

투과전자현미경을 이용한 상전이형 광디스크의 미세조직 관찰

김수철, 김공호^{1,*}

한국과학기술연구원 특성분석센터, ¹재료연구부

Microstructural Observation of Phase Change Optical Disk by TEM

Soo-Chul Kim and Gyeong-Ho Kim^{1,*}

Advanced Analysis Center, Korea Institute of Science and Technology

¹Division of Materials, Korea Institute of Science and Technology

39-1, Hawolgok-dong, Sungbuk-ku, Seoul, Korea, 136-791

(Received September 22, 1999)

ABSTRACT

With increasing demand for fast and reliable, yet economical data storage devices, the role of optical disk technology is becoming more important. In recent years, advanced laser technology combined with new materials has given the competitive edge over the traditional magnetic memory devices both in memory capacity and reliability of data retrieval. Continuing effort is being put into developing smaller and more complex structures for optical disks to increase their memory density. Characterization of such multilayered structure requires not only high spatial resolution for observation but also laborious specimen preparation. In this paper, the method of preparing optical disk specimens for TEM characterization is described in detail. The microstructural features in optical disks observed by TEM are also discussed.

Key words : Optical disk, TEM, Sample preparation, Ion milling

서론

기억매체로서 광디스크는 컴퓨터, 비디오 또는 오디오 장비의 주변기기로서 사용되고 있으며 성능과 경제적인 측면에서 자기기억 매체와 경쟁력을 가지고 있다. 기존의 자기기억 매체에 비하여 가장 큰 장점은 레이저 빔을 이용하여 광디스크로부터 저장된 정보를 읽음으로서 기계적 접촉이 필요하지 않고 따라서 정

보획도의 신뢰성이 높고 기록된 정보의 장기적 보존이 가능하다는 점이다. 광디스크의 정보기록 과정은 레이저 빔으로 기록층을 국부적으로 가열하여 기록층에 물리적, 화학적 또는 자기적 변화를 유발시키고 이에 따른 광학적인 특성의 변화를 주는 것으로 요약된다. 기록층에서 발생하는 물리적 변화로는 구성 물질이 제거되거나(물질제거형) 비정질-결정화 변태를 일으키거나(상전이형) 또는 자기극성의 반전(광자기형)이 발생한다. 이와 같은 방식으로 기록된 정보는 레이

* Correspondence should be addressed to Dr. Gyeong-Ho Kim, Division of Materials, Korea Institute of Science and Technology, 39-1, Hawolgok-dong, Sungbuk-ku, Seoul, Korea, 136-791. Ph: (02) 958-5525, FAX: (02) 958-5529, E-mail: ghokim@kist.re.kr

저 빔이 위치에 따른 광학적 특성의 차이를 읽어 신호로 변환함으로써 정보의 획득이 가능하게 된다. 따라서 광디스크의 성능은 입력신호를 정확하게 기록하는 특성과 저장된 신호를 다시 정확하게 읽어낼 수 있는 기능에 의해 결정되며 광디스크의 다층박막구조는 이와 같은 기능들을 최적화 시키기 위한 광학적 특성을 부여하기 위하여 설계된다.

