

Fe-Hf-N 자성박막의 결정화 거동
Behavior of crystallization of Fe-Hf-N magnetic thin films

이명호¹, 이승협² 최종운, 강계명^{3*},
 (1) 서울산업대학교, 기계설계자동화공학부
 (2) 서울산업대학교, 안전과학연구소
 (3) 서울산업대학교, 신소재공학과

초 록 : 역전과 신경망은 반도체 공정 모델링에 효과적으로 응용되고 있으며, 모델의 예측정확도를 향상시키기 위하여 Random Generator를 개발하였다. Random Generator의 효과가 기존의 모델에 비해 예측정확도의 향상에 영향을 주었음을 알 수 있었다. 모델링에 이용한 실험데이터는 다중 유도결합형 플라즈마 장비를 이용하여 수집하였다.

1. 서 론

Fe-M계(Hf, Zr) 비정질자성박막은 고주파환경에 견디면서 우수한 연자기성질로 전자부품소재로 널리 사용되어 왔다.[1] 최근 전자부품소재는 고성능화와 초소형화로 나아감에 따라 2원계 Fe-M계 자성박막에 제3원소의 Fe-M-X계 자성박막의 연구가 주목을 받고 있다.[2] 더욱이 박막공정 기술과 결정립 미세화기술의 적용으로 Fe-M-X계 결정질 박막연구는 전자부품의 소형화와 고주파영역 사용범위의 확장에 우수한 자기적 특성을 가지는 것으로 보고되고 있다.[3] 본 연구에서는 먼저 RF magnetron sputter에서 증착두께를 달리한 Fe-Hf 비정질박막을 제조하였다. 이를 550°C N₂ 가스분위기하에서 두 종류의 Fe-Hf-N 비정질 박막시편을 각각 제작하여, 이들 Fe-Hf-N 박막의 자기적 성질과 결정질화를 조사하고자 하였다.

2. 본 론

2.1 Fe-Hf-N 박막 제조

Fe-Hf 박막은 up-sputtering형의 고주파 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하여, 표 1과 같은 공정 조건에서 박막 두께가 각기 다른 박막을 제조하였다. 제작된 처너박막을 550°C의 N₂ 가스 분위기하, 내부 진공도 20mTorr에서 60분간 분위기 열처리하여 Fe-Hf-N 결정질박막을 제작하였다. 본 실험에 사용된 Fe-Hf target은 원형의 Fe타겟에 그림 1에 나타난 바와같이, 두께(t) 1mm, 직경(φ) 10mm, 120° 각도의 원뿔형 홈에 Hf 조각편을 놓아 Hf량이 조절되도록 하여 Fe-Hf 박막을 제조에 적용하였다.

2.2 자기적 성질과 현미경 관찰

제작된 박막두께측정은 S-4300 FEG-SEM을 이용하였고, 결정질화는 M18XHf-SRA XRD, CuKα로 α-Fe상을 조사하였다. 연자성은 Ideas-vsm 735 VSM으로 상온에서 M-H loop를 구하여, 자속밀도(Ms)와 보자력(Hc)을 각각 측정하였다. 현미경 미세조직관찰은 JEM2010 TEM을 사용하여 Fe-Hf-N 박막의 미세 α-Fe 결정질상을 관찰하였다. 이때 제한시야회절패턴(SADP)과 암시야상으로 결정질상의 결정 구조와 결정입을 관찰, 조사하였다.

2.3 Fe-Hf-N 박막 조직과 자기적 성질

EDX로 조사된 Fe-Hf 박막의 조성은 각각 Fe 87.43at%와 12.57at% Hf의 박막과 Fe 81.21at%와 18.79at% Hf 박막 두 가지로, 이를 각각 12at% Hf, 18at% Hf로 정하였다. 또한 증착시간에 따른 박막두께는 증착시간이 30, 60, 90, 120, 150분으로 증가함에 따라, 12at% Hf의 경우, 90, 170, 240, 270, 330 nm로, 18at% Hf의 경우, 70, 150, 240, 310, 330 nm로 각각 조사되었다.

Table 1. Sputtering condition of Fe-Hf-N thin films.

