

PLD 법으로 제조된 Co-doped TiO₂ 박막의 자기 특성 연구

| | | |
|-----------|----------|---------|
| 한국과학기술연구원 | 박막기술연구센터 | 이 재 열 * |
| 한국과학기술연구원 | 나노소자연구센터 | 이 우 영 |
| 한 양 대 학 교 | 세라믹 공학과 | 최 덕 균 |
| 한국과학기술연구원 | 박막기술연구센터 | 오 영 제 |

1. 서 론

최근에 스핀트로닉스 (spintronics) 분야에 대한 관심이 높아지면서 전기전도성과 자성을 동시에 지니는 자성반도체에 관한 연구가 다양하게 진행되어지고 있다. 특히 DMS (diluted magnetic semiconductor)는 상당한 관심을 가지고 많은 학자들에 의해 오랜 기간 연구되어져 왔고¹⁻³⁾ 특히, Matsumoto *et al.*⁴⁻⁵⁾ 은 Co-doped anatase TiO₂ 박막을 LMBE (laser molecular beam epitaxy) 로 제작하여 상온에서의 강자성을 발표한 바 있다. 이 연구는 산화물에서의 spin의 분극화에 대한 다양한 가능성을 제시하여서 DMS 분야를 연구하는 학자들에게 많은 관심을 불러 모았고 이후, Chamber *et al.*⁶⁻⁷⁾ 등에 의하여 미세구조와 자기 특성에 관한 연구 결과가 발표되었다.

2. 실험 방법

TiO₂ 박막의 제조방법으로는 졸-겔법, 진공 증착법, 화학 기상 증착법 (Chemical Vapor Deposition : CVD), 스퍼터링 (Sputtering) 법등이 알려져 있다. 본 연구에서는 물리적 증착법의 일종인 PLD (Pulsed Laser Deposition)법을 이용하여 박막을 제조하였다. PLD의 장점으로는 타겟의 조성과 박막 조성간의 편차가 적으며, 구조가 비교적 간단하여 증착 제어가 쉬우며, 오염이 적고 고속 증착이 가능하다는 것이다.

TiO₂ 내에 Co를 3~7 w% 첨가하여 소결 타겟을 제조하였다. 실험 초기에 1.0×10⁻⁶Torr까지 base pressure를 이룬 뒤, working pressure 1.0×10⁻² ~1.0×10⁻³ Torr 에서 증착하였고, 이때의 산소량은 1~20 sccm으로 조절하였다. 또한 기판온도는 상온~600℃ 범위 내에서 증착하였고, 후 열처리는 in-situ 상태에서 800℃ 온도를 유지하면서 30분간 수행하였다. 기판은 Si (100) 기판을 사용하였으며 30분 동안 증착하였다. 레이저는 248nm, KrF 엑시머(excimer) 레이저를 이용하였고, 레이저의 파워는 200mJ로 진동수는 10 Hz로 고정하였으며, 각각의 장비들은 충분한 warm-up 시간을 거치도록 하였다. 그리하여, 조성, 온도, 산소량, 압력 등의 공정변수를 제어하여 PLD법으로 제조하였으며 Si (100) 기판과 LaAlO₃ (100)기판 위에 박막을 성장시킨 후 XRD와 FE-SEM을 이용하여 결정상과 미세조직을 관찰하였다. 또한 Surface morphology 관찰을 위하여 Atom Force Microscope (이하 AFM) 을 이용하였으며, Alternating Gradient Magnetometer (이하 AGM) 을 사용하여 자기이력곡선 (M-H 곡선)을 관찰하여 Co-doped TiO₂박막의 미세 구조와 자기적 특성을 고찰하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

Co가 첨가된 TiO₂ 박막을 Si(100) 기판 위에 증착한 후에 XRD와 FE-SEM으로 미세 구조를 관찰하였다. 또한 AFM을 이용하여 각 박막의 표면 거칠기를 측정 하였고, AGM을 이용하여 상온(300K)에서 나타

나는 자기이력곡선 (magnetic hysteresis loops)을 측정하였다. 30분간 증착된 박막들은 두께가 150 ~ 200 nm 로 uniform하게 증착 되었으나 표면에서 cluster들도 간혹 발견되었다. 공정변수가 다른 여러 종류의 박막들에서는 공통적으로 anatase peak 가 관찰되었는데, Co가 7 wt% 첨가된 박막에서 발달된 anatase peak를 얻을 수 있었으며, 특히 이 조성으로 기판온도 500℃ 부근에서 증착한 박막이 가장 발달된 결정성을 보이며, 자기이력곡선 관찰에서도 가장 좋은 결과를 얻을 수 있었고 이때의 값은 5.3 emu/cm³ 이었다.

