

RF Diode 스퍼터 방법으로 증착된 FeN 다층 박막의 자기적 특성

최연봉 · 박세익 · 조순철

숭실대학교 전자공학과

서울시 동작구 상도 5동 1-1, 156-743

(1995년 1월 10일 받음, 1995년 2월 16일 최종수정본 받음)

자기 유도 헤드용 FeN 박막을 RF diode reactive 스퍼터 방법으로 Corning 7059 유리 기판 위에 증착하여 그 자기적 특성을 측정하였다. FeN 박막의 자기적 특성은 박막 두께, 가스 압력, 스퍼터 파워, N₂와 Ar의 유량비에 큰 영향을 받았다. 스퍼터 파워 800 W, 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤의 유량비 6.6 : 100, 단층 박막의 두께를 1,000 Å에서 6,000 Å으로 변화시키며 보자력의 변화를 측정 하였다. 두께가 30 Å인 SiO₂ 층을 사이층으로 하여 전체 박막 두께를 6,000 Å으로 고정하고 7층까지 증착한 시편의 보자력과 포화 자화값을 측정하였다. 단층 박막 두께에 따른 자화 용이 방향의 보자력은 두께가 증가할수록 감소하였으며 3,000 Å 이상에서는 거의 변화가 없었다. FeN 다층 박막의 경우 층수가 증가함에 따라 보자력은 감소하였다. X 선 회절 선편으로 부터 결정립의 크기를 계산한 결과 층수가 증가할수록 결정립의 크기가 200 Å에서 120 Å으로 점차 감소하였다. 최소 보자력은 4층 박막에서 자화 곤란 방향으로 0.4 Oe을 얻었다. 투자율 측정 결과 최대 상대 투자율은 2,900이었으며, 이들 박막의 차단 주파수는 100 MHz 이상이였다.

I. 서 론

현재 VCR (Video Cassette Recorder), Camcorder, DAT (Digital Audio Tape), DCC (Digital Compact Cassette) 등과 컴퓨터 보조 기억 장치의 주종을 이루고 있는 하드 디스크, 플래피 디스크, 테잎 드라이브 등과 같은 자기 기억 장치는 지속적인 연구 개발에 힘입어 소형화와 대용량화 및 고주파화에 눈부신 성공을 이루고 있다. 이러한 소형화와 대용량화는 자기 기록 밀도를 증가시키므로써 가능하게 된다. 그러나 이러한 고밀도 기록 매체에 기록하고, 또 기록된 신호를 재생하기 위해서는 고성능 헤드가 필요하게 된다. 현재 고밀도 자기 기록 헤드로는 MIG (Metal-In-Gap) 헤드, 박막 유도 헤드 (Thin Film Inductive Head)가 사용되고 있으며, LAF (Laminated Alloy Film) 헤드가 활발히 연구되고 있다.

박막 자기 유도 헤드 재료는 고포화 자속 밀도와 고투자율을 갖고 보자력과 자왜 상수가 적으며 고주파 영역 (수십 MHz)에서 사용될 수 있어야 한다. 또한 마모에 견딜 수 있어야 하며 헤드 제작시 인가되는 온도에 자기적 특성이 변화되어서는 안된다. 이러한 차세대 고밀도 자기 유도 헤드용 박막 재료로 Fe 계 박막이 활발히 연구되고 있다. 이는 높은 자속 밀도 (~ 20 KG)와 낮은 보자력 (0.5 Oe 이하)[1], 높은 동작 주파수 (~ 200 MHz) 및 높은 투자율 ($\mu > 4,000$)을 실현시킬 수 있기 때문이다

[2]. Fe 계 다층 박막은 Fe 계 박막과 다른 자성 또는 비자성 박막을 교대로 성막을 하여 Fe 박막의 결정 입자 크기를 감소시킴으로써 보자력을 감소시킬 수 있음이 보고되고 있다[1, 3]. 또한 다층 박막은 와전류 손실(Eddy current loss)을 감소시키므로 동작 주파수를 증가시킨다[4]. 현재 FeN 박막은 RF diode 스퍼터링[1, 3, 5], facing target 스퍼터링[6], ion beam 증착[7], DC magnetron 스퍼터링[8] 등의 방법에 의한 제조가 보고되고 있다.