Parameter	Sputtering Condition
pre-vacuum	< 1X 10 ⁻⁶ Torr
sputtering gas	Ar gas
Ar gas pressure	50 sccm
total vacuum	2.1-2.4X 10 ⁻³ Torr
target(T)	99.99% Fe target (t 2mm, φ 2inch), Hf(t 1mm, φ 10mm) pellets
Substrate(S)	(001) Si wafer, Corning Glass #7059
T-S distance	3cm
RF input power	250W
Holding time	30, 60, 90, 120, 150 min

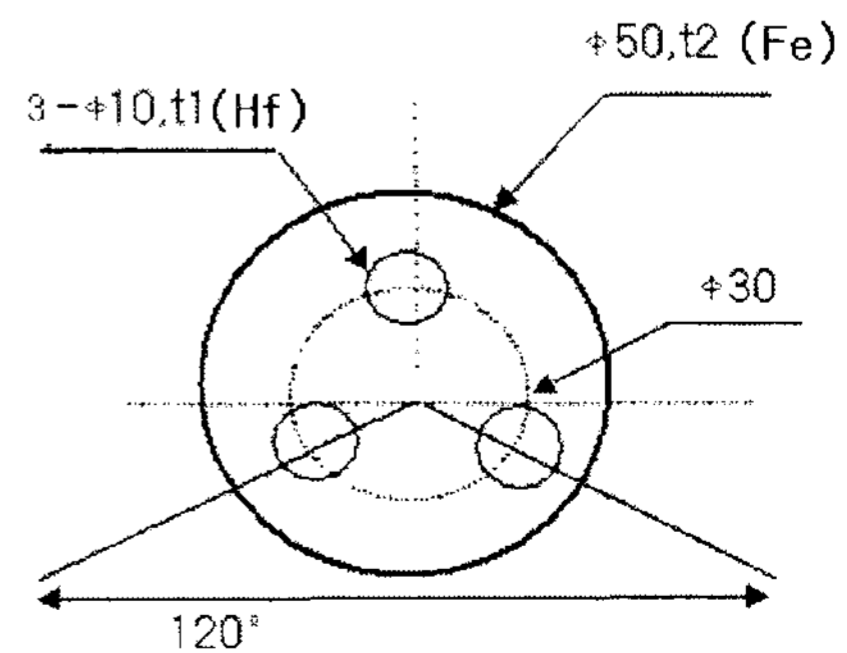


Fig. 1 A schematic diagram of Fe-Hf target

이들 박막층의 단면사진을 그림 2에 나타내었다. 단면의 기울기에 따라 박막두께는 관찰시야상의 변화가 커 사진에 모든 박막의 단면사진을 제시하지는 못하였다.

