《연구논문》 Journal of Korean Magnetics Society, Volume 2, Number 3, November 1992

GdFe 박막의 증착속도에 따른 조성 및 자기특성의 변화

최영근 · 박창만 · 백주열 · 이기암

단국대학교 자연과학대학 물리학과

황도근

상지대학교 자연과학대학 물리학과

(1992년 9월 21일 받음, 1992년 11월 12일 최종 수정본 받음)

DC 마그네트론 스퍼터링으로 GdFe 광자기기록용 박막을 복합타켓 배열방법에 따라 제작할때 각 원소의 증착속도의 차이로 인한 특성의 변화를 구하였다. 조성은 증착속도가 증가함에 따라 Gd atomic %가 줄어들며 1.0 Å/s 이상의 증착속도에서는 다소 증가하였다가 감소하는 변화를 보였다. 투입전력에 따른 증착속도는 거의 선형적으로 증가하며, Gd chip의 수를 증가시킬수록 스퍼터링 효율이 높아지는 것으로 나타났다. 투입전력이 증가함에 따라 박막의 보자력도 증가하는데, 이는 Fe 결정립의 크기가 커짐에 따른 것으로 해석된다. 이 실험을 위하여 확산방지벽을 제작하여 스퍼터링에 적용하였고, 이는 재현성을 높이는데 효과가 있었다. Kerr angle gauge를 제작하여 θ_k를 측정하였고 θ_k는 증착속도에 따라 큰 변화가 없음을 알았다.

I. 서 론

스퍼터링은 생산공정에서는 적당한 조성을 가진 합금을 타겟으로 쓰기 때문에 조성을 쉽게 유지할 수 있으나, 조성에 변화를 주어야 하는 실험실에서는 조성에 맞게 합금을 만들어 쓰는 합금타겟법(alloy target), 시료로 타겟의 면적을 분할해 놓고 스퍼터링하는 복합타겟법(composite target), 스퍼터 빔(sputter beam)각도를 교차 또는 대향하여 스퍼터링하는 빔-믹싱법(beam mixing), 그리고 기판이 회전하면서 반복해서 다른 빔에 노출되는 적층법(multilayer) 등이 있다[1]. 스퍼터링 공정에서 재현성에 관한 변수로는 이온이 되는 가스(주로 Ar)의 압력, 진공도, 기판의 온도, 타겟과 기판간의 거리, 투입전력 등이 있다. 이중에서 투입전력은 증착속도에 관여하는데, 한 가지 원소를 스퍼터링 할 때와는 달리 두 가지 이상의 원소를 같이 스퍼터링하여 합금박막을 제조할 때에는 각 물질마다 고유의 스퍼터링을 갖고 있으므로 이 차이에 의해 여러 변수에 다른 결과를 얻게 되고, 이것은 투입전력에 대한 비선형함수이므로 조성과 박막조직에 영향을 미친다[2]. 식 (1)에서 스퍼터링율 (S)는 타겟면에 입사하는 이온수에 대한 공간으로 방출되는 타겟원소의 수의 비율로 정의하므로서 투입되는 전력에 대해 일정하지 않은 함수이다.

$$S = \frac{\text{이동한 원자의 수}}{\text{입사한 이온의 수}} \qquad (1)$$

그림 1은 이온에너지와 스퍼터링율과의 관계를 나타낸 것이다. 스퍼터링이 일어날 최소의 에너지는 금속의 경우 대체로 30 eV에서 50 eV정도이다. 이온에너지를 증가시키면 150 eV까지 스퍼터율은 이온에너지의 제곱에 비례해서 증가하고, 150−1000 eV의 범위에서는 이온에너지에 비례하지만, 1−10 keV의 범위에서는 거의 일정하게 되며, 그 이상에서는 스퍼터링율이 저하되는 특성이 있다. 스퍼터링율이 이온에너지의 제곱에 비례하는 E < 150 eV인 구간에서는 이온이 타겟표면에 충돌하면서 에너지의 일부가 타겟표면의 온도를 올리게 되고, 온도가

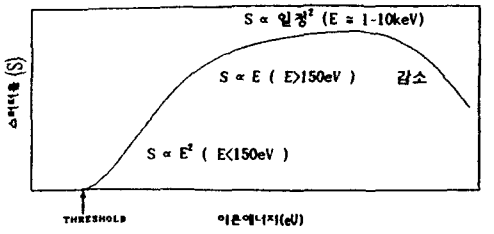

Fig. 1. Variation of sputter yield with incident ion energy.

