经1 500 h、80℃高温应力条件实验后, 采用如图4所示步骤, 由能谱分析仪采集得到磁光介质层 TbFeCo 中各元素的 XPS 光电子能谱。图6~图8分别是磁光记录层 TbFeCo 中的组成元素 Tb、Fe、Co 在实验后的 XPS 光电子能谱。通过考察各元素 XPS 谱图特征峰位处结合能 E_b 大小, 以及 XPS 谱的形状, 并且与元素的标准 XPS 谱图进行比^[9], 发现磁光介质层的各组成元素在加速应力实验后, 其谱图中峰位所在处的结合能 E_b 没有发生变化, 谱图中没有出现元素氧化后的峰位, 谱图与标准的谱图完全一致。

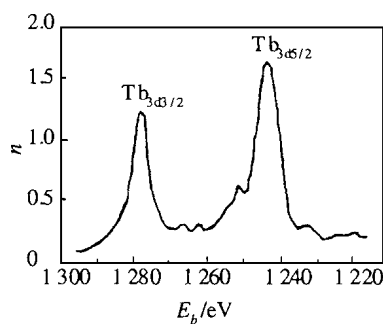


图6 老化试验后 Tb 元素的 XPS 能谱

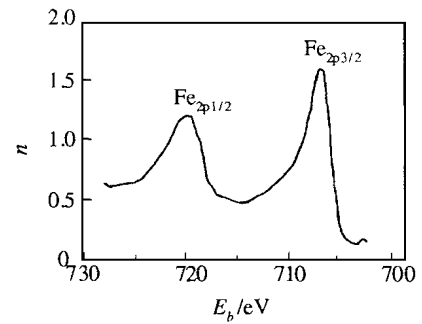


图7 老化试验后 Fe 元素的 XPS 能谱

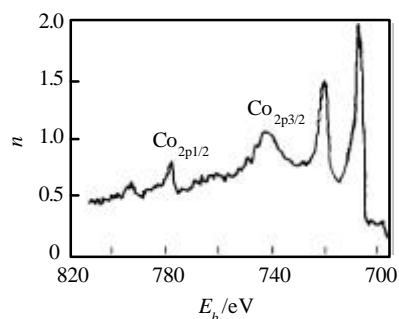


图8 老化试验后 Co 元素的 XPS 能谱

由于 XPS 谱能够灵敏地反映化学元素的化学状态,任何微小的化学状态改变,特别是元素化学价态的变化,均将会引起元素 XPS 谱图特征峰位处结合能的偏移。多层膜结构的磁光记录介质组成元素 Tb、Fe、Co 的 XPS 能谱的特征峰位的结合能没有发生改变及形状变化,证明记录介质层化学状态保持稳定。研究表明,经过多层结构处理的磁光记录介质膜层,具有长期有效地保存记录信息的能力。

3 结 论

稀土-过渡族非晶态 TbFeCo 磁光记录介质中的稀土元素 Tb 具有很高的化学活性,单层薄膜的磁光性能在空气中由于稀土元素的氧化,使材料的磁垂直各向异性消失,从而导致磁光记录介质磁光性能的劣化。经过多层结构处理后,得到保护的 TbFeCo 磁光记录介质能够经受住外界恶劣气氛条件的影响,而本身没有发生氧化失效,其物理化学性质保持不变,磁光性能没有改变,能够满足可擦重写信息记录的高可靠性要求。

参 考 文 献

- 1 Imamura N, Tanaka S, Tanaka F, *et al.* Magneto-optical recording on amorphous film. *IEEE Trans Magn*, 1985, Mag-21(5): 1 607~1 612
- 2 Chen Weiyuan, Zhong Zhiyong, Wang Haocai. Optimum design of Bi-substituted DyGaIG multilayered magneto-optical films. *Journal of University of Electronic Science and Technology of China*, 1996, 25(1):36~40 [陈伟元, 钟智勇, 王豪才. Bi 代 DyGaIG 多层磁光薄膜的优化设计. *电子科技大学学报*, 1996, 25(1): 36~40]
- 3 Nishida T, Sugiyama H, Horigome S. Sn-Sb-Se/Sb-Bi bilayer phase-change media for high-density write-once optical recording. *Jpn J Appl Phys*, 1995, 34(3): 1 562~1 568
- 4 Hirota K, Ohbayashi G. Reliability of the phase change optical disk. *Jpn J Appl Phys*, 1997, 36(10): 6 398~6 402
- 5 Jin Yulan, Jiang Shuyan. Reliability of optic disks. *Journal of University of Electronic Science and Technology of China*, 1997,26(2): 162~166 [荆玉兰, 姜书艳. 光盘的可靠性试验. *电子科技大学学报*, 1997, 26(2): 162~166]
- 6 Li Yan. Preparation and research on characteristics of phase change Chalcogenide amorphous thin films. *Journal of University of Electronic Science and Technology of China*, 1996, 25(6): 621~624 [李 燕. GeTe 系非晶相变薄膜的制备及性能研究. *电子科技大学学报*, 1996, 25(6): 621~624]
- 7 Nakada M, Okada M. Effects of silicon nitride chemical composition on magneto-optical properties of non-stoichiometric silicon nitride/TbFeCo layers. *Jpn J Appl Phys*. 1995, 34(7): 3 576~3 582
- 8 石旺舟, 林揆训, 林璇英. 溅射共沉积 GaAs-SiO₂ 复合薄膜的 XPS 研究. *功能材料*, 1997, (4): 366~367
- 9 Wagner C D, Riggs W M, Davis L E, *et al.* *Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy*. USA: Perkin Elmer Corporation, 1979

Application of XPS Spectra in Analysis of MO Medium Reliability

Yang Chengtao Zhang Ying Li Yanrong

(Center of Opto-electronic Recording Technology, UEST of China Chengdu 610054)

Abstract By contrastive experimental analyzing of the single layer film and multilayer film of magneto-optical recording medium TbFeCo in room and high temperature condition, it is proved that the magneto-optical medium has high stability by adopting multilayer film structure. the XPS analysis of element of TbFeCo also proves the conclusion.

Key words magneto-optical media; multilayer film; reliability; XPS spectra

(上接第128页)

- 5 Zhao Dong feng, Li Bihai, Zheng Sumin. Study on two-ary trees algorithms of packet conflict resolution for random access channels. Journal of University of Electronic Science and Technology of China, 1996, 25(Suppl 2): 260~264[赵东风, 李必海, 郑苏民. 二叉树形分解算法研究. 电子科技大学学报, 1996, 25(增刊2): 260~264]
- 6 Mathys P, Flajolet P. Q_ary collision resolution algorithm in random-access system with free or blocked channel access. IEEE Transactions on Information Theory, 1985, IT31(2): 217~243
- 7 王健成, 姚庆栋, 戴文琪. 阻塞 Stack-3 随机多用户接入算法及其性能研究. 通信学报, 1999, 20(11): 66~71

Analysis of Improved Contention Resolution Algorithms and Throughput over RAC

Gao Fei

(Department of Info. and E&E., Yunnan Institute of The Nationalities Kunming 650031)

Guo Yanping Zhao Dongfeng

(Department of Communication Eng, Yunnan University Kunming 650091)

Abstract This paper suggests a new algorithm model of binary & ternary-tree contention resolution algorithm, and derives the mean slots formula used in resolving collision. Comparing with basic contention resolution algorithm, this result gets a high efficiency. The throughput character of blocked access channel is also analyzed through computer simulation.

Key words random multiaccess channel; contention resolution algorithms; blocked access; time slot; throughput; computer simulation