

수소 분위기 중 열처리법을 이용한 고자기이방성 L₁₀ FePt 박막 제작

공석현¹ · 김경환^{2*}

¹삼성종합기술원, 용인 446-712

²경원대학교 전기공학과, 성남 461-701

(2007년 8월 20일 받음)

Glass disk상에 대향 타겟식 스퍼터링(Facing Target Sputtering) 방식을 이용하여 0.1 Å/s의 낮은 증착속도로 증착시킬 경우 b.c.c. (100)면 우선배향성을 확인하였으며, 그 위에 Pt박막을 증착시킨 경우 hetero-epitaxial 성장에 의해 Pt박막이 (111)의 조밀면이 아닌 (100)면이 우선배향 되었다. 이렇게 형성된 Fe (100)/Pt (100) 이층막(두께 각 3 nm)을 600 °C 수소분위기에서 열처리함에 의해 막전체에 걸쳐서 f.c.t. (00n)면을 형성시키는 데 성공하고, 또한 Fe (100)면 상에 Pt 박막을 증착시키는 동안 열처리를 하고 증착 이후 수소분위기에서 열처리함에 의해 열처리 시간 및 온도를 크게 낮출 수 있음을 확인하였다.

주제어 : FePt, 열처리, Pt, f.c.t

I. 서 론

기기록방식을 이용한 하드디스크저장매체에 있어서 1 Tbit/in²이상의 초고밀도 기록을 위한 연구가 지속적으로 진행되고 있다. 자기기록방식에 있어서 기록밀도를 증가시키기 위해서는 기록층에 사용되는 자성막의 입자크기를 5 nm 근방의 미세화가 요구되고 있으나 현재 일반적으로 사용되고 있는 Co-alloy 박막은 자기이방성상수가 약 3×10⁶ erg/cc 정도로 입자크기의 미세화와 더불어 열적안정성 약화로 인해 저장된 정보가 소멸되는 문제점이 대두되고 있다. 차세대 기록층 재료로서 ordered tetragonal (f.c.t. structure)상의 L₁₀구조를 갖는 FePt 박막은 ~107 erg/cc의 매우 높은 자기이방성 상수를 나타내며 Terabit급 기록밀도를 갖는 물질로서 많은 주목을 받고 있다 [1],[3]. 그러나 FePt 박막은 일반적인 스퍼터법으로 제작할 경우 disordered phase의 FePt가 형성되며 L₁₀구조를 갖기 위해서는 MgO seedlayer를 비롯한 각종 seedlayer와 더불어 700°C 정도의 높은 열처리 온도가 요구되고 있다. 그러나, 이런 seedlayer들을 이용한 hetero-epitaxial 성장은 두꺼운 막두께의 seedlayer가 요구되기 때문에 자기기록 및 재생 효율을 크게 저하시키는 문제점이 지적되고 있다.

본 연구에서는 seedlayer가 없는 상태에서 열처리만으로 tetragonal phase L₁₀-FePt박막을 제작하기 위해 FePt

막제작 시 증착속도를 제어하여 Fe b.c.c. (100)/Pt f.c.c. (100) 이층막을 제작한 후 각 박막의 원자간 inter-diffusion을 유도하기 위한 수소분위기 열처리방식을 시도하였다 [4-5].

II. 시료의 제작 및 측정

대향 타겟식 스퍼터법(Facing Target Sputtering)을 [2] 이용하여 Fe/Pt 이층막을 제작하였다. Fe bottom layer는 2.5 inch glass disk상에 직접 증착되었으며, 가스압력 2 mTorr에서 모든 박막이 제작되었다.

증착 후 Fe/Pt 이층막은 1 atm의 수소 분위기에서 600 °C 2시간 동안 열처리를 실시하였다. 각종 결정성 변화는 X-ray diffraction (XRD)를 이용하여 관찰되었다. 또한 열처리 이후 각 박막 원자간 inter-diffusion을 관찰하기 위해 TEM을 이용한 조성 mapping과 단면 TEM image 분석이 이루어 졌다.

III. 결과 및 논의

대향 타겟식 스퍼터링 방식을 이용하여 Glass disk상에

* [전자우편] khkim@kyungwon.ac.kr

Fe 박막을 증착시킬 경우, 박막 증착속도에 의해 결정배향이 크게 변화되는 것이 관찰되었다. Figure 1은 100 nm 두께를 갖는 Fe 박막의 증착속도에 따른 XRD diagram 변화를 나타내고 있다. 상대적으로 빠른 증착속도인 2.5 Å/s로 Fe 박막을 제작한 경우 b.c.c. (110)면의 결정배향성이 나타나는 반면, 0.1 Å/s의 낮은 증착속도로 제작된 Fe 박막에서는 b.c.c. (200)면의 결정배향성이 나타나는 것을 알 수 있다.

