

Fe-Zr 단결정 박막의 구조적, 자기적 특성

김동우 장평우* 김원태* 염근영
성균관대학교 재료공학과, *청주대학교 물리학과

I. 서론

최근 정보의 대용량화에 따른 고밀도 자기기록매체의 개발이 요구됨에 따라 초미세결정 합금에 대한 연구가 활발히 진행되고 있으며 Fe-Al-N, Fe-Zr-N, Fe-Si-N, Fe-Ta-N 합금에 대한 초미세결정구조 특성에 대한 연구가 진행되어지고 있다.

위에서 언급한 재료들의 개발과 응용에 있어 그 재료들의 기초적인 특성을 측정, 분석하는 것은 매우 중요하다. 그러나 이러한 연구가 Fe-Ta-N 합금박막에 대해서는 수행되어 왔으나 나머지 합금들에 대해서는 수행되어지지 않고 있다. 따라서 본 연구논문에서는 기존의 비정질 합금의 형태로 제조되어 온도변화에 따른 특이한 자기적 거동을 가지는 Fe-Zr계 합금의 구조적, 자기적 특성을 분석하고자 하였다. 이에 비교적 박막을 제조하기 쉬운 rf 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하여 MgO(002) 단결정 기판 위에 단결정 박막의 형태로 제조하기로 하였다. 또한 그 구조적 특성분석을 위하여 X-ray 회절장치를 이용하였으며 진동시료형 자력계 및 토오크 자력계를 이용하여 그 자기적 특성을 분석함으로써 Fe-Zr 박막의 기초적인 재료특성을 이해하고자 하였다.

II. 실험방법

1) 박막의 제조

본 실험에서는 단결정 박막의 성장 조건을 결정하기 위해 상온에서 300 °C까지 기판의 온도를 변화시켜가며 Fe 박막을 에피택시 성장시켜 이미 그 자기적, 구조적 특성이 잘 알려진 벌크(bulk) Fe의 특성과 비교하였다. 두께 변화에 따른 특성실험을 위해 박막의 두께를 50 ~ 1100 Å 까지 변화시켜가며 실험하였다.

본 실험에 사용된 기판은 10×10 mm의 MgO(002) 단결정 기판이었고 타겟으로는 직경 10 Cm의 순도 99.9% Fe 타겟의 erosion track 위에 Zr chip을 얹은 복합타겟을 사용하였으며 Zr의 조성을 0 ~ 12 at.%까지 변화시켰다. 스퍼터링 가스로는 Ar을 사용하였으며 박막의 제조 후 산화와 오염방지를 위하여 18 Å의 SiO₂를 증착시켰다. 박막의 제조 조건은 표 2-1과 같다.

2) 구조적, 자기적 특성 측정

박막의 구조적 특성 측정을 위해 XRD를 사용하였으며 $\theta-2\theta$ 스캔 및 thin film 스캔을 실시하였다. 또한 단결정의 성장을 확인하기 위하여 ϕ -스캔 및 Fe(110)면의 극점도(pole figure)를 구하였다.

박막의 포화자화와 자기이방성 등과 같은 자기적 특성을 측정하기 위해서는 진동시료형 자력계(VSM : Vibrating sample magnetometer) 및 토오크 자력계(Torque magnetometer)를 이용하였으며 토오크 자력계의 교정에는 안티몬(Sb) 단결정 시료를 사용하였다.

table 2-1. The sputtering condition of Fe-Zr thin films

Base pressure (Torr)	Sputtering pressure (mTorr)	Ar gas flow rate (SCCM)	Substrate Temp. (°C)	rf power (W/Cm ²)	Deposition rate (Å/s)
$<4 \times 10^{-7}$	0.8	10	250	30	0.3

III. 실험결과 및 고찰

단결정 박막의 성장조건을 결정하기 위한 실험으로부터 벌크(bulk) Fe의 특성이 잘 나타나는 조건으로 기판의 온도를 250 °C, 박막의 두께를 1000 Å로 결정하였다.

제조된 박막의 XRD θ - 2θ 스캔 실험의 결과로 Zr의 조성변화에 따른 Fe(002)면의 회절선을 변화시킬 수 있었다. 이 결과에서는 Fe(002)면의 회절선만이 강하게 나타나는 것을 볼 수 있고 Zr의 함량 증가에 따라 Fe(002)면의 회절선 강도가 약해지고 폭이 넓어지며 회절선의 위치가 낮은 회절각 쪽으로 이동함을 볼 수 있다. 이는 Fe 원자보다 원자반경이 약 1.26배 큰 Zr 원자가 침투형 고용체로 작용함에 따라 Zr의 조성 증가에 따라 격자상수가 증가하는 것으로 판단되어진다. 또한 $\theta=5.9^\circ$ 로 고정하고 Fe(110)면에 대한 thin film 스캔을 실시한 결과 Fe(110)면의 회절선만이 강하게 나타남으로써 Fe-Zr박막의 에피택시 성장을 확인할 수 있었다. Fe-Zr 박막의 단결정 성장을 확인하기 위하여 구한 Fe(110)면의 극점도는 Fe(110)면의 대칭성을 잘 보여 주고 있으며 이 결과로부터 Fe-Zr박막의 단결정 성장을 예상할 수 있다. 그러나 Zr 조성 4 ~ 7 at.%의 박막에 대한 결정구조에 대한 해석은 아직 확실하지 않으며 앞으로의 많은 노력이 필요하다고 생각된다.

진동시료형 자력계로 Fe-Zr 박막의 자기이력곡선을 측정한 결과 $<100>$ 의 자화용이축과 $<110>$ 의 자화곤란축이 명확히 구분되는 자기이력곡선을 얻을 수 있었으며 이 곡선들로부터 포화자화값(M_s) 및 자기이방성상수(K_1)를 구하였다. 그러나 $Fe_{90.5}Zr_{9.5}$, $Fe_{89.3}Zr_{10.7}$ 과 같이 Zr이 많이 첨가된 박막에서는 수직이방성이 유도됨을 확인할 수 있었다. 또한 자기이방성을 가장 정확하게 측정할 수 있는 토오크 자력계를 사용하여 얻은 토오크 곡선으로부터 자기이방성상수를 구하였으며 이방성자장 이하의 자장에서는 자화곤란축 방향에서의 불연속 자화회전에 의한 Kondorsky형 토오크 곡선을 볼 수 있었다.

위의 결과들로부터 Zr 조성 4 at.%이하 Fe-Zr 박막의 자기적, 결정학적 단결정 성장을 확인할 수 있었으나 Zr 조성 4 at.% 이상의 거동은 역시 확실하지 않으며 앞으로의 연구가 필요하다.