

자기기록매체 CoNiCr/Cr 이중박막의 자기적 성질과 미세구조와의 관계연구

김희삼, 남인탁

강원대학교 재료공학과

강원도 춘천시 효자2동 192-1, 200-701

홍양기

동양화학공업(주) 중앙연구소

인천시 남구 학익동 587-102, 402-042

(1993년 7월 22일 받음, 1993년 9월 8일 최종수정본 받음)

RF/DC 스퍼터된 $\text{Co}_{69.0}\text{Ni}_{18.5}\text{Cr}_{12.5}$ /Cr 이중박막의 미세구조와 자기적성질과의 관계를 조사하였다. Cr 하지층과 CoNiCr 자성층의 두께는 각각 50-200 nm와 10-50 nm였으며, 기판의 온도는 100-200 °C로 하였다. 기판의 온도, Cr 하지층 두께가 증가함에 따라 결정립은 미세해졌으며 보자력은 증가하였다. 기판의 온도가 100 °C에서 200 °C로 증가함에 따라 Cr(200), CoNiCr(1120) 결정방위가 강하게 나타났다. CoNiCr/Cr 이중박막의 보자력은 CoNiCr(1120) 결정방위 증가와 결정립의 미세화에 따라 증가한다. 높은 보자력을 나타내는 박막에서 Cr 하지층위에 자성층의 epitaxial growth를 확인하였다.

I. 서 론

스퍼터된 Co-alloy 박막하드디스크는 컴퓨터 저장매체로서 우수한 자기적 특성과 내부식성 그리고 내마모성을 나타내어 점차적으로 이용이 증가되고 있다[1].

수평기록매체로서 이용되는 $\text{Co}_{62.5}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{7.5}$ /Cr 이중박막은 고밀도자기기록에 필요한 큰 보자력, 잔류자화, 각형비를 나타내며, 자기적특성은 CoNiCr층의 미세구조뿐만 아니라, Cr 하지층의 결정방향, 결정립크기와 밀접한 관계가 있다[2, 3, 4]. Cr BCC(110)면과 CoNiCr HCP(1010)면의 epitaxial growth에 의하여 HCP(0002)면의 성장을 억제함으로써 in-plane 보자력을 증가시킬 수 있다. 이러한 결정방위는 스파터링 조건에 의하여 조절할 수 있다. 또한, CoNiCr 층의 두께의 증가는 HCP(0002)면의 선택적 성장에 의하여 in-plane 보자력을 감소시키므로 적당한 두께의 Cr층과 CoNiCr층이 필요하며, Cr층과 CoNiCr층의 두께는 미세구조에 영향을 미치며 자기적 성질을 결정짓는다. 그러나 지금까지 연구가 진행되어온 $\text{Co}_{62.5}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{7.5}$ /Cr 박막은 Cr의 양이 적으므로 내식성에 문제가 있다. 내식성의 문제를 해결하고 Cr의 편석 효과를 높이기 위하여 고밀도에 필요한 높은

보자력을 나타내는 기록매체를 제조하기 위해서는 Cr의 양을 높이고 Ni의 양을 줄이는것이 필요하다.

따라서 본 연구에서는 Ar 압력, 기판온도, Cr 하지층과 $\text{Co}_{69.0}\text{Ni}_{18.5}\text{Cr}_{12.5}$ 자성층의 두께를 변화시켜 각 조건에 따른 미세구조 변화와 결정배향성을 조사하고 이러한 변화가 CoNiCr/Cr 이중박막의 자기적 성질에 미치는 영향을 조사하여 CoNiCr/Cr 이중박막의 자기적 성질과 미세구조와의 관계를 조사하고자 한다.

II. 실험방법

박막제조에는 순도 99.9%의 $\text{Co}_{80}\text{Ni}_{20}$ 합금과 순금속 Cr 타겟트를 사용하고, 자성층의 Cr함량은 Cr 조각을 CoNi 합금위에 부착하여 조절하였으며 제조된 CoNiCr, 자성층의 조성은 $\text{Co}_{69.0}\text{Ni}_{18.5}\text{Cr}_{12.5}$ 이었다.