올라가면 타겟원자간의 결합력이 약해지고 스퍼터링율은 증가하게 된다. 이때, 타겟표면의 온도가 물질의 열전도 특성과 냉각특성에 따라 포화되기까지는 온도상승이 스퍼터링율에 기여하므로 스퍼터링율은 이온에너지의 제곱에 비례하고, 포화된 후에는 표면온도 상승이 스퍼터링율에 기여하지 않으므로 이온에너지에 비례하게 된다 [3-5].

본 논문에서는 GdFe합금박막을 마그네트론 스퍼터링에서 복합타겟법으로 성막속도의 차이를 0.2 Å/s에서 2 Å/s 까지 증가시키면서 제작하여 조성변화를 측정하였고, 구성이 다른 복합타겟으로 반복해서 실험함으로서 복합타겟 스퍼터링에서 성막속도가 박막의 조성에 미치는 영향을 고찰하였다[8].

이 실험에서 재현성을 높이기 위하여 진공과 Ar압력을 파기하지 않고 연속적으로 박막을 제작하였고, 이 때 스퍼터링 확산이 다른 시편에 미치는 영향을 배제하기 위하여 확산방지벽 (diffusion guard)을 제작하여 좋은 효과를 얻었다. 제작된 시편을 진동시편자력계 vibrating sample magnetometer (VSM)로 측정하여 자기적 특성에 성막속도가 미치는 영향을 구하였고, 자기광학적 효과인 Kerr 회전각을 측정하였다[9].

Ⅱ. 실험방법

1. 시료와 장비

실험에 사용한 기판은 현미경용 25 mm × 75 mm × 1 mm 인 슬라이드 글라스이고, GdFe를 증착한 후에 대기중에서의 산화를 방지하기 위하여 Si_3N_4를 RF로 250 Å두께로 입혔고, 스퍼터링 장비는 국내에서 제작한 것이며 RF/DC 겸용으로 substrate가 상하이동 및 회전되고 세 개의 타겟을 사용할 수 있는 up-sputter 형이다. 배기장치는 유확산 펌프와 로터리 펌프로 되어 있고 유확산 펌프 위에 액체질소 트랩이 설치되어 있다. 타겟은 지름 98 mm, 두께 6 mm의 규격이다. 이온은 99.999 %의 초고순도 Ar gas를 사용하였고, 진공을 파기할 때에는 수분의 흡착을 피하기 위하여 질소를 먼저 주입하였다. 실험시에 초기진공도는 8×10^{-8} torr까지 도달하게 한 후 Ar gas를 유입하며 배기밸브를 조절하여 7×10^{-3} torr를 유지하게 하였다. Fe 타겟과 Gd chip은 99.9 %의 Cerac사 제품을 사용하였다. 두께의 조절은 Leybold Inficon사의 XTC deposite controller로 thickness monitering을 하며 1000 Å으로 두께를 유지하였다. 이 장치는 박막이 입혀지는 기판의 위치에 수정진동자를 놓고 플라즈마에 노출시키어 기판과 같은 두께로 박막이 입혀지도록 한다. 이 박막의 두께에 따르는 파동굴절율이 수정진동자의 고유진동수를 떨어지게하고, 이 주파수강하분에 물질에 따른 고유값(Z-RATIO)을 대입하면 두께와 증착율(Å/s)을 얻게 된다.