본 연구에서는 RF diode reactive 스퍼터 방법을 이용하여 스퍼터 파워, 가스 압력, 질소와 아르곤의 유량비, 박막 두께 등을 변화시켜 단층 및 다층의 FeN 박막을 제조하여 그 자기적 성질을 연구하였다.

II. 실험 방법

Perkin-Elmer 2400 8L RF 스퍼터 (8" 타겟)를 이용, RF diode reactive 스퍼터 방법으로 박막을 제조했다. 기판으로는 Corning 7059 유리 기판을 사용했다. 유리 기판의 세척은 Trichloroethylene, 아세톤, 알콜, DI water의 순서로 했으며 각 단계마다 초음파 세척을 10분간 하였다.

박막 제조시 Base pressure 는 4×10^{-7} Torr 이하로 했다. 아르곤(Ar) 가스와 질소(N₂) 가스를 챔버(Chamber)로 주입, 플라즈마를 발생시킨 후 기판을 Fe

타겟 밑으로 옮겨 FeN 박막을 증착했다. 이때 기판과 타겟 사이의 거리는 6 Cm를 유지하였다. 질소와 아르곤의 유량비(Flow rate ratio)를 3 : 100에서 20 : 100까지 변화시켜 박막을 제조하였다. 가스 압력은 3 mT에서 10 mT로 변화 시켰으며 박막의 두께는 1,000 Å에서 6,000 Å 까지 변화시켰다. 박막 증착시 SmCo₅ 영구 자석을 기판 주위에 배치, DC 자장을 인가하여 시료에 자기 이방성을 형성시켰다. FeN 박막 위에 SiO₂ 박막을 파워가 100 W, 10 mT의 아르곤 압력에서 증착(두께 30 Å)시켜 만들었다. 이 순서를 반복하여 FeN 다층 박막을 형성하였다. 또한 박막을 제작하기 전에 기판을 스퍼터 챔버 내부에 부착된 할로겐 램프로 가열하여 초기 기판 온도를 120 °C로 하였다. 온도 측정은 K 타입 열전대를 사용하였다.

시료의 두께 측정을 위하여 FeN 박막 위에 포토레지스트(Photoresist : PR)를 우물정(井)자로 바른 후 115 °C에서 30분 동안 굽고 질산과 인산의 비율을 100 : 1로 섞어 DI water에 혼합하여 10 %로 희석시킨 용액에 상온에서 2분 가량 에칭을 하였다. 에칭 후 PR은 아세톤으로 제거하였고 이렇게 스텝을 형성시킨 시료는 Surface profilometer인 Tencor α-step을 사용하여 두께를 측정하였다.

진동 시편 자력계(Vibrating Sample Magnetometer : VSM)를 이용하여 자기 이력 곡선(Magnetic hysteresis curve)을 얻은 후 이것을 통하여 보자력(Coercivity : Hc)과 포화 자화(Saturation magnetization : Ms)를 구하였다. 박막의 표면 구조는 주사 전자 현미경(Scanning Electron Microscope : SEM)을 이용하여 촬영하였으며 투자율은 투자율 측정기를 이용하였다. X선 회절기(X-Ray Diffractometer : XRD)를 이용하여 시료의 결정 구조를 분석하였다. 입사선으로 파장이 1.54 Å인 Cu - Kα선이 사용되었으며 측정 각도는 20°에서 60°까지 0.1°씩 step scanning 하였다.