박막은 RF/DC magnetron sputtering 장치를 이용하여 중착전 반응기 압력을 2×10^{-6} Torr 이하로 유지한 후 3-5 mTorr의 Ar 압력하에서 스퍼터 하였으며, 이때 기판의 온도는 100-200 °C이었다. 시편의 Cr하지층 두께는 50-200 nm이고 CoNiCr 자성층 두께는 10-50 nm로 하였으며, 기판으로는 non-textured NiP/Al-Mg과

유리(corning)를 사용하였다. 그리고 CoNiCr 자성층과 Cr 하지층은 각각 RF, DC magnetron으로 스퍼터 하였으며, 스퍼터링 조건은 table I에 나타내었다. CoNiCr/Cr 이중박막에서 박막의 두께 측정은 DEKTAK(오차범위 30 Å)을 이용하였고, 결정배향성은 X-선 회절분석 장치(Philips Co, PW1710)를 사용하였으며, 자기적 특성은 진동시료형자속계(VSM)을 이용하여 측정하였다. 또한 박막의 미세조직은 주사전자현미경(ISI-SS130)과 투과전자현미경(Philips, CM-20)을 이용하여 관찰하였다.

Table I. Sputtering conditions employed in this experiment

Parameter	Cr layer	CoNiCr layer
Vacuum	less than 2×10^{-6} Torr	
Ar pressure	3-5 mTorr	
Ar flow rate	60 SCCM	
Input power	340 V, 0.5 A(DC)	300 W(RF)
S-T Distance	65 mm	
Substrate temperature	100-200 °C	
Thickness(nm)	50-200	10-50

III. 결과 및 고찰

Ar 압력을 3 mTorr와 5 mTorr를 사용하여 제조한 박막의 보자력은 3 mTorr 일때가 230 Oe 더 높게 나타났다. 각각의 Ar 압력에서 스퍼터한 박막에서 CoNiCr 층의 미세조직을 Fig. 1에 나타내었다. Fig. 1에서 보는 바와같이 3 mTorr 일때의 박막이 더욱 미세하고 조밀한 표면형상을 나타낸다. 일반적으로 Ar 압력이 높으면 기판에 이르는 원자들의 에너지가 감소하기 때문에 기판 표면에서 원자의 이동도가 감소하므로 고립형태의 구조를 가지며 Ar압력이 낮을때에는 원자들의 표면유동도 증가로 연속성구조를 나타내며 조밀한 조직을 나타낸다[5]. 또한 Ar압력이 낮을수록 입자들의 평균자유행정이 길어지므로 입자원자들의 운동에너지가 커져서 박막의 치밀도가 올라가고, 용질원자의 편석이 촉진되고, 편석에 의하여 보자력이 증가한다[6]. XRD pattern은 Fig. 2에 나타내었는데, Cr(200)과 CoNiCr(1120) 피크가 증가하였다. CoNiCr(1120) 면위에 Cr(200) 면의 epitaxial growth와 함께 Fig. 1에서 보여준 CoNiCr 층의 미세조직의 미세화가 보자력의 증가에 기여했다고 사료된다. 그러나 본 실험에 사용된 RF/DC 스퍼터 시스템에서 3 mTorr로써는 실험의 재현성을 구하기 힘들 정도로 플라

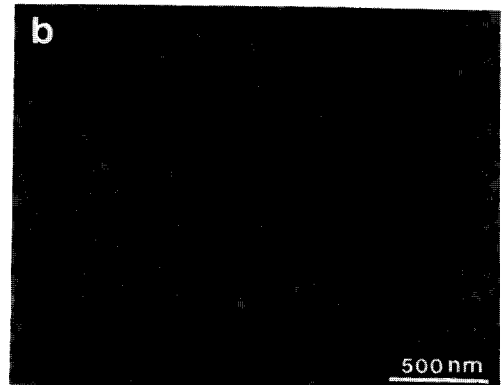
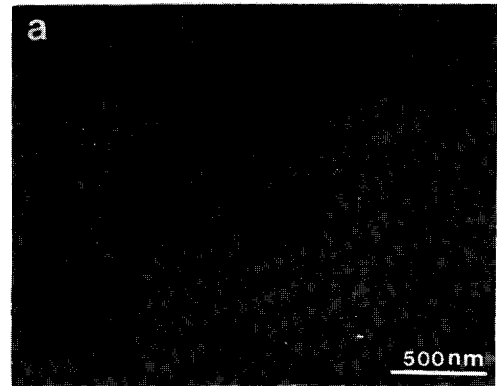