2. 타겟구성방법

본 실험은 지름 98 mm인 Fe 타겟 위에 10 mm × 5 mm인 Gd칩을 배열하는 복합타겟방식으로 하였다. 우선 일반적인 방법으로 타겟 전면적에 고르게 10 mm × 10 mm의 chip을 배열하는 방법으로 조상 재현성을 실험하여 보았다. 그러나 마그네트론 스퍼터링의 특성상 자장이 분포하는 부분만 스퍼터링이 집중적으로 일어나므로 본 장비의 경우 반경 19 mm에서 31 mm 사이의 부위 외에는 거의 스퍼터링이 일어나지 않는다. 그림 2(a)의 경우 일반적인 모자이크 배열방법이다. 그림과 같이 chip을 배열하였을 때 스퍼터링이 집중되는 부위에 들어간 chip의 면적의 합은 4개로 볼 수 있고, 조성은 Gd가 20−30 atomic % 정도이다. 이 방법에서 칩의 갯수를 조절하는 것만으로는 스퍼터링이 집중되는 부위에 들어가는 칩의 면적이 가변적이 되므로 조성재현성이 나쁘게 된다. 그리고 그림 2(b)는 칩의 갯수를 고정하고 중심으로부터의 거리를 조절하여 스퍼터링이 집중되는 부위에 들어가는 칩의 면적을 조절하는 방법이다. 이 방법은 비교적 좋은 재현성을 얻을 수 있었다. 이 때 chip을 3개 사용하였을 때 Gd가 20 atomic % (±2 atomic %)정도이고, chip을 4개 사용하였을 때 24 atomic % (±2 atomic %)정도이고, chip을 5개 사용하였을 때 30 atomic % (±2 atomic %)정도의 조성이 유지되었다. 그리고, 그림 2(c)에서와 같이 박막의 분포를 고르게 하기 위하여 chip을 반으로 잘라 5 mm × 10 mm의 크기로 갯수를 2배로 하여 Gd의 조성이 가장 많이 나오는 반지름 28 mm되는 곳에 배열하였고 6개, 7개, 8개, 9개의 chip으로 각각 본 실험을 하였다. 그림 3은 스퍼터에 의한 타겟의 침식부위

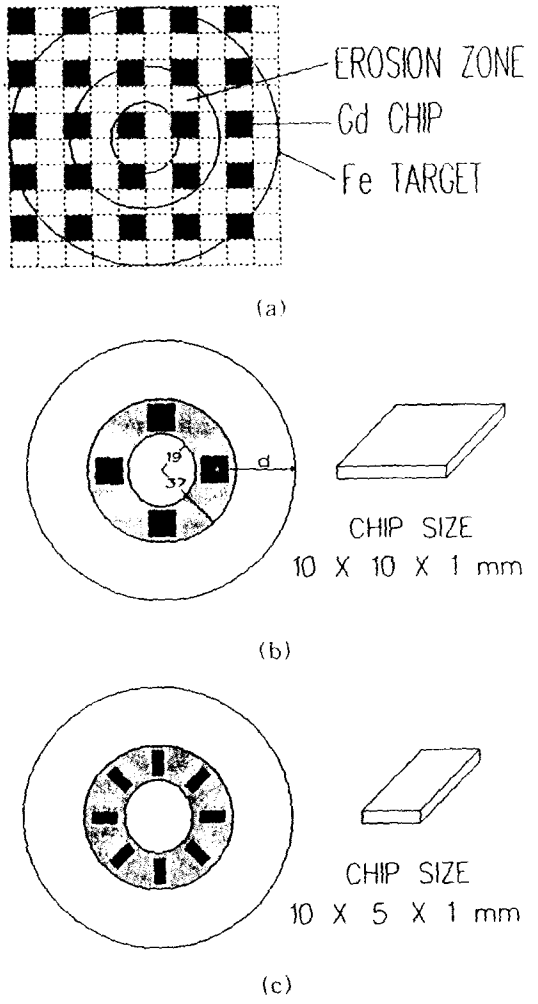

Fig. 2. Schematic diagram of the enhanced complex target method.