III. 실험 결과 및 검토

Fig. 1은 스퍼터 파워 500 W, 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤의 유량비 7 : 100 일때 증착 시간에 따른 FeN 박막 두께 변화를 나타낸 것이다. 박막 두께는 시간에 대해 비례하였고, 스퍼터파워를 증가시켜 증착 시간을 변화하며 측정된 결과 시간에 따른 두께의 기울기만 증가하였다.

Fig. 2는 증착 시간을 15분으로 고정하고 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤 유량비가 7 : 100 일 때 스퍼터 파워의 변화에 따른 FeN 박막 두께의 변화를 나타낸 것이다.

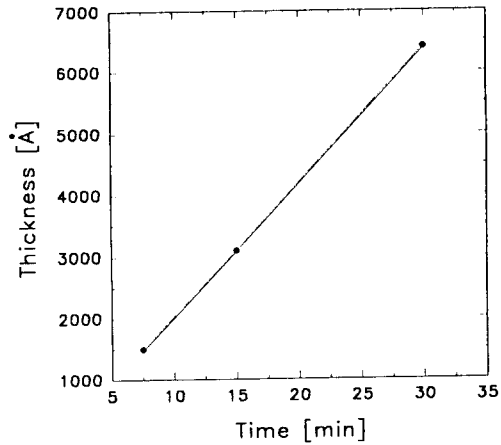


Fig. 1. Variations of FeN film thickness with deposition time. (Power : 500 W, Gas pressure : 3 mT, N₂ : Ar = 7 : 100, Single layer)

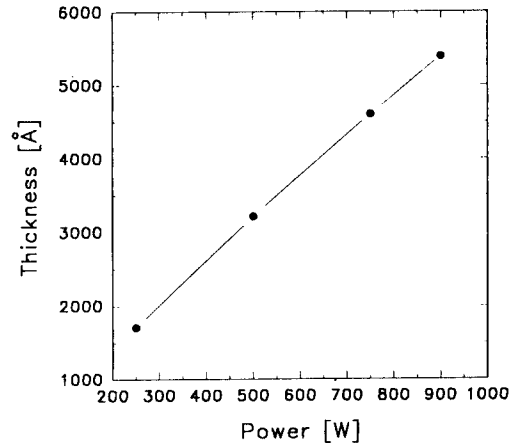


Fig. 2. Variations of FeN film thickness with sputtering power. (Deposition time : 15 min, Gas pressure : 3 mT, N₂ : Ar = 7 : 100, Single layer)

박막 두께는 스퍼터 파워에 비례하였다. 질소와 아르곤의 유량비 변화에 의한 박막 두께의 변화를 측정하기 위해 유량비를 3 : 100, 7 : 100, 20 : 100으로 변화시켜 가며 박막을 제조, 그 두께를 측정된 결과 두께는 주어진 유량비에서 스퍼터 파워에 비례하였다. 이로써 박막 두께는 주어진 유량비에서 스퍼터 파워와 증착 시간에 비례함을 이용하여 정확히 제어할 수 있었다.

Fig. 3은 초기 기판 온도가 120 °C 일 때 스퍼터 파워를 800 W, 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤의 유량비를 6.6 : 100인 조건으로 제조한 단층 박막의 두께에 의한 보자력 변화를 나타낸 것이다. 박막의 두께가 두꺼워짐에 따라 자화 용이 방향(Easy magnetization direction)의 보자력(Hc, e)은 점차로 줄어들었으며 자화 곤란 방향(Hard magnetization direction)의 보자력(Hc, h)은 약간 증가하다 감소하였으나 큰 변화는 없었다. 이러한 경향은 다음과 같이 설명될 수 있다. 비가역 자벽운동만이 자화 용이 방향 보자력의 원인이 된다고 가정을 하