Figure 2는 (100)면의 결정배향성을 갖는 Fe 박막상에 Pt 박막을 증착시켰을 경우 Fe/Pt 이층막의 XRD 패턴을 나타내고 있다. Figure 2의 삽입그림에서 알 수 있는 바와 같이 Pt f.c.c. (100)면과 Fe b.c.c. (100)면은 격자 Misfit ratio가 약 3.3%로 hetero-epitaxial 성장을 기대할 수 있다. 또한, 실험결과에 있어서도 Fe b.c.c. (100)상에 Pt박막을 증착시킴에 의해 조밀면인 f.c.c. (111)면이 아닌 f.c.c.

(100)면이 우선배향되는 것을 알 수 있다. 이렇게 이층막에 있어서 각 박막의 계면이 조밀면이 아닌 경우에는 열처리에 의한 박막의 원자간 inter-diffusion이 쉽게 발생할 수 있을 것을 예상할 수 있다. 즉, Figure 2의 결과는 seedlayer 없이도 b.c.c. (100)면배향성을 갖는 Fe 박막과 f.c.c. (100)면배향성을 갖는 Pt박막을 증착시킨 후 열처리를 통해 원자간 inter-diffusion을 발생시켜 L₁₀ 결정구조를 갖는 FePt 박막의 제작이 가능하다는 것을 나타내고 있다.

Figure 3은 (a) Fe(3 nm)/Pt(3 nm) 이층막과 (b) 제작된 이층막을 수소분위기 600 °C에서 2 h동안 열처리한 박막의 단면 TEM image와 조성 mapping image를 나타내고 있다.

Fe/Pt의 사진을 보면 Fe박막과 Pt박막이 서로 분리되어 있는 것을 알 수 있다. 반면에 열처리가 이루어진 박막에 있어서는 박막 원자간에 서로 inter-diffusion 이루어져 있는 것을 조성 mapping image를 통해 확실히 알 수 있으