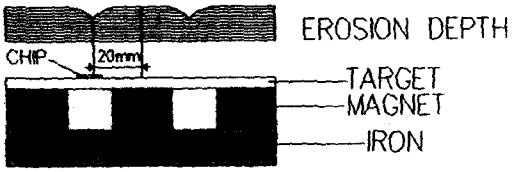

Fig. 3. Position of Gd chip for erosion zone in target.

에 대한 chip의 위치를 나타낸다.

3. 확산방지벽의 제작

스퍼터링으로 박막을 제작 할 때, 어떤 변수에 대하여 영향을 알아보려면 substrate의 회전을 이용하여 진공을 파기하지 않고 여러개의 기판에 스퍼터링을 하여야 재현성있는 결과를 얻을 수 있다. 그러나 스퍼터링되는 입자가 넓은 면적에 확산되므로 substrate를 회전하는 방법만으로는 4개 이상의 기판을 붙이기 어렵고, 이미 증착되었거나 빈 기판에 입자가 붙게 되므로 정확한 실험이 될 수 없다. 이런 점을 개선하기 위하여 본 실험에서는 확산방지벽 (diffusion guard)을 제작하였다. 이것은 그림 4에서와 같이 0.5 mm 두께의 알미늄판으로 만들어서 장착하였으며, 윗부분의 폭은 50 mm 정도로 하여 기판위치가 일치하지 못하여 생길 수 있는 오차를 줄이도록 하였다. 이 확산방지벽에서 중요한 점은 이 자체가 마그네트론 홀더에 견고하게 놓여져서 그라운드 (DC + 극)에 접지되어야 한다는 점이다. 그렇지 않으면 기판에 알미늄이 붙을 수도 있을 것이다. 이 현상을 생각하여 ICP분석시에 Al도 측정하여 보았으나 검출되지 않았다. 그림 5는 substrate에 8개의 기판을 붙였을 때의 확산방지벽의 효과에 대한 그림이다.

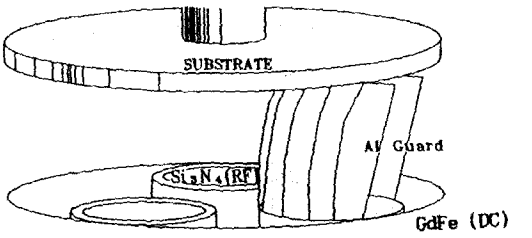

Fig. 4. Schematic diagram of diffusion guard.

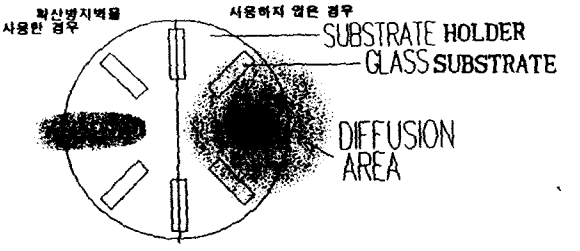

Fig. 5. Schematic diagram for the effect of diffusion guard.

한국자기학회지 Volume 2, Number 3, November 1992

Ⅲ. 실험결과 및 토의

1. 증착 속도에 따른 조성의 변화 및 효율

그림 6은 6개에서 9개 까지의 Gd chip을 target 위에 얹고 스퍼터링 하였을 때 증착속도에 따른 Gd의 atomic %의 변화를 보여준다. 이 그림에서 chip 수가 증가함에 따라 증착속도에 따른 조성의 변화가 적음을 알 수 있었으며, chip의 수가 6개인 경우에는 0.2 Å/s, 2.2 Å/s 까지의 증착속도 증가에 따라 Gd의 atomic %가 23 %에서 11 % 까지 조성비가 변화되었음을 알 수 있었다. 또한 증착속도가 0.2 Å/s에서 1.0 Å/s 까지 증가함에 따라 Gd의 조성은 감소하는데 이는 Fe보다 bonding 에너지가 적은 Gd의 threshold energy가 낮으므로서 증착속도가 적은 영역에서의 Gd의 증착율이 Fe보다 우세하기 때문으로 생각된다. 증착속도가 1.0 Å/s 이후에는 다소 증가되었다가 감소되는 transition 역이 존재하는데 이에대한 설명도 Gd와 Fe 원소의 스퍼터링율에 대한 기울기 차이에 의해 기인하는 것으로 생각된다.