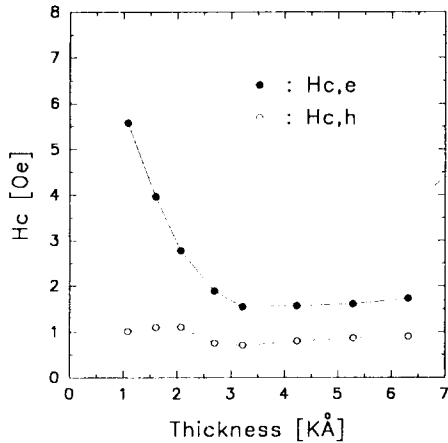


Fig. 3. Variations of Hc with film thickness. (Power : 800 W, Gas pressure : 3 mT, N₂ : Ar = 6.6 : 100, Single layer)

면 Bloch wall 운동에 의한 보자력은 박막 두께에 반비례한다[9]. 그러므로 박막 두께가 증가할수록 보자력은 점차 감소한다. 자화 곤란 방향 보자력은 주로 자화의 회전에 의해 결정되므로 박막 두께에 따라 큰 변화가 없으리라 예상된다.

Fig. 4는 가스 압력에 따른 단층 박막의 자화 용이 방향 보자력의 변화를 나타낸 것이다. 박막의 증착 조건은 스퍼터 파워 600 W, 질소와 아르곤의 유량비 5 : 100, 두께 1,500 Å, 초기 기판온도는 120 °C로 하였다. 이로써 시도된 가스 압력 범위내에서 낮은 압력이 연자성 박막을 얻는데 더 바람직 함을 알 수 있다.

Fig. 5는 스퍼터 파워 변화에 따른 보자력 측정 결과이다. 박막 증착전 초기 기판 온도를 120 °C로 하였다. 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤의 유량비 6.6 : 100, 박막 두께 1,000 Å으로 제조된 단층 박막이며 측정 결과 자화

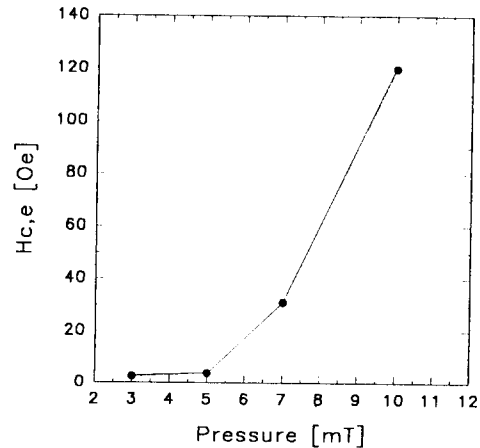


Fig. 4. Variations of Hc with gas pressure. (Power : 800 W, Thickness : 1,500 Å, N₂ : Ar = 5 : 100, Single layer)

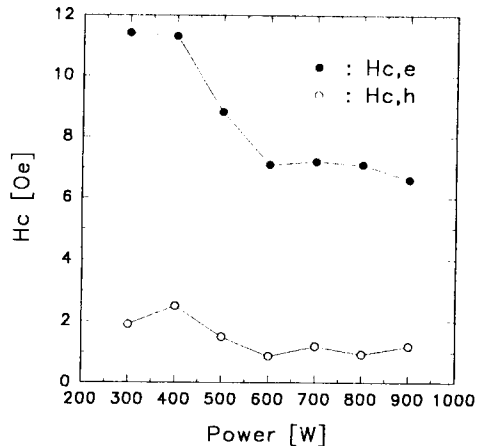


Fig. 5. Variations of Hc with sputtering power. (Gas pressure : 3 mT, Thickness : 1,000 Å, N₂ : Ar = 6.6 : 100, Single layer)

용이 방향의 최소 보자력은 900 W에서 6.6 Oe였으며, 자화 곤란 방향의 최소 보자력은 600 W에서 0.9 Oe였다. 그러나 파워 600 W 이상에서 900 W까지의 보자력은 거의 비슷하였다. 즉 상당히 넓은 파워 범위내에서 낮은 보자력을 얻을 수 있었다.