그리고 위와 같은 조건으로 기판을 LaAlO₃ (100)위에도 증착을 시도하여 역시 상온에서 자기이력곡선을 측정한 결과 Si(100) 기판 위에 증착한 박막보다 더욱 높은 값의 자기 이력곡선을 얻을 수 있었다.

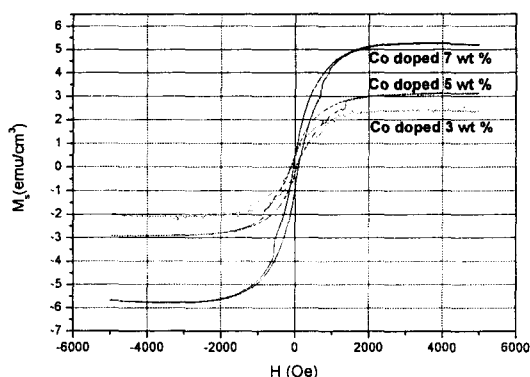


Fig.1. Co의 첨가량에 따른 Co_xTi_{1-x}O₂ 박막의 M - H loops
(Temp. : 500℃, Oxygen : 5sccm, Pressure : 10mTorr,
Sub:Si (100) at Room temp.)

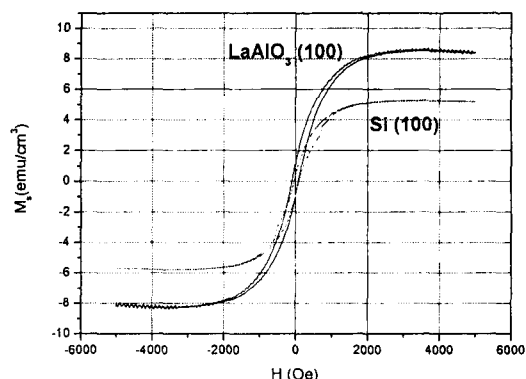


Fig.2. 기판에 따른 Co_xTi_{1-x}O₂ 박막의 M-H loops
(Co-doped 7wt%. Temp.:500℃, Oxygen:5sccm,
pressure : 10mTorr at Room temp.)

4. 결 론

본 연구는 PLD 법을 이용하여 anatase 구조의 Co-doped TiO₂ 박막을 제조하였다. 타겟의 조성, 기판 온도, 작업 압력, 산소량 등의 공정변수를 달리하여 제조된 TiO₂ 박막의 미세구조를 XRD와 FE-SEM을 통하여 분석한 결과 Co-doped anatase TiO₂ 박막의 증착이 확인되었고, 조성, 기판 온도, 산소량, 작업압력, 기판 종류 등의 다양한 공정변수 하에서 증착된 박막의 자기이력곡선을 AGM을 사용하여 상온(300K) 에서 관찰할 수 있었다. 아울러 지금까지 특성 분석에 어려움을 겪던 Si (100) 기판을 사용하여 구조적, 자기적 특성을 관찰한 것과 LaAlO₃ (100) 기판 위에 증착 박막을 함께 비교하였던 것은 이 연구의 큰 성과라 할 수 있다.

5. 참고 문헌

- 1) H. Ohno, *Science*, **281**, 951 (1998)
- 2) Y. D. Park, A. T. Hanbicki, S. C. Erwin, C. S. Hellberg, J. M. Sullivan, J. E. Mattson, T. F. Ambross, A. Wilson, G. Sanos, and B. T. Jonker, *Science*, **295**, 651 (2002)
- 3) M. Berciu and R. N. Bhatt, *Phys. Rev. Lett.* **87**, 10723 (2001)
- 4) Y. Matsumoto, M. Murakami, T. Shono, T. Hasegawa et al., *Science*, **291**, 854, (2001)
- 5) Y. Matsumoto, R. Takahashi, M. Murakami, T. Koida, X-J Fan, T. Hasegawa et al., *Jpn. J. Appl. Phys. Lett.*, part 2 **40**, L1204 (2001)
- 6) S. A. Chambers. et al. *Appl. Phys. Lett.*, **79**, 3467 (2001)
- 7) S. A. Chambers, *Materials Today*, **April**, 34 (2002)