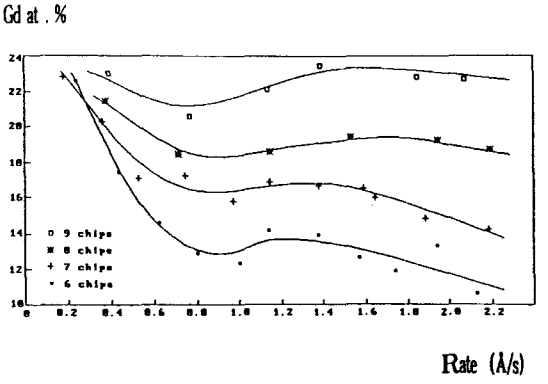

Fig. 6. The dependence of Gd atomic % on deposition rate.

그림 7은 6개에서 9개까지의 Gd chip을 얹고 스퍼터링을 하였을때에 따른 투입전력에 대한 증착 속도이다. power가 90 W 근처까지는 거의 선형적인 증가를 보이고 있으나, 그 이후에는 chip의 수의 증가에 따라 약간의 기울기 증가가 나타남을 알 수 있다. 이는 power 증가에 따라 target 앞면의 온도상승에 의해 스퍼터링율이 증가되는 것으로 생각된다.

그림 8은 각 시료를 제작할 때 적용된 증착속도와 소비된 일의 양을 나타낸 것이다.

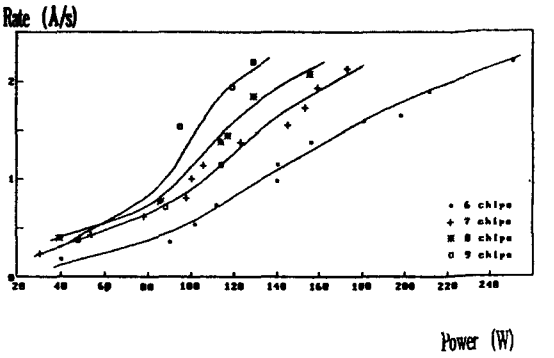

Fig. 7. The influence of deposition rate on input power.

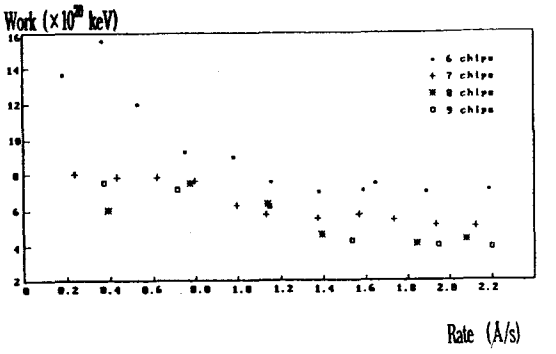

Fig. 8. The influence of input energy on depositon rate.

이 그림에서 알 수 있듯이, 증착속도가 증가함에 따라 일의 양이 감소함을 알 수 있다. 즉, 빠른 증착속도로 스퍼너할 때 일의 양은 적어지고 효율은 높아진다. 또한 Gd의 chip수를 증가할수록 같은 두께의 박막을 만드는데 일이 적게 드는 것을 알 수 있었다.

2. 조성과 성막속도에 따른 자기적 특성의 변화

그림 9는 조성과 증착속도에 따른 포화자화값의 변화이다. 증착속도의 변화의 0.2 Å/s 에서 0.6 Å/s 까지는 저속, 0.7 Å/s에서 1.5 Å/s 까지는 중속, 1.6 Å/s 에서 2.2 Å/s 까지는 고속으로 세 그룹으로 나누어 기록하였다. 빠른 속도로 증착한 그룹의 시편들이 조성변화에 따라 완만한 기울기를 나타내고 있다.