Fig. 1. SEM micrographs of CoNiCr /Cr magnetic thin films on NiP substrate sputtered at different Ar pressure. (a) 3 mTorr (b) 5 mTorr

즈마가 불안정하였으므로, 대부분의 실험은 5 mTorr에서 행하였다. Fig. 3에서 보는 바와같이 기판의 온도가 증가함에 따라 보자력은 증가하였으며 NiP /Al-plated 기판보다 유리기판에서 보자력이 높게 나타났다. 기판온도에 따른 XRD pattern을 Fig. 4에 나타내었다. NiP /Al-plated이나 유리기판 모두 100 °C에서는 Cr(200) 및 CoNiCr(1120) 피크가 나타나지 않았다. 150 °C, 200 °C로 증가함에 따라 Cr(200)과 CoNiCr(1120) 회절강도가 증가하였다. 이것으로 보아 기판온도가 증가함에 따라 Cr(200)위에 CoNiCr(1120)이 epitaxial growth한 것으로 사료된다. 보자력 증가가 Cr(200) 및 CoNiCr(1120) 방위 때문인지를 확인하기 위하여 NiP /Al-plated 위에 스퍼터한 CoNiCr 자성막의 표면

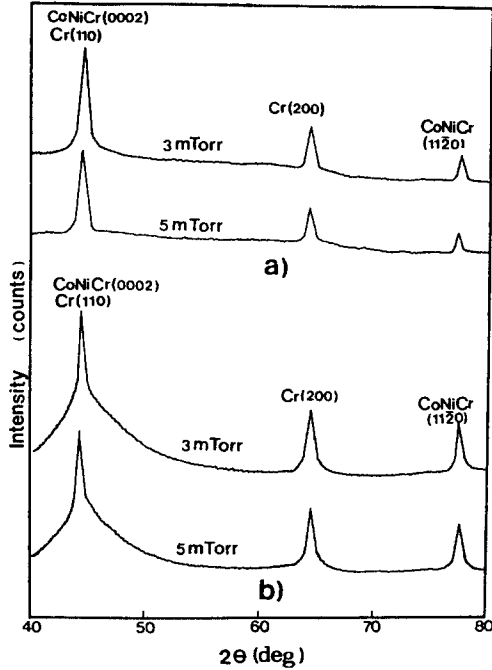


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of CoNiCr/Cr magnetic thin films on (a) glass (b) NiP substrate sputtered at different Ar pressure.

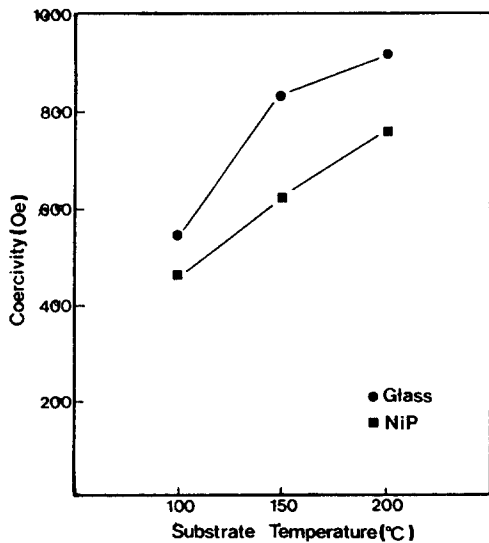


Fig. 3. The change of coercivity as a function of substrate temperature.