일반적으로 광디스크는 기록층을 중심으로 보호층, 반사층 그리고 기판으로 구성된 다층박막형 미세구조를 가진다(Fig. 1). 기판의 역할은 광디스크의 기계적인 강도를 제공하며 기록층의 변형이나 손상을 방지하며 기록층을 수분이나 오염물질로부터 보호한다. 가장 보편적으로 사용되는 기판의 재질은 polycarbonate로서 0.6~1.2mm의 두께를 가진다. 기판이 가져야 할 광학적 특성으로는 레이저 빔의 흡수나 산란을 최소화하는 것이다. 기판 위의 하부 유전체막은 polycarbonate 기판의 열에 의한 손상을 막아주며 주된 역할은 기록층에 가해지는 레이저 빔의 강도를 적절하게 유지시키고 다층박막의 반사율을 바꾸어 기록된 정보의 획득을 최적화 한다. 가장 일반적인 재료로는 ZnS-SiO₂가 사용된다. 하부 유전체막 위에 기록층이 존재하며 이 층을 구성하는 물질은 상전이형 광디스크의 경우 Ge-Te-Sb의 3원계 합금으로 합금조성의 변화를 통해 고온에서 상전이에 소요되는 시간을 조절한다. 합금 조성 이외에도 기록층의 두께에 따라 레이저 빔 가열에 의한 최대온도가 결정되며 다층박막의 광학적 투과도도 달라지게 된다. 상부 유전체막은 기록층 위에 있으며 기록층의 냉각속도와 최고 가열온도를 제어한다. 그 위에 존재하는 반사층은 Al 합금이 사용되며 다층박막을 통해 투과된 레이저빔을 반사시켜 주파수 공진을 일으켜 신호의 세기를 강화시켜주는 역할을 하면서 동시에 열을 흡수, 방출하여 기록층의 과열을 방지하는 역할을 한다.

최근에는 디지털신호 저장을 목표로 DVD (Digital Video Disk)가 개발되고 있으며 기록밀도의 증가를 위하여 양면 또는 2층으로 정보를 기록할 수 있는 더욱 복잡한 구조의 광디스크가 제작되고 있다(Bruker et al., 1997). 이와 같은 추세에 따라 광디스크의 미세구조 분석의 중요성이 더욱 크게 부각되고 있으나 투과전자현미경을 이용한 미세구조 관찰과 성분분석은 활

발하게 응용되지 못하고 있다. 가장 큰 이유는 시편 준비가 어렵기 때문이며 여러 층의 이종물질로 이루어진 다층박막의 형태를 가지는 광디스크는 각 층간의 두께가 다르고 접합력이 달라 기록층의 분리나 손상을 주지 않는 기판의 제거방법, 기판 제거 후 기록층의 기계적 손상을 방지하는 방법, 그리고 이온 빔 밀링 속도의 차이를 극복하여야만 정확한 미세구조의 관찰이 가능하기 때문이다. Kouzaki (1997) 등에 의해 보고된 연구결과는 single side형 광디스크 관찰을 위한 박막절단법(Ultramicrotomy)이나 이온빔 밀링(Ion beam milling)의 응용에 관한 것이었다. 본 연구에서는 광디스크의 단면 미세조직을 관찰할 수 있는 단면시료의 제작법을 제안하고 아울러 평면시료의 제작법도 제시하여 투과전자현미경을 이용한 광디스크의 미세구조 관찰법에 관한 전반적인 연구결과를 보고한다.

재료 및 방법

본 연구에 사용된 광디스크는 국내에서 제작된 양면 상전이형 광디스크이며 디스크로부터 절단한 작은 조각에서 기판을 tetrahydrofran으로 용해시킨 후 평면 및 단면시료를 제작하였다. Gatan사의 dimple grinder를 사용하여 양면 연마로 최종 두께인 20 μ m까지 시편을 연마하였다. 이온밀링기는 Gatan사의 Duomill (Model 600)을 사용하였으며 6kV의 가속전압 하에서 11°의 양면 밀링각도로 80°의 single sector control mode로 시편을 밀링하였고 Gun current는 0.5 mA로 유지시켰다. 미세조직의 관찰을 위하여 사용된 투과전자현미경은 Philips사의 CM-30으로 200 kV의 가속전압으로 사용하였다.