그림 10은 상온에서 수직방향의 보자력이다. 빠른 속도로 증착된 그룹의 시편들이 높은 보자력을 나타낸다.

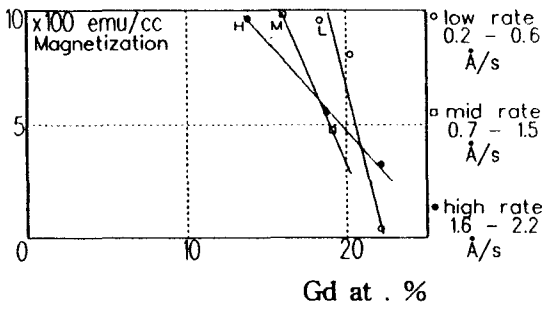

Fig. 9. The influence of Gd atomic % on saturation magnetizations M_s with the three range of the rate.

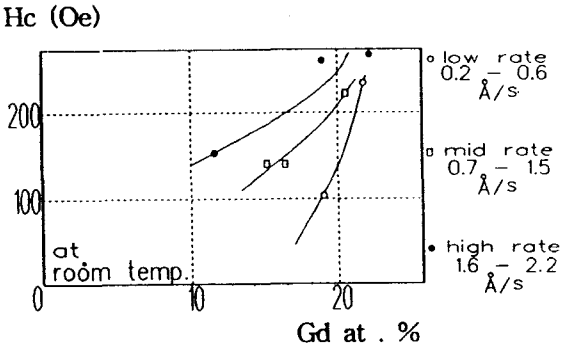

Fig. 10. The influence of Gd atomic % coercivity with the three range of the deposition rate.

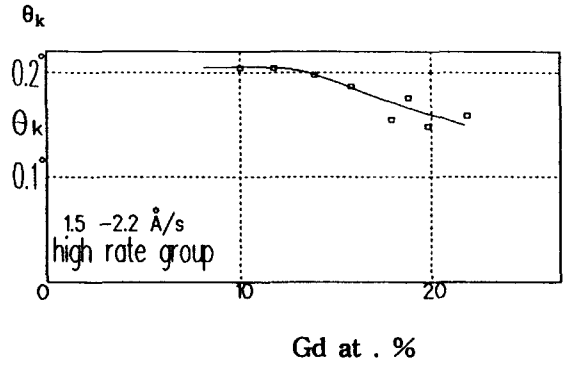

Fig. 11. The dependence of Gd atomic % on Kerr angle in the group of high deposition rate from 1.5 Å/s to 2.2 Å/s.

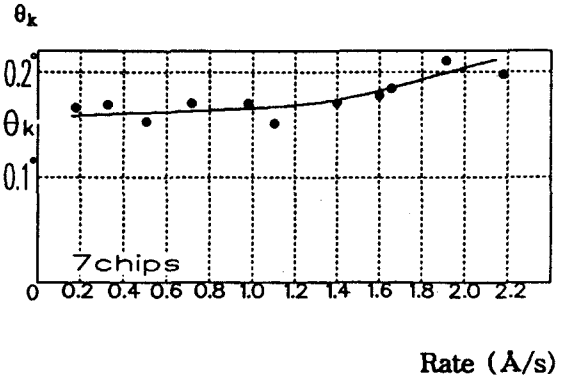

Fig. 12. The dependence of deposition rate on Kerr angle.

그림 11은 1.5 Å/s에서 2.2 Å/s 까지 높은 증착속도로 증착 된 그룹의 시편들에 대한 조성에 따른 Kerr angle의 변화이다. Gd의 조성이 10 %에서 21 %까지 증가함에 따라 Kerr각은 0.2 °에서 0.15 °까지 감소함을 알 수 있었다.