Fig. 6은 스퍼터 파워를 800 W, 가스 압력을 3 mT, 두께를 1,500 Å, 초기 기판 온도를 120 °C로 했을 때

질소와 아르곤의 유량비 변화에 따른 보자력과 포화 자화 값을 나타낸 것이다. 보자력과 포화 자화값은 유량비의

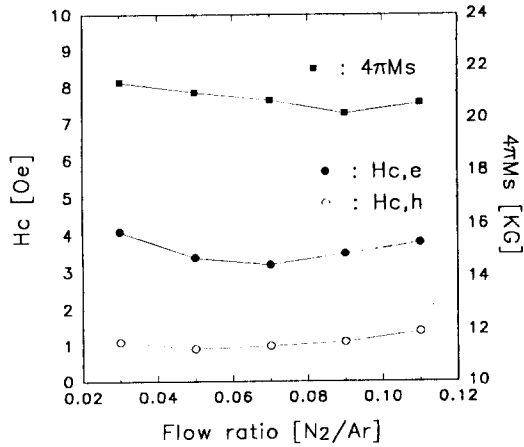


Fig. 6. Variations of $4\pi M_s$ and H_c with gas flow ratio. (Gas pressure : 3 mT, Thickness : 1,500 Å, Power : 800 W)

변화에 거의 영향을 받지 않았다. 질소 유량이 증가함에 따라 시료의 격자 팽창이 일어나고, 격자 정수 변화의 극부적 분포의 불균일도가 어느 정도 이상이 되었을 때 α -Fe 상에서 $Fe_{2-3}N$ 상으로 변화가 일어나고 포화 자화값이 급속히 감소한다는 보고[8]가 있으나 본 연구에서는 $Fe_{2-3}N$ 상은 나타나지 않았다. 질소 함유량이 그리 크지 않기 때문으로 사료된다.

Fig. 7은 초기 기판 온도를 120 °C, 스퍼터 파워를 800 W, 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤의 유량비를 6.6 : 100, 박막의 전체 두께를 6,000 Å으로 하여 단층부터 7 층 까지 증착한 FeN 박막의 보자력과 포화 자화값을 나타낸 것이다. 사이층으로 두께 30 Å 인 SiO_2 층이 사용되었다. SiO_2 층의 두께를 증가시키면 보자력은 증가하고 포화 자화의 크기는 감소하였다. 포화 자화값은 층수가 증가할수록 감소하였다. 이는 다층 박막을 형성시킬 때 비자성 SiO_2 층이 증가하였기 때문이라 생각된다. 보자력들도 층수가 증가하면서 점차로 감소하여 4층일 때 자화 곤란 방향으로 0.4 Oe의 최소 보자력을 얻었다. 다층 박막일 경우 보자력의 감소는 다음 두 가지로 설명할 수 있다. 첫째로 자성층을 비자성층을 사이층으로 하여 적층했을 때 박막 가에서 비자성층을 통해 flux closure를 허용하게 되어 closure domain을 없애게 된다. 즉 자성층 사이의 magnetostatic interaction으로 인해 자벽 에너지

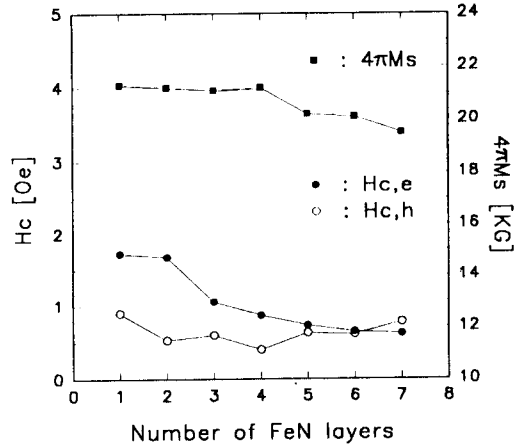


Fig. 7. Variations of H_c and $4\pi M_s$ with Number of FeN layers. (Gas pressure : 3 mT, $N_2 : Ar = 6.6 : 100$, Power : 800 W, Thickness : 6,000 Å)