결과 및 고찰

1. 평면시료의 제작 및 관찰

양면 광디스크의 단면 구조는 다섯 층이 대칭으로 분포하고 가운데 접착층이 있는 형태이다(Fig. 1). 기판 위에 하부 유전체 층이 있고 그 위에 기록층, 상부 유전체층 그리고 반사층으로 구성되어 있다. 기록층의 평면구조 관찰은 track pitch의 크기와 인접한 track 간의 거리 그리고 정보기록 부위의 크기에 관한 정보

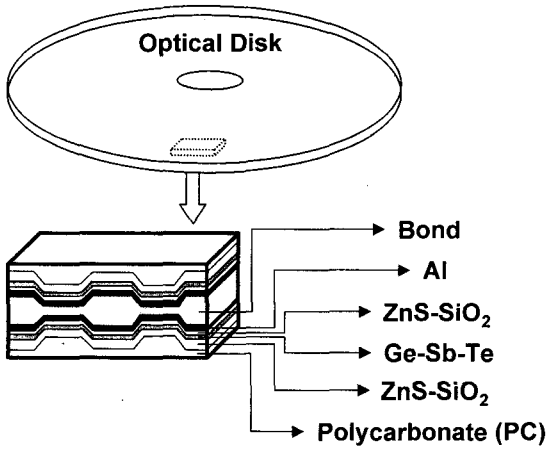


Fig. 1. Cross-sectional structure of double side, phase-change optical disk.

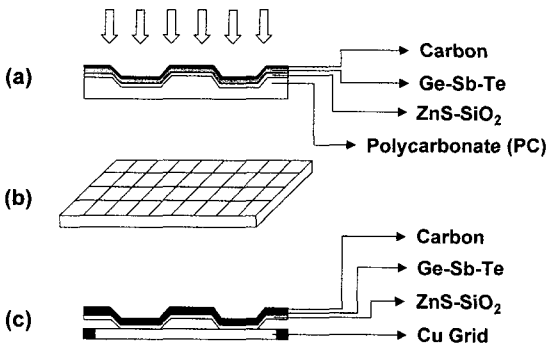


Fig. 2. Sample preparation for plan-view observation by carbon replica method.

- (a) Carbon evaporation on the sample
- (b) Marking the evaporated surface with knife
- (c) Dissolving the substrate and placing replica film on the Cu grid

를 얻는 데 중요하다. 평면시료의 준비과정은 다음과 같다(Fig. 2). 우선 관찰하고자 하는 부위를 절단하여 접착테이프를 사용하여 분리시키면 접착력이 약한 부위를 따라 파괴가 발생하게 되며 주로 기록층이 표면에 노출된다. 이것을 5×5 mm 정도의 크기로 자른 후 slide glass 위에 양면 tape를 붙이고 그 위에 시편을 고정시킨다. 고정된 시료를 탄소증착기에 넣어 약 20 nm 두께의 탄소막을 증착한다. 증착이 완료된 시편 표면을 2×2 mm 정도로 칼로 금을 긋고 tetrahydrofran

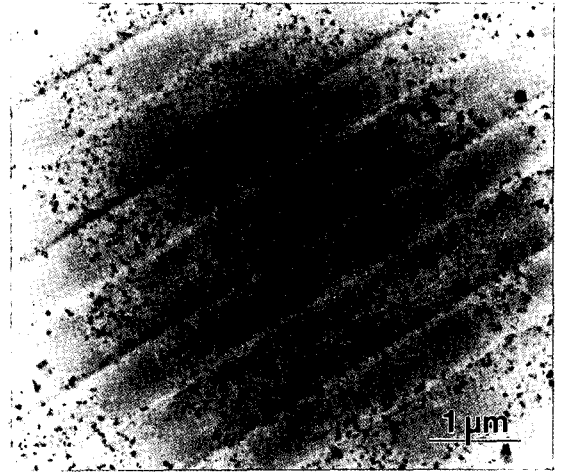


Fig. 3. TEM image of recording layer in the optical disk observed by plan-view sample.