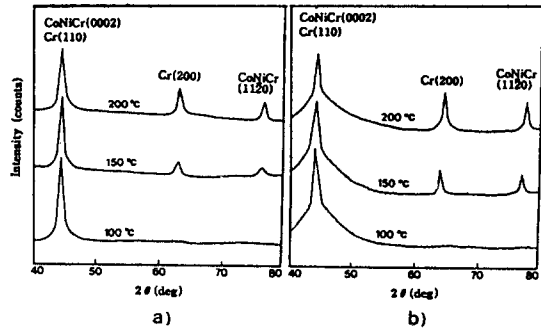


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of CoNiCr/Cr magnetic thin films on (a) glass (b) NiP substrate as a function of substrate temperature.

을 조사하여 Fig. 5에 나타내었다. 그림에서 보는 바와같이 기판의 온도가 증가할수록 표면은 조밀하며, 미세한

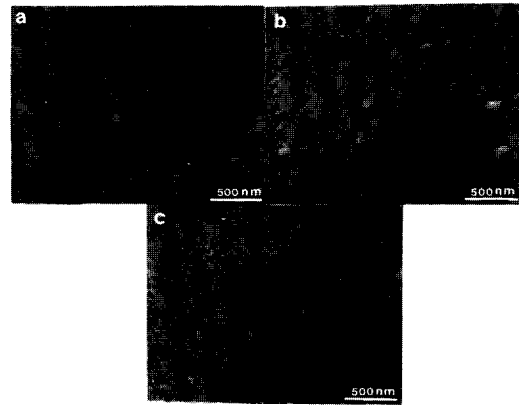


Fig. 5. SEM micrograph of CoNiCr/Cr magnetic thin films on NiP substrate as a function of substrate temperature. (a) 100 °C (b) 150 °C (c) 200 °C

조직을 나타낸다. 따라서 Cr(200) 위에 CoNiCr(1120)의 epitaxial growth 뿐만 아니라, 미세조직도 보자력과 관련이 있는 것으로 사료된다. 또한 기판온도의 증가가 Cr 편석을 촉진시키기 때문에 보자력이 증가한다는 보고도 있다[7]. 이것은 Cr 원자들의 표면 이동도의 증가가 CoNiCr의 결정립경계에서 편석함으로써 자구벽 이동을 방해하기 때문이다.

Cr의 두께 변화에 따른 보자력의 변화를 Fig. 6에 나타

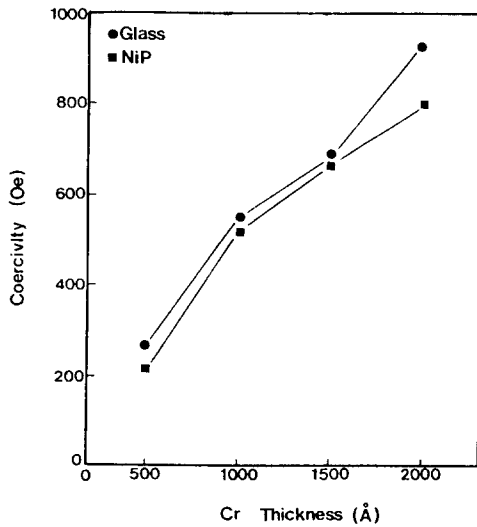


Fig. 6. The change of coercivity as a function of Cr thickness.

내었다. Cr의 두께가 증가함에 따라 보자력은 크게 증가하였다. Cr 하지층의 두께 변화에 따른 CoNiCr 자성층의 결정립크기, 자기적성질 등에 크게 영향을 미친다고 보고 되었다[8]. 이것은 Cr 하지층위에 epitaxial growth하는 자성층의 (1120) 면의 성장에 기인하는 것으로 알려졌다. 따라서 보자력의 증가 원인을 조사하기 위하여 CoNiCr/Cr층의 XRD pattern을 Fig. 7에 나타내었다. Cr