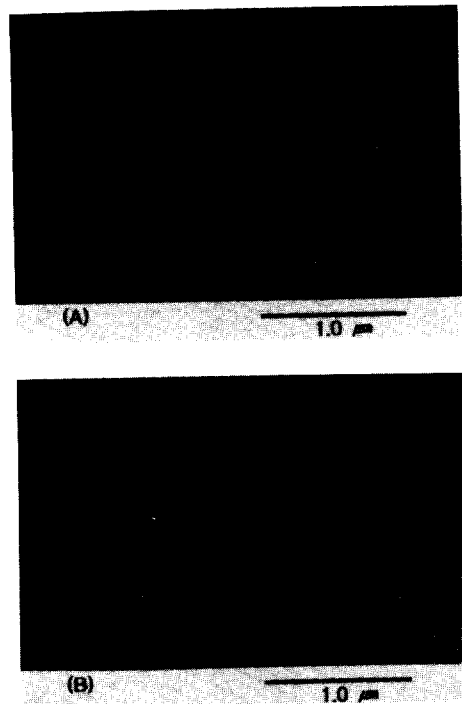


Fig. 8. SEM images of (A) single layer and (B) three layer films.

가 감소되었고 이로 인해 보자력이 감소되었기 때문이

다[10]. 둘째로 다층 박막의 형성시 SiO₂ 층에 의해 FeN 결정 성장이 억제되었기 때문이다. 이로 인해 다층 박막이 단층 박막에 비해 좀더 평탄한 표면 구조를 가지므로 자벽 이동이 용이해져 보자력이 감소하였다. 이것이 Fig. 8에 나타내어져 있다.

Fig. 8는 Fig. 7의 단층 및 3층 박막의 표면 형상을 주사 전자 현미경(SEM)으로 촬영한 것이다. 다층 박막 형성시 결정립 성장의 억제로 인해 3층 박막의 표면이 단층에 비해 더 평탄한 표면 형상을 가짐을 알 수 있다. X선 회절 선폭(Full Width at Half Maximum : FWHM)으로 부터 결정립의 크기를 구해본 결과 층수가 증가함에 따라 결정립의 크기는 200 Å에서 120 Å으로 점차 감소하였다.

박막의 보자력은 상기한 이유 이외에도 자왜 상수 및 내부 응력에 따라서도 크게 영향을 받으므로 이에 대한 연구가 필요하다.

Fig. 9는 Fig. 7의 단층, 3층, 5층과 7층 박막의 X선 회절 결과이다. 단층의 경우 (110) 면에서 α-Fe 상과

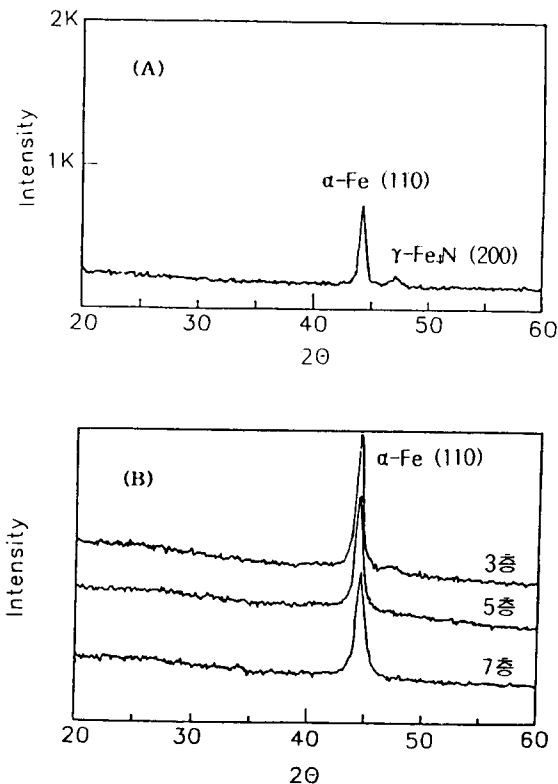


Fig. 9. XRD diffraction patterns of (A) single layer and (B) 3, 5, 7 layer films.

