

# Fe-Al 박막의 선택산화와 자기특성

장평우, 신승찬\*

청주대 이공대학 물리학과

## 1. 서론

Fe와 Al은 산소와의 친화력에서 큰 차이가 나므로 Fe-Al 합금박막을 산화시키면 알루미늄이 선택적으로 산화된다는 것이 잘 알려져 있다. 산화제로 산소대신 수증기를 사용하여 Fe-Al박막을 산화시키면 Fe-Al-O 산화물이 생성되지 않고  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  또는  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  이 생성된다는 것이 알려져 있다[1,2]. 이렇게 선택산화가 진행되면 박막의 Al함량이 줄어들어 포화자화가 증가될 뿐 아니라 자기특성도 변화될 것으로 예상된다. 본 연구에서는 Fe-5%Al 합금박막을 스파터방법으로 만든 뒤 수증기와 수소의 혼합가스에서 선택산화를 진행시켜 자기 및 구조특성의 변화를 VSM, XRD 그리고 XPS를 사용하여 관찰하였다.

## 2. 실험방법

RF 스파터방법으로 Fe-5%Al 합금타겟을 이용해 200 nm의 Fe-Al박막을 상온에서  $\text{SiO}_2$  기판위에 성장시켰다. 열처리 할 때 수증기 함량은 이슬점을 변화시켜 조절하였다. 실린더에서 나온 고순도 수소는 첫 번째 용기를 통과한 뒤 첫 번째 용기보다 낮은 온도로 유지되는 두 번째 용기를 통과 한 뒤  $700\text{-}900^\circ\text{C}$ 로 유지되고 있는 열처리로로 유입된다. 두 번째 용기는 첫 번째 용기보다  $10^\circ\text{C}$  정도 더 낮은 온도로 유지되고 있고 두 번째 용기의 온도로 이슬점을  $-80^\circ\text{C}$ 에서  $0^\circ\text{C}$ 까지 조절해 수증기함량을 조절하였다. 2 - 180분간 열처리한 시료의 자기적 특성은 VSM으로, 생성 산화물은 XRD로 분석하였으며 박막 깊이에 따른 조성 및 반응생성물의 분석은 XPS로 하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

그림 1은  $800^\circ\text{C}$ 에서 약  $10^{-4}$  torr에서 진공 열처리한 Fe-Al박막의 depth profile이다. 고진공 배기 후 남은 기체가 진공조의 벽에서 탈착된 물분자임을 고려하면 이슬점 약  $-70 \sim -80^\circ\text{C}$ 의 수증기로 열처리한 것과 동일하다. 그림 2의 진공 중에서 열처리한 시편표면에서 산소가 가장 많이 검출된다. Fe-Al 이원계로 가정하면 진공열처리를 하더라도 산화물이 예칭시간 500초동안 철이 거의 검출되지 않고 500초 이후에 Al이 약 80% 가까이 검출된다. 즉 표면에 알루미늄의 함량이 매우 높아졌음을 알 수 있다. 그림 2에서철의  $\text{Fe}2p_{3/2}$  결합에너지가  $706.6 \text{ eV}$ 로 금속철 형태로 존재하고, 그림 3의  $\text{Al}2p$ 의 결합에너지가  $75.6 \text{ eV}$ 로 알루미늄은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 로 존재함을 알 수 있다. 즉 철은 산화되지 않고 알루미늄만 표면에서 산화됨을 확인할 수 있다.