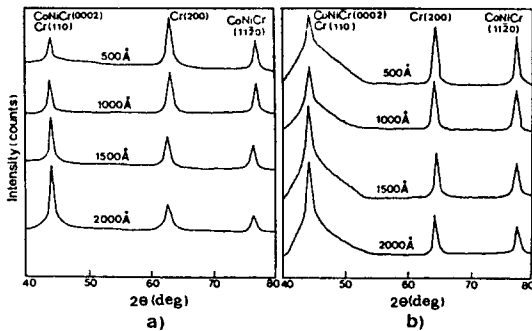


Fig. 7. X-ray diffraction patterns of CoNiCr/Cr magnetic thin films on (a) glass and (b) NiP substrate as a function of Cr thickness.

층의 두께가 증가함에 따라 CoNiCr(0002)와 Cr(110) 피크가 증가하였고 Cr(200), CoNiCr(1120) 피크는 감소하였다. 이것은 Cr 층의 두께가 증가함에 따라 Cr

(110) 면의 성장에 의하여 피크가 증가하는지 CoNiCr(0002)의 성장에 따른 것인지 구별할 수 없다. 또한 Cr(200), CoNiCr(1120) 피크의 감소는 Cr(200) 위에 CoNiCr(1120)면의 epitaxial growth가 감소한 것으로 해석하기는 곤란하다. 왜냐하면 Cr(110), CoNiCr(0002)의 증가에 의하여 상대적인 피크의 감소도 가능하기 때문이다. 따라서 보자력의 증가원인을 알아보기 위하여 CoNiCr/Cr 박막의 자성층 표면의 미세조직을 SEM으로 관찰한 결과를 Fig. 8에 나타내었다. Cr 하지층의

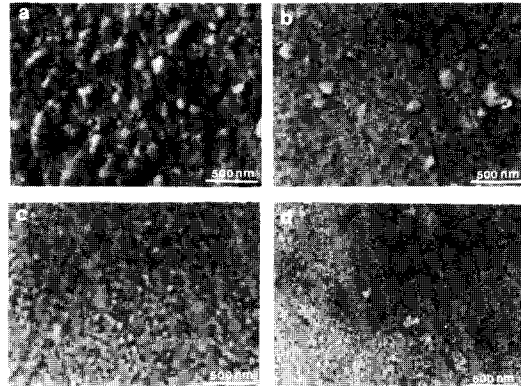


Fig. 8. SEM micrographs of CoNiCr/Cr magnetic thin films on NiP substrate as a function of Cr thickness.

- (a) 500 Å
- (b) 1000 Å
- (c) 1500 Å
- (d) 2000 Å

두께가 증가 할 수록 결정립은 미세해지며, 표면은 smooth 해졌다. 따라서 Cr 하지층의 두께증가에 따른 보자력의 증가는 CoNiCr 자성층의 미세조직과 깊은 관계가 있는 것으로 사료된다. 이때의 자성층의 두께는 300 Å, 기판의 온도는 200 °C였다.

Cr 하지층의 두께를 2000 Å, 기판의 온도를 200 °C로 하였을때 CoNiCr 자성층의 두께에 따른 보자력의 변화를 Fig. 9에 나타내었다. 그림에서 보는바 같이 자성층의 두께가 증가하면서 보자력도 함께 증가하다가 300 Å에서 최대값을 나타내고, 더 이상의 두께증가에 따라서는 보자력이 오히려 감소하였다. 이것은 자성층의 두께가 너무 두꺼우면 in-plane 방향의 형태이방성의 감소에 기인한다고 생각된다. 왜냐하면 XRD pattern(Fig. 10)을 살펴보면 자성층의 두께가 증가함에 따라 Cr(110) 회절강도는 감소하나, Cr(200) 피크와 함께 CoNiCr(1120) 회절강도가 증가하므로 Cr(200)위에 CoNiCr(1120)이 epitaxial growth에 의한다면 계속 보자력은 증가하여야 하기 때문이다. 따라서 300 Å에서 최대의 보자력을