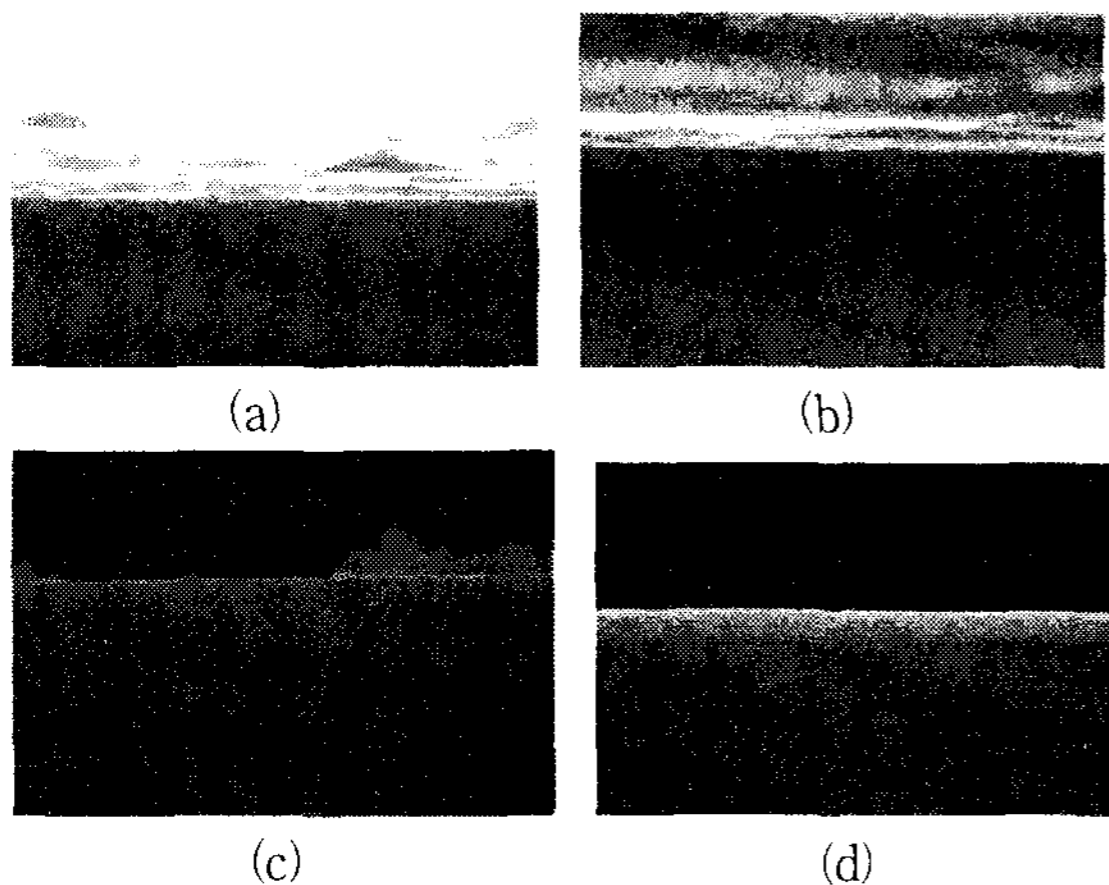


Fig. 2. The surface thickness of the Fe-Hf thin film observed by the FEG- SEM image.(X10,000)
 (a) 240nm,12 at% Hf (b) 270nm,12 at% Hf
 (c) 150nm,18 at% Hf (d) 330nm,18 at% Hf

N₂ 가스 분위기 열처리시킨 Fe-Hf-N 박막의 연자성 성질을 조사하여 표 2에 나타내었다.

Table 2. The magnetic properties of the Fe-Hf-N thin films

	Thickness	Magnetization (Ms, G)	Coercivity (Hc, Oe)
Fe based thin film with 12 at% Hf	90nm	136.26	306.52
	170nm	99.66	328.45
	240nm	62.09	394.52
	270nm	70.11	437.31
	330nm	92.57	868.52
Fe based thin film with 18 at% Hf	70nm	197.65	385.18
	150nm	115.68	302.14
	240nm	82.49	723.92
	270nm	94.14	680.99
	330nm	127.59	562.80

표에서 알 수 있듯이 자속밀도(Ms)는 두 시험편 모두 240 nm의 최저두께에서 12at% Hf의 경우 62.09 G, 18at% Hf의 경우 82.49 G으로 각각 조사되었다. 보자력(Hc)은 12at% Hf의 경우 90 nm - 240 nm 두께까지 306.52 Oe - 394.52 Oe로 증가량이 적었으나, 330 nm 두께에서 868.52 Oe로 급격하게 증가하는 것으로 나타났다. 또한 18at% Hf의 경우 150 nm 두께에서 302.14 Oe, 240 nm 두께에서 723.92 Oe의 최고값을 보이다가, 270 nm, 330 nm로 갈수록 보자력의 감소가 나타났다.

2.4 박막의 TEM 조직

그림 3은 12 at.% Hf의 Fe-Hf-N 박막의 TEM 조직 사진이다. 그림 (a)는 열처리전 자성박막으로 비정질 구조를 가지는 것을 볼 수 있다. 그림 (b)는 90 nm 두께의 박막의 사진으로 미세하게 결정입상이 나타나는 것을 볼 수 있

며, 그림 (c)는 330 nm 두께의 박막의 사진으로 α-Fe 결정입이 보다 선명한 것을 볼 수 있다. 이들 사진의 SADP 관찰사진을 그림 3 (d), (e), (f)에 각각 대비하여 나타내었다. 한편 HfN 석출상 관찰사진인 그림 3에서 볼 수 있듯이 열처리한 후, 90 nm 박막과 330 nm 박막에 결정립의 성장이 미소한 결과를 나타내었으나, HfN 석출상의 분포는 확연히 다른 것으로 나타났다. 이는 결정상인 α-Fe의 성장과 관계하는 것으로 보고되고 있고, 이로서 자기적 성질의 변화와 α-Fe 결정상 및 HfN 석출상의 상관관계가 주요 연자성의 물성 제어인자임을 알 수 있게한다. 18 at.% Hf TEM 사진은 신지 않았으나, 12 at.% Hf 조직 거동과 유사한 것을 볼 수 있었다.