용액에 넣어두면 기판은 용해가 되고 탄소막에 부착된 광디스크의 다층박막이 기판과 분리된다. 분리된 시료를 즉시 Cu grid로 건져 다시 순수한 tetrahydrofran 용액에 넣어 잔존하는 polycarbonate를 깨끗이 제거한다. 이와 같은 과정을 거치면 기록층과 하부 유전체층만이 탄소막에 부착되어 있게 된다. Tetrahydrofran으로 세척한 시편을 건져 다시 증류수에 넣으면 표면장력에 의해 탄소막이 펼쳐지게 되며 이것을 Cu grid로 건져 건조시키면 투과전자현미경으로 관찰이 가능하다.

평면시료로 기록층의 관찰이 가능하며 결정 상 영역과 비정질 상의 분포, 크기 그리고 위치에 관한 정보를 얻을 수 있다(Fig. 3). 분석 결과 track의 폭은 관찰된 부위 내에서 균일하였으며 결정 상 영역과 비정질 상 영역이 혼재하고 있으며 결정 상의 결정립 크기는 30~130 nm의 범위로 분포하였다. 정보가 기록된 비정질 상의 길이는 기록방법에 따라 크기와 모양이 다르며 약 1 μm 크기로 track 내에 위치하고 있었다.

2. 단면시료의 제작 및 관찰

광디스크의 성능은 각 구성층의 성분과 두께에 의해 결정되므로 다층구조의 정확한 두께측정이 요구되며 아울러 각 층의 두께 균일성, 그리고 계면의 평활

도 등에 관한 관찰이 필요하다. 이와 같은 분석은 단면관찰을 통해서 가능하며 따라서 광디스크를 구성하는 각 층에 손상을 주지 않고 미세조직을 관찰할 수 있는 시료준비법이 필수적이다. 양면 광디스크에서는 중간층으로 존재하는 접합층(bond layer)을 깨끗하게 제거하는 작업이 가장 중요하며 또한 이온 빔 밀링 중 균일한 밀링 효과와 다층박막 구조의 지지를 위하여 양면으로 실리콘 기판을 접착시키는 것이 필요하다. 상세한 시료준비 과정은 다음과 같다(Fig. 4). 광디스크에서 우선 관찰하고자 하는 면의 반대편을 분리시키면 가장 약한 접합계면인 기록층을 따라 분리가 일어난다. 이것을 약 10×10 mm 정도 크기로 잘라서 tetrahydrofran 용액에 넣어두면 접합층(bond layer)을 따라 부분적으로 용해되어 팽창하게 된다. 이것을 제거한 후 탈지면으로 깨끗이 닦아내고 건져내어 filter paper 위에 올린다. 이 상태에서 약 0.2 mm 두께의 실리콘 기판을 에폭시(G-1 epoxy, Gatan)를 이용하여

시편의 뒷면에 부착시킨다. 에폭시의 열경화가 완료되면 시료를 다시 tetrahydrofran 용액에 넣어 하부의 잔존 polycarbonate를 완전히 녹여 제거한다. Polycarbonate가 제거된 시료 표면을 조심스럽게 세척하여 잔류물질을 없앤 후 그 위에 다시 0.2 mm 두께의 실리콘 기판을 에폭시로서(G-1 epoxy, Gatan) 부착시킨다. 열경화된 시료를 slide glass에 붙이고 저속 다이아몬드 절단기로 약 1.8×2 mm 크기의 조각으로 절단한다. 절단된 시료를 Ti grid에 삽입, 에폭시로 고정시키고 양면을 연마하여 약 100 μm의 두께로 시편을 만든 후 dimpling을 수행하였다.

사용된 이온밀링 조건인 밀링각도 11°와 가속전압인 6 kV는 충분히 낮은 입사 이온에너지를 가지고 있어 시료의 조직에 손상을 주지 않았으며 따라서 시료의 액체질소 냉각이 없이도 밀링이 가능하였다.