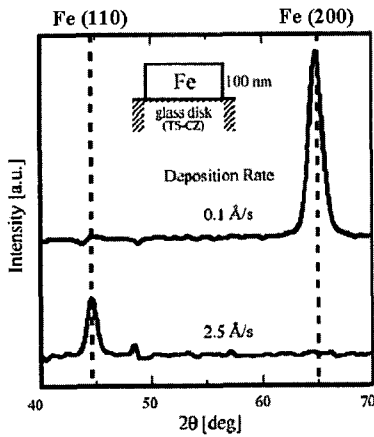


그림 1. Glass Disk상에 증착된 Fe 박막의 증착속도에 따른 XRD 패턴 변화

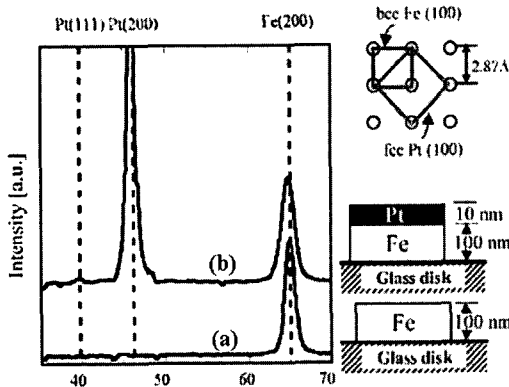


그림 2. (a) Fe 단층막(100nm) (b) Fe(100nm)/Pt(10nm) 이층막 XRD 패턴

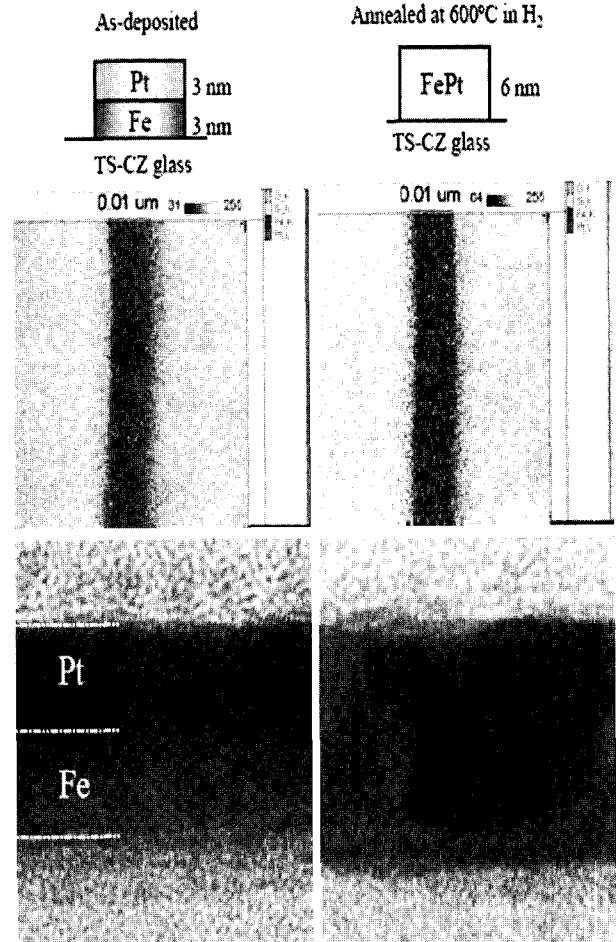


그림 3. (a) Fe(3 nm)/Pt(3 nm) 이층막 (b) 이층막을 수소분위기 600 °C에서 2 h동안 열처리한 박막의 단면 TEM image와 조성 mapping image

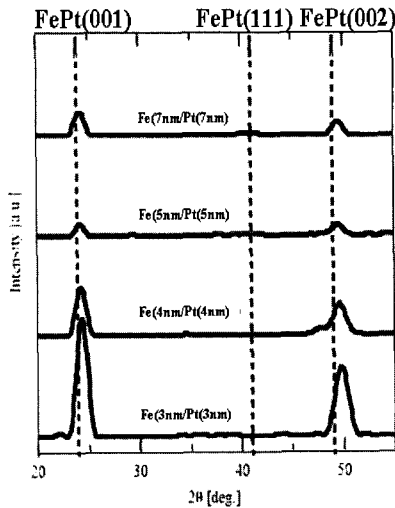


그림 4. 두께에 따른 Fe/Pt 이층막의 XRD 패턴

며, 또한 결정배향성에 있어서도 *f.c.t.* (00*n*)면이 면에 평행하게 성장되고 있는 것을 단면 TEM image를 통해 알 수 있다.

Figure 4는 Fe/Pt 이층막을 동일 조건에서 열처리한 경우, 열처리 전 각 박막의 두께에 따른 결정성변화를 나타내고 있다. 본 연구에 있어서는 Fe막과 Pt막 두께가 각각 동일한 경우 정확히 L_{10} 구조를 갖는 각각의 원자비 Fe:Pt=50:50 조건이 막전체에 있어서 성립이 불가능 하지만 우선 *inter-diffusion*에 의한 L_{10} 구조 형성 가능성을 확인하였다. 각 박막의 두께가 3 nm의 경우에는 열처리 후에 *f.c.t.* (00*n*)면의 우선배향이 이루어져 있는 반면, 박막의 두께가 증가함과 동시에 결정성이 악화되고 있는 것을 알 수 있다. 따라서 Fe *b.c.c.* (100)/Pt *f.c.c.* (100)박막의 원자간 *inter-diffusion*이 원활히 발생하기 위해서는 각 박막에 있어서 비교적 낮은 두께의 막두께가 요구되는 것을 알 수 있다.

이러한 결과들은 박막의 증착속도를 제어한 후 열처리함에 의해 *seedlayer*없이 $Fe_{50}Pt_{50}$ L_{10} 구조를 제작할 수 있다는 것을 보여주고 있다. 그러나, 이러한 제작 방법은 600 °C에서 높은 열처리 온도와 더불어 약 2시간 이상의 긴 열처리 시간이 요구됨에 의해 박막제작에 큰 어려움을 야기시킬 수 있다. 이에 본 연구에서는 열처리 온도 저감 및 시간을 단축시키기 위한 방법으로 Pt *f.c.c.*(100) 박막을 증착하는 동안 열처리를 시도하여 Pt박막의 결정성제어에 따른 총 열처리 시간 단축을 시도하였다. 즉, Pt박막을 증착시키는 약 10분 동안 400 °C에서 열처리를 한 후, 수소분

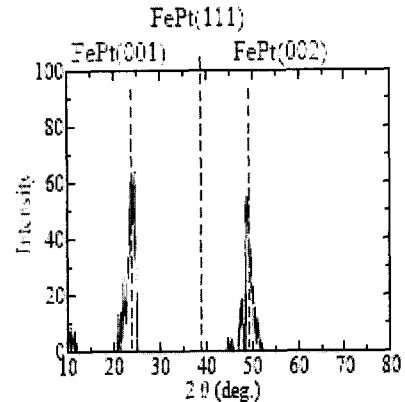


그림 5. Pt 박막 증착 동안 열처리하여 제작된 Fe/Pt 박막의 XRD 패턴

위기에서 약 10분간 추가 열처리를 시도하여 총 열처리 시간 단축을 시도하였다.