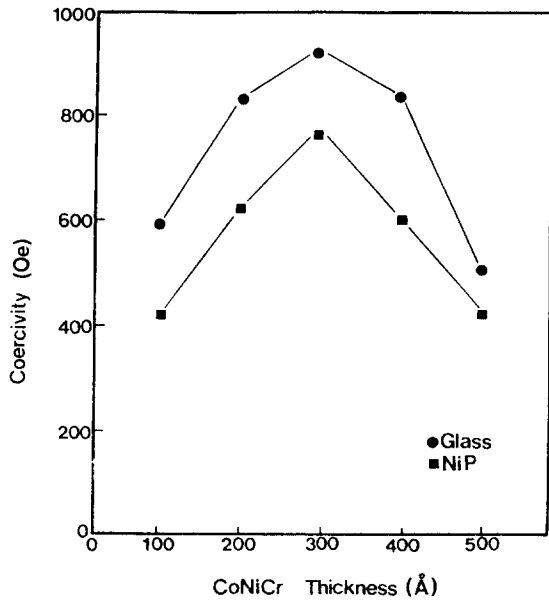


Fig. 9. The change of coercivity as a function of CoNiCr thickness.

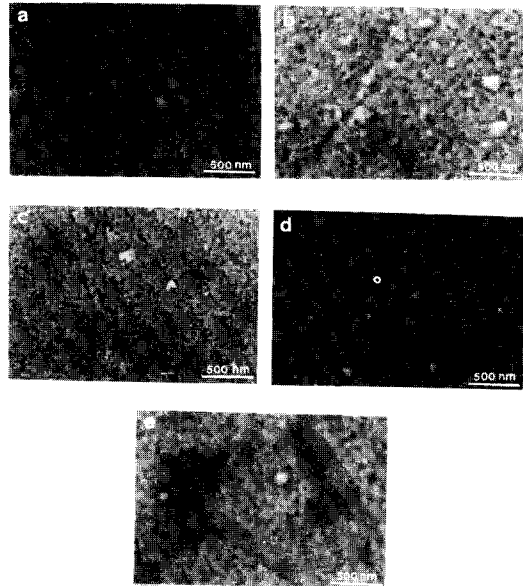


Fig. 11. SEM micrographs of CoNiCr/Cr magnetic thin films on NiP substrate as a function of CoNiCr thickness.
(a) 100 Å (b) 200 Å (c) 300 Å (d) 400 Å (e) 500 Å

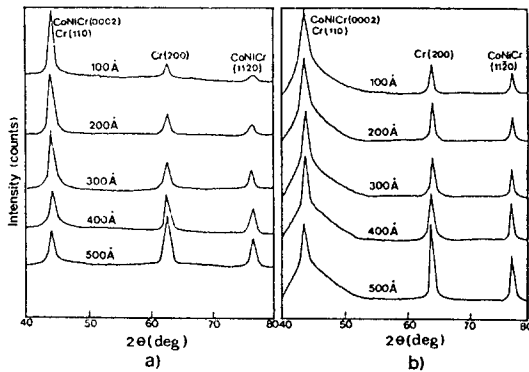


Fig. 10. X-ray diffraction patterns of CoNiCr/Cr magnetic thin films on (a) glass and (b) NiP substrate as a function of CoNiCr thickness.

내는 것은 Cr(200), CoNiCr(1120) 결정방위에만 의존하는 것은 아니라고 판단되어 CoNiCr/Cr 박막의 표면을 SEM으로 관찰하여 그 결과를 Fig. 11에 나타내었다. 자성층의 두께가 증가함에 따라 박막의 표면은 미세한 조직을 나타내다가 300 Å 이상에서는 다시 결정립이 커지는 것을 알 수 있다. 따라서 Fig. 9에 나타난 자성층의 두께가 300 Å에서 보자력이 최대값을 나타내는 것은 결정방위에 의한 영향과 함께 미세조직의 미세함에 기인한 것으로 사료된다.

Fig. 12에 보자력이 830 Oe를 나타내는 TEM



Fig. 12. TEM cross-sectional view of CoNiCr/Cr magnetic thin film.

cross-sectional view를 나타내었다. Cross-sectional view에서 보는 바와같이 Cr 하층위에 CoNiCr/Cr 자성층이 잘 epitaxial growth한 것을 알 수 있다.