그림 12는 Gd chip을 7개 사용하여 만든 시편들의 증착속도에 따른 Kerr 각의 변화를 나타낸다. 파장 6328 Å의 HeNe 레이저를 사용하여 만든 Kerr angle guage로 시편의 박막면의 Kerr angle을 측정하였다. 증착속도의 증가에 따라 Kerr angle 변화는 약간 증가하고 있으나 거의 큰 변화는 없었다.

Ⅳ. 결　　론

DC 마그네트론 스퍼터링으로 GdFe 합금박막을 복합타겟 배열방법에 따라 시편을 제작하여, 증착 속도 변화에 따른 조성의 변화와 자기적 특성을 조사 하였다.

(1) 조성은 증착속도가 증가함에 따라 Gd가 조성이 적어지고 1.0 Å/s 이상의 증착속도에서는 다소 증가하였다가 감소하였다. 이는 Fe와 Gd 각 원소마다 스퍼터링이 시작되는 threshold energy가 다르고 스퍼터링율이 차이남으로서 기인된다 생각된다.

(2) 투입전력에 따른 증착속도는 직선적으로 증가한다. 1.0 Å/s 이후에는 Gd chip이 많을수록 빠른 증가를 보였다. 또한 Gd chip의 수가 증가할수록 효율이 증가함을 알 수 있었다.

(3) 저속으로 증착된 그룹이 보상조성에서 급격히 M_s 값이 줄어드는 경향을 얻었고, 보자력은 고속으로 증착된 그룹의 시편들이 높은 값을 나타내었다. 이는 고속으로

증착 할 때 기판 온도의 상승으로 인하여 Fe의 결정립의 크기가 커짐에 따른 것으로 해석된다. Kerr angle gauge를 제작하여 θ_k를 측정하였고 θ_k는 투입전력에 따른 큰 변화가 없었다.

(4) 이 실험을 위하여 확산방지벽을 제작하여 스퍼터링에 적용하였고, 재현성을 높이는데 효과가 있었다. 위와같이 증착속도의 변화에 따라 조성과, 자기적 성질에 영향을 줄 수 있음을 알았다.

참 고 문 헌

[1] J. Mort, F. Jansen, Plasma Deposited Thin Flims, CRC PRESS (1986).

[2] A. Anderson, The Principles of Sputtering equipment, MRC. (1988).

[3] K. Wasa, S. Hayakawa, Handbook of Sputter Deposition Technology, Noyes Pub. (1991).

[4] M. Ohring, The Materials Science of Thin Films, ACADEMIC PRESS, inc. (1992).

[5] 中村一雄薄膜の製作·評價とその應用技術ハンドブック, 267 (1984).

[6] Alan. B. Marchant, Optical recording. Addison-Wesley (1990).

[7] H. P. shieh, Carnegie Mellon University., Ph. D. (1987).

[8] J. Jensen, A. R. Mackintosh, Rare Earth Magnetism, Clarendon PRESS (1991).

[9] B. D. Cullity, Introduction to magentic materials, Addison Wesley, (1972).

Variations of Magnetic Properties and Composition with Deposition Ratio in GdFe Thin film

Y. K. Choi, C. M. Park, J. Y. Beak, and K. A. Lee

Department of Physics, Dankook University, Chonan 330-714

D. G. Hwang

Department of Physics, Sangji University, Wonju 200-702

(Received 21 September 1992, in final form 12 November 1992)

We have studied the variations of composition and magnetic properties with deposition rate in GdFe thin films by means of DC magnetron sputtering with the enhanced complex target method. Gd atomic percent was decreased with the increase of deposite rate. It appeared the transition phenomena at 1.0 Å/s the deposition rate. Also, the deposition rate increased with input power and the sputtering efficience was proportional to the number of Gd chip. An increase of the coercivity with input power can be interpreted by the large size of Fe crystal grains. We have introduced by the diffusion guard sputtering and it was effective for reproducibility of the sample. We have measured θ_k with Kerr angle gauge, and could observe that the θ_k was little varied with input power.