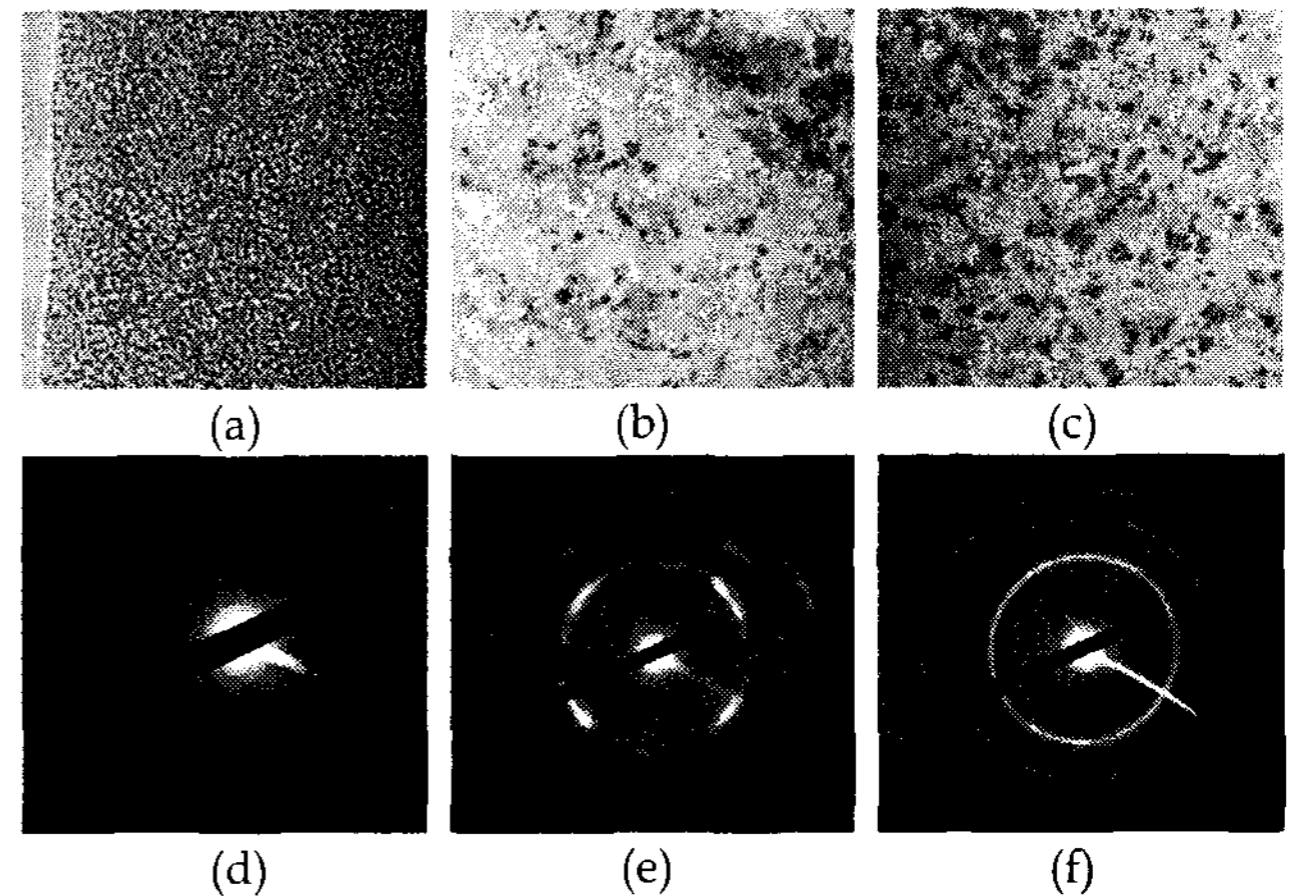


Fig 3. TEM micrographs and the electron diffraction pattern of Fe-12 at% Hf thin film. (a) as-deposited, (b) 90 nm film after thermal treatment, (c) 330 nm film after thermal treatment, (d) SADP, as-deposited, (e) SADP, 90 nm film after thermal treatment, (f) SADP, 330 nm film after thermal treatment.

3. 결 론

N₂ 가스 분위기하에서 열처리 시킨 Fe-Hf-N 자성박막의 결정화 거동에 미치는 N과 박막 두께의 영향으로부터 다음과 같은 결론을 얻었다. 자기적 성질은 결정화에 따라 자속 밀도와 보자력 모두 증가하였으나, 박막 두께의 임계치에서 우수한 연자기 성질을 가지는 것을 알 수 있었다. 이들 결정화 거동에 미치는 영향은 박막두께와 HfN 석출상에 따른 α-Fe 결정질 상의 상관 관계인자임을 확인할 수 있었다.

감 사 의 글

본 연구는 과학기술부 및 한국 과학재단 우수연구센터사업 (센터번호: R11-2000-086-0000-0 플라즈마응용표면기술연구센터)지원으로 수행되었습니다.

참 고 문 헌

- [1] D.H. Ahn, "Highly efficient magnetic head and Fe soft magnetic thin films", IEEE Trans. Magn., 11(12), 60, 1998.
- [2] C.Kuhr, "Magnetic properties of nano-crystalline mechanically alloyed Fe-TM-C power", J. of Magnetism and Magnetic Materials, 157(158), 235, 1996.
- [3] Akihiro Makino and Yasuo Hayakawa, "Soft magnetic properties and microstructure of nanocrystalline Fe-Hf-N sputtered films", IEEE Trans. Magn., 31(6), 3874, 1995.