IV. 결 론

자기기록매체 $Co_{69.0}Ni_{18.5}Cr_{12.5}/Cr$ 이중박막의 자기적 성질과 미세구조와의 관계연구에 관한 연구결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. $CoNiCr/Cr$ 이중박막의 제조시 기판의 온도 ($100-200\text{ }^\circ\text{C}$)가 증가함에 따라 $CoNiCr(1120)$ 면이 $Cr(200)$ 위에 epitaxial growth가 일어났으며 미세조직은 미세화되었으며, 보자력은 증가하였다.
2. $CoNiCr/Cr$ 이중박막에서 Cr 하지층의 두께가 ($500-2000\text{ \AA}$) 증가함에 따라 조직은 미세화하였으며 보자력은 증가하였다.
3. $CoNiCr/Cr$ 이중박막에서 $CoNiCr$ 자성층의 두께변화에 따라 보자력이 증가하다가 300 \AA 이상에서 감소하였다. 미세조직은 300 \AA 에서 최소의 결정립 크기와 smooth한 표면형상을 나타내었다.
4. $CoNiCr/Cr$ 이중박막의 보자력은 Cr , $CoNiCr$ 의 결정방위와 함께 미세조직에 크게 의존한다.
5. Cr 하지층위에 $CoNiCr$ 자성층의 epitaxial growth는 보자력이 큰 박막에서 잘 일어났다.

감사의 글

이 논문은 1991년도 교육부지원 학술진흥재단의 자

유공모과제 학술 연구조성비에 의해 연구되었으며, 이에 감사료를 드립니다.

V. 참고 문헌

[1] M. Ishikawa, N. Tani and T. Yamyda, IEEE Trans. Magn., MAG-22(5), pp.573, (1986)

[2] S. L. Duan, J. O. Artman, B. Wong and D. E. Laughlin, IEEE Trans. Magn., MAG-26(5), pp.1587, (1990)

[3] K. Hayashi, Y. Iwasaki, Y. Ochiai, J. Appl. Phys., Vol. 61, No. 8, pp.2983, (1987)

[4] A. Matern, H. Iwasaki, IEEE Trans. Magn., MAG-24, pp.1752, (1988)

[5] R. Ranjan, J. A. Christner and D. P. Ravi-pati, IEEE Trans. Magn., MAG-26(1), pp. 322, (1990)

[6] 이택동 등 : (1992) 컴퓨터용 고밀도하드디스크개발, 과학기술처

[7] N. Tani, M. Hashimoto and M. Ishikawa, IEEE Trans. Magn., MAG-26(4), pp.1282, (1990)

[8] M. Ishikawa, N. Tani and Y. Ota, IEEE Trans. Magn., MAG-26(5), pp.1602, (1990)

A Study of Relationship between Magnetic Properties and Microstructure of $CoNiCr/Cr$ Double Layer Thin Film Magnetic Recording Media

Hee-Sam Kim, In-Tak Nam

Department of Materials Engineering Kangwon National University

192-1 Hyoja-Dong Chunchon Kangwon-Do, Korea

Yang-Ki Hong

Research Center Oriental Chemical Industries

587-102 Hakik-Dong Incheon, Korea

(Received 14 May 1993, in final form 17 June 1993)

Microstructural dependence of magnetic property of RF/DC sputtered $Co_{69.0}Ni_{18.5}Cr_{12.5}/Cr$ double layer thin film was studied. Grain size was found to be decreased with substrate temperature in the range of $100-200\text{ }^\circ\text{C}$ and Cr underlayer thickness(from $500\text{ \AA}-2000\text{ \AA}$). The peaks (200) and (1120) of X-ray diffraction patterns were evidently grown with the substrate temperature for the Cr underlayer and magnetic layer, respectively. The $CoNiCr$ magnetic layer was found to be well epitaxially grown on Cr underlayer, and subsequently the coercivity was enhanced.