(200) 면에서 γ-Fe₄N 상이 존재했으나 다층에서는 (110) 면에서의 α-Fe 상만이 존재했다. 이는 단층 박막과 다층 박막의 실제 박막 증착 온도의 차이 때문으로 생각된다. 단층 박막의 증착 온도가 다층 박막의 증착 온도보다 높기 때문이다. 물론 이러한 추정을 확인하기 위해서는 실제 박막 증착 온도를 일정하게 유지시키며, 증착 온도를 변화시켜 제조한 박막의 상변화를 관찰할 수 있어야 한다.

Fig. 10은 Fig. 7 시편의 자화 곤란 방향으로 주파수에 따른 상대 투자율을 측정된 결과이다. 자성체에 자화 용이 방향으로 자계를 가하면 자벽의 이동에 의해 자화되고

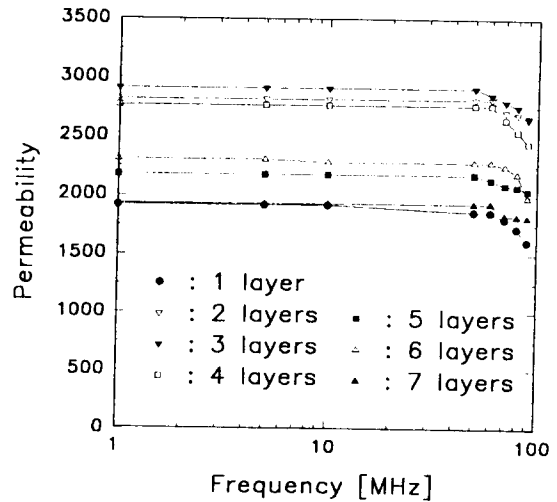


Fig. 10. Frequency characteristics of relative permeability.

자화 곤란 방향으로 자계를 가하면 자화의 회전에 의해 자화된다. 그러나 자벽 이동에 비해 자화의 회전이 훨씬 빠르기 때문에 헤드로 사용될 때 자화 곤란 방향으로 자속이 흐르도록 한다. 자화 곤란 방향 상대 투자율은 대체로 자화 곤란 방향의 보자력에 반비례하였다. 3층 박막에서 최대 상대 투자율 2,900를 얻었으며, 주파수 특성으로 보아 차단 주파수는 100 MHz 이상임을 알 수 있었다.

IV. 결 론

RF diode reactive 스퍼터 방법으로 FeN 박막을 제조하고 그 자기적 특성을 측정하였다. 초기 기판 온도를 120 °C, 스퍼터 파워 800 W, 가스 압력 3 mT, 질소와 아르곤의 유량비를 6.6 : 100으로 하여 단층에서의 두께 변화에 따른 보자력 변화를 측정하였고 두께가 30 Å 인

SiO₂ 박막을 사이층으로 FeN 박막을 단층에서 7층까지 전체 두께를 6,000 Å으로 제작하여 보자력을 측정하였다. 단층 박막의 두께에 따른 보자력은 두께가 증가할수록 점차 감소하였다. 보자력이 비가역 자벽 운동에 의해 서만 결정된다면 보자력은 박막 두께에 반비례한다.