단면시료로부터 관찰된 다층박막 미세구조는 상부 유전체층, 기록층, 하부 유전체층 그리고 반사층의 서

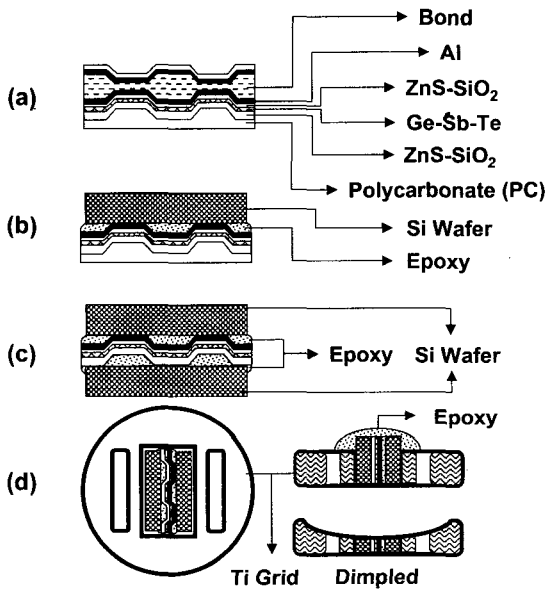


Fig. 4. Cross-sectional sample preparation by Ion milling method.
 (a) Separation of top substrate
 (b) Eliminating the bond layer and attaching the dummy Si wafer
 (c) Eliminating the opposite substrate and attaching the dummy Si wafer
 (d) Securing the sample into the Ti grid and dimpling of the specimen

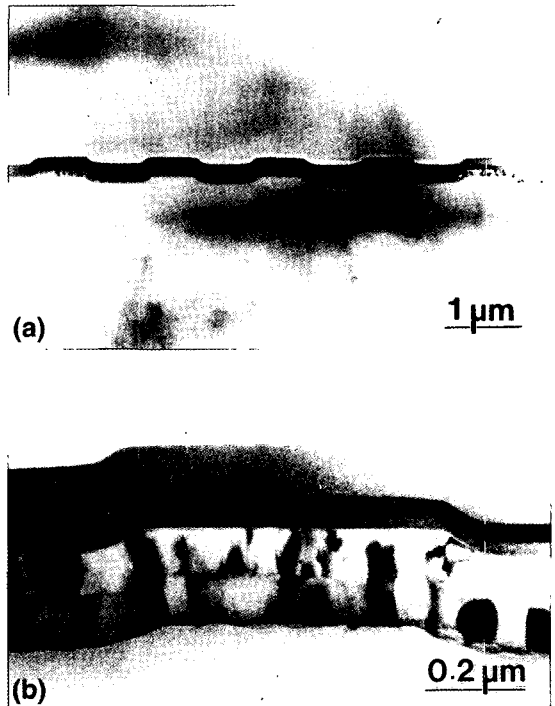


Fig. 5. Cross-sectional TEM image of optical disk.
 (a) Low magnification view of cross-sectional sample
 (b) High magnification image of cross-sectional sample with multilayer structure