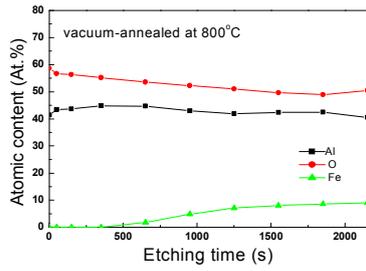


그림 1. 800°C에서 진공열처리된 Fe-Al박막표면의 에칭시간에 따른 성분변화

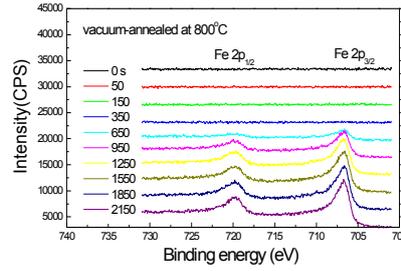


그림 2. 800°C에서 진공열처리된 Fe-Al박막표면의 에칭시간에 따른 Fe2p 결합에너지변화

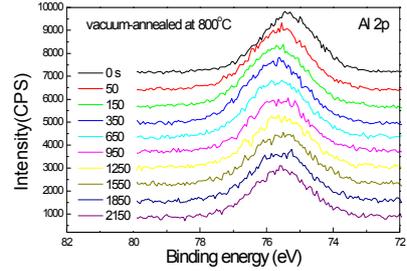


그림 3. 800°C에서 진공열처리된 Fe-Al박막표면의 에칭시간에 따른 Al2p 결합에너지변화

그림 4는 고순도 수소로만 열처리한 시편의 VSM 이력곡선으로, 열처리를 한 후 포화자화가 증가한다. -78oC 근처의 이슬점을 통과한 고순도 수소로 열처리한 박막의 포화자화는 증가하지 않음과비교해 보면 이러한 결과는 비록 고순도 수소에도 약간의 수분이 함유되어 있음을 의미한다. 또한 보자력이 증가하여 연자기 특성은 나빠진다. 그림 5는 700oC,  $T_{dew}=-17^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 박막의 VSM 곡선으로 포화자화는 감소하였다. 이것은 Fe가 같이 산화되었음을 의미하는 것이며 원점부근에 경자성성분의 곡선이 나타나는 것으로 보아 Fe-ferrite가 생성될 가능성이 있다.

그림 6은 900°C,  $T_{dew}=-17^{\circ}\text{C}$ 에서 100분 동안 열처리한 박막의 VSM 이력곡선으로 곡선의 기울기가 작아졌다. 곡선이 누운 원인으로는 입계에  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 이 생성됨으로써 반자장이 증가하였기 때문으로 생각된다.

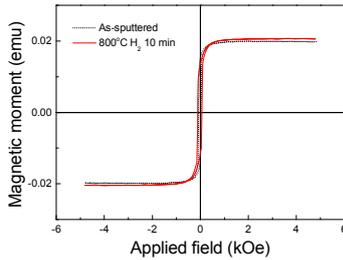


그림 4 수소분위기에서 열처리한 박막의 VSM 곡선으로 열처리 후 포화자화는 증가한다.

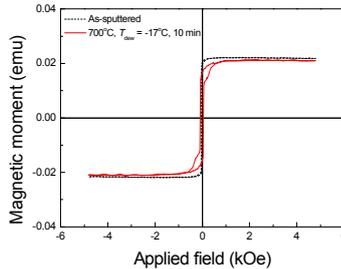


그림 5 700°C,  $T_{dew}=-17^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 Fe-Al박막의 VSM 이력곡선.

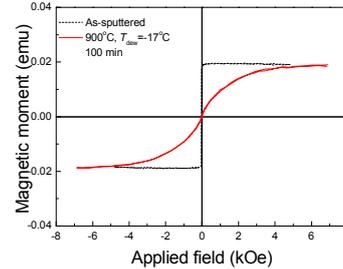


그림 6 900oC,  $T_{dew}=-17^{\circ}\text{C}$ 에서 100 분 열처리한 Fe-Al 박막의 VSM 이력곡선

선택산화에서 Fe가 산화되지 않는 조건을 알아보기 위해 stanjan프로그램으로 수소함량 및 온도변화에 따른 반응생성물의 함량변화를 수치해석하였다. 이 프로그램은 비록 kinetics를 고려하고 있지 않지만 수소함량이 높을수록 그리고 반응온도가 높을수록 철이 산화되지 않음을 알 수 있다. 그리고 모든 조건에서도 항상  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 가 생성된다.

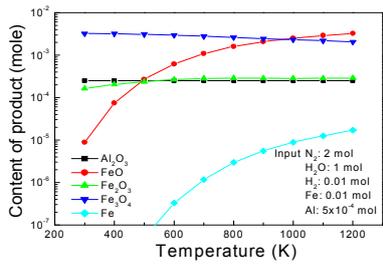


그림 7 반응온도에 따른 생성물함량변화(H<sub>2</sub> 0.01 mol)

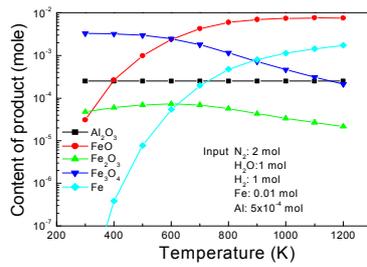


그림 8 반응온도에 따른 생성물함량변화(H<sub>2</sub> 1 mol)

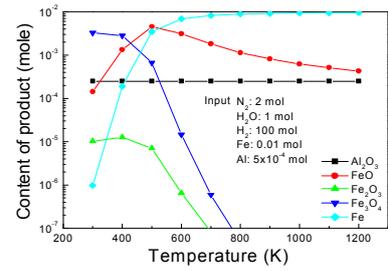


그림 9 반응온도에 따른 생성물함량변화(H<sub>2</sub> 100 mol)

#### 4. 참고문헌

- [1] Richard E. Grace and Alan U. Seybolt, *J. Electrochemical Society*, **105** (10), 582, 1958.  
 [2] T. Nakayama and K. Kaneko, *Corrosion*, **26** (7), 187, 1970.