Figure 5는 Pt 박막 증착과 함께 열처리를 시작하여 20분간 열처리를 한 박막의 XRD diagram을 나타내고 있다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 열처리시간을 20분간으로 크게 감소함에 있어서도 *f.c.t.* (00*n*) 결정구조가 성장함을 알 수 있다.

이것은 Fe *b.c.c.* (100)면상에 Pt *f.c.c.* (100)면이 잘 성장된다면 추가적으로 열처리 온도 및 시간을 감소시킬 수 있다는 것을 나타내며 또한 L_{10} 구조를 갖는 $Fe_{50}Pt_{50}$ 박막을 제작하는 데 있어서 복잡한 *seedlayer* 도입이 필요치 않으며 열처리 작업을 단순화시킬 수 있는 것을 보여주고 있다.

IV. 결 론

Glass disk상에 스퍼터 방식을 이용하여 0.1 Å/s의 낮은 증착속도로 증착시킬 경우 *b.c.c.* (100)면이 우선배향하는 것이 확인되었으며 그 위에 Pt박막을 증착시킨 경우 *hetero-epitaxial* 성장에 의해 Pt박막이 (111)의 조밀면이 아닌 (100)면이 우선배향 되었다. 이렇게 형성된 Fe(100)/Pt(100) 이층막(두께 각 3 nm)을 600 °C 수소분위기에서 열처리함에 의해 막전체에 걸쳐서 *f.c.t.* (00*n*)면을 형성시키는 데 성공하였다. 또한, Fe (100)면 상에 Pt 박막을 증착시키는 동안 열처리를 하고 증착 이후 수소분위기에서 열처리함에 의해 열처리 시간 및 온도를 크게 낮출 수 있음을 확인하였다.

이러한 결과들은 어떠한 *seedlayer*의 도입이 필요치 않

으며 열처리 작업을 단순화해서 Fe₅₀Pt₅₀ L₁₀ structure를 제작할 수 있음을 나타내고 있다

참고문헌

- [1] Y. Niimura, S. Nakagawa and M. Naoe, *Materials Science and Engineering*, **98**, 53-56 (1988).
- [2] K. H. Kim, I. H. .Son, K. B. Song, S. H. Kong, M. J. Keum, S. Nakagawa and M. Naoe, *Applied Surface Science*, **169-170**, 410-414 (2001).
- [3] S. H. Kong, T. Okamoto and S. Nakagawa, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **272-276**, part3, 2184-2185 (2004).
- [4] Y. J. Kim, W. H. Park, S. H. Kong, S. Nakagawa and K. H. Kim, *Surface and Coatings Technology*, **169-170**, 532-535 (2003).
- [5] S. Ito, T. Okamoto, S. H. Kong and S. Nakagawa, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **287**, 281-286 (2005).

Preparation of tetragonal phase L_{10} FePt thin films with H_2 annealing atmosphere

Sok-Hyun Kong¹ and Kyung-Hwan Kim^{2*}

¹*Samsung Advanced Institute of Technology, Yongin 446-712*

²*Department of Electrical Engineering, Seongnam-si, 461-701*

(Received August 18 2007)

Fe thin films exhibited (100) preferential orientation when they were deposited at low deposition rate of $0.1\text{\AA}/\text{s}$ on glass substrates by using facing target sputtering system. The (100) oriented Fe layer induces (100) orientation of Pt layer deposited on it owing to hetero-epitaxial growth. After annealing at 600°C in H_2 atmosphere, FePt films exhibited f.c.t. (001) texture in the whole film caused by inter-diffusion between atoms. We have also confirmed that the homogeneously inter-diffused compositional modulation in the film after the annealing process. Furthermore, annealing process in $\text{Ar}+H_2$ atmosphere at 400°C during Pt deposition was effective for attaining Pt (100) texture. The annealing process during Pt deposition also induced in low annealing temperature and decreased annealing time for attaining the FePt f.c.t. (001) structure.

Keywords : FePt, annealing process, Pt, f.c.t (001)

* [E-mail] khkim@kyungwon.ac.kr