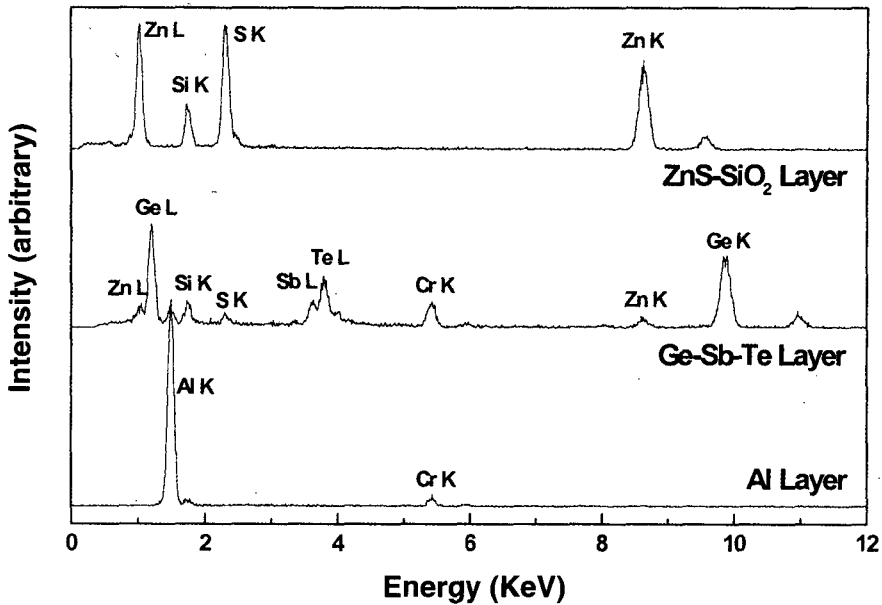


Fig. 6. EDS spectrum of layers in the optical disk.

로 다른 두께와 조성을 가진다(Fig. 5). 각 층의 구성 성분은 에너지분산 X-선 분석기로 확인하였다(Fig. 6). 상부 유전체층은 비정질의 ZnS-SiO₂로 확인되었으며 그 아래 기록층은 결정상인 Ge-Sb-Te 삼원계 합금으로 구성되어 있었다. 하부 유전체층은 역시 비정질인 ZnS-SiO₂로서 이 층의 두께는 상부 유전체층에 비해 1/5의 두께를 가진다. 가장 하부의 반사층은 Cr을 소량 함유하는 Al 합금으로 두 층으로 분리되어 있었다. 본 연구에서 사용된 단면시료 제작법은 상온에서 이온 빔 밀링으로 다층박막구조에 손상을 주지 않으며 각 층의 미세구조를 정확하게 관찰할 수 있다는 것을 보여준다.

결 론

다층박막구조를 가지는 광디스크는 기억밀도의 향상을 위하여 그 구조가 복잡해짐과 동시에 미세해지고 있으며 이런 추세에 따라 투과전자현미경을 이용한 미세구조의 분석도 그 필요성이 증대되고 있다. 그러나 각 구성층 간에 존재하는 이온 빔 밀링속도의 차이, 이온 빔에 의한 조직의 손상, 약한 계면을 따라

발생하는 층간의 분리, 그리고 화학적 반응속도의 차이 등 기존의 단순한 시편준비법은 광디스크의 미세조직 관찰에 여러 가지 문제점을 가지고 있다. 따라서 본 연구를 통해 신뢰성이 있고 비교적 용이한 광디스크의 평면 및 단면 시편준비법을 제시하였으며 이 방법을 응용하여 제작된 시료의 미세구조를 관찰함으로써 새로운 시편준비법의 유용성을 확인하였다.

참 고 문 헌

Brucker CF, McDaniel TW, Gupta MC: Handbook of Photonics, CRC Press, Florida, pp. 719-723, 1997.

Kouzaki T, Yoshioka K, Ohno E: Cross-Sectional TEM Sample Preparation of Phase-Change Optical Disk by Ion Milling, Mat Res Soc Symp Proc 480: 251-256, 1997.

< 국문초록 >

기억저장매체로서 광디스크의 개발이 활발히 진행되고 있으며 최근의 레이저 기술의 발전, 제조기술의 발전에 따른 기억밀도의 증가로서 기존의 자기기록매체와 경

쟁을 하고 있다.

기록밀도의 증대와 신뢰성의 향상을 위하여 다층박막 구조를 가지는 광디스크의 미세구조는 더욱 복잡하며 소형화되고 있다. 이종의 물질로 구성된 다층박막형 광디스크의 미세구조 관찰 및 분석을 위해서는 투과전자현미경과 같은 미소영역 분석법이 필수적이며 비교적 간단

하고 신뢰성 높은 시편준비법의 확립이 선행되어야 한다. 본 연구에서는 투과전자현미경 분석을 위한 광디스크의 평면 및 단면시료 제작법을 제시하고 제조된 시편으로부터 얻어진 광디스크의 미세구조 분석결과를 보고한다.