FeN 층수가 증가함에 따라 자화 용이 방향의 보자력은 점차로 감소하였다. 이는 SiO₂에 의해 FeN 결정 성장이 억제되어 단층에 비해 다층 박막이 좀 더 평탄한 표면 형상을 가져 결과적으로 자벽 이동이 용이해졌기 때문이며 또한 자성층 사이의 magnetostatic interaction으로 인해 자벽 에너지가 감소되었기 때문이다. 최소 보자력은 4층 박막에서 자화 곤란 방향으로 0.4 Oe를 얻었다. 주사 전자 현미경 사진을 통하여 3층 박막의 경우가 단층 박막에 비해 더 평탄한 표면 형상을 가짐을 확인하였다.

단층 및 다층 박막의 투자율을 측정한 결과 3층 박막에서 최대 상대 투자율 2,900를 얻었으며 주파수 특성으로 보아 이들 박막의 차단 주파수는 100 MHz 이상이었다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단 92년도 핵심전문연구 (921-0800-015-2) 연구비로 수행되었습니다.

참고 문헌

- [1] S. Wang and M. H. Kryder, J. Appl. Phys., **69** (8) 15, (1991).
- [2] Hideaki Ono, Masashi Fujinaga, Takaharu Yonemoto and Tsugio Miyagawa, Jpn. J. Appl. Phys., **31**, 1045 (1992).
- [3] 박세익, 김건, 안동훈, 조순철, 대한 전자공학회 하계 종합학술대회 논문집, **16**(1), pp275, (1993).
- [4] Michael A. Russak, Christopher V. Jahnes, Erick Klokhholm, Jo-Won Lee, Mark E. Re, and Bucknell C. Webb, J. Appl. Phys., **10**, 6427, (1991).
- [5] M. H. Kryder, S. Wang and K. Rock, J. Appl. Phys., **73**(10), 6212, (1993).
- [6] A. Morisako, K. Takahasi, M. Matsumoto and M. Naoe, J. Appl. Phys., **63**(8), 3230, (1988).
- [7] S. Wang and M. H. Kryder, IEEE Trans. Mag., **27**, 4879, (1991).
- [8] 이종화, 이원중, 한국 자기학회지, **3**(2), 87 (1993).
- [9] Y. K. Kim and M. Oliveria, J. Appl. Phys., **74** (2), (1993).
- [10] John. C. Slonczewski, Bojan Petek and Bernell E. Argyle, IEEE Trans. Mag., **24**(3), (1988).

Magnetic Properties of RF Diode Sputtered FeN Multilayer Films

Y. B. Choi, S. I. Park and S. C. Jo

Department. of Electronic Engineering, Soongsil University, Seoul, 156-743, Korea

(Received 10 January 1995, in final form 16 February 1995)

FeN thin films for inductive recording heads were sputter deposited using RF diode sputtering method from a pure iron target onto 7059 glass substrates, and their magnetic properties were measured. The magnetic properties were greatly affected by film thickness, gas pressure, sputter power and flow ratio of N₂ to Ar. Single layer FeN films with their thickness varied from 1,000 Å to 6,000 Å were deposited. 800 W sputter power, 3 mT gas pressure, N₂ to Ar flow ratio of 6.6 : 100 were the sputtering conditions. Up to 7 layers of FeN films having total thickness of 6,000 Å were deposited using SiO₂ of 30 Å thickness as intermediate layers and their coercivity and saturation magnetization were measured. The sputtering conditions were the same as those in the single layer films. Easy axis coercivity of the single layer FeN films gradually decreased as their thickness was increased, but for the films with their thicknesses above 3,000 Å, the coercivity changed very little. As the number of the FeN layers were increased, the coercivity decreased. We estimated the grain size of FeN films from the FWHM (Full Width at Half Maximum) of X-ray diffraction peaks. The grain size steadily decreased from about 200 Å to 120 Å as the number of layers were increased. Minimum hard axis coercivity of 0.4 Oe was obtained when the number of layers was four. Maximum relative permeability was 2,900 when the number of layers was three. The cut off frequency of the multilayer films were above 100 MHz.