

비정질  $PtO_x$  박막의 열분해에 따른 특성 변화

## Optical and Structural Property Change

by the Thermal Decomposition of Amorphous  $PtO_x$  Films

김혜진\*, 정명애, 김상협

대전시 유성구 가정동 161 한국전자통신연구원 기반기술연구소

e-mail\* : nolawara@etri.re.kr

최근 고밀도 광 디스크에 대한 수요가 증대됨에 따라, 광 회절한계를 극복하고 보다 정밀하게 판독할 수 있는 광 디스크를 구현하기 위하여 super-RENS (super-resolution near-field structure)를 응용한 광 디스크 연구가 매우 활발하게 진행되고 있다<sup>(1)</sup>. 특히, 귀금속 산화물은 열분해 온도 이상으로 가열시 금속 나노 입자와 산소로 분해되는 특성을 보이므로 더욱 관심을 받고 있다. 그 중  $PtO_x$  박막을 이용한 super-RENS 디스크는 기존에 사용되었던 금속 산화물 박막들에 비하여 CNR (carrier-to-noise) 값을 높일 수 있는 장점을 가진다. 따라서 본 논문에서는, 이와 같은  $PtO_x$  박막의 열분해 거동에 따른 광학적, 구조적 특성 변화를 보이고자 한다.

본 논문에서 보이는 비정질  $PtO_x$  박막은 RF magnetron 스퍼터링에 의해 증착되었고, 2 인치의 Pt (Japan Pure Chemical Co. Ltd., 99.99%) 타겟을 사용하였다. 또한 증착 조건은 50 W, 5 mTorr로 Ar과  $O_2$ 의 혼합 가스 분위기에서 진행되었다. 실험에 쓰인 박막들은 주로 Si이나 quartz 기판위에 상온에서 증착되었다. 사용된 혼합 가스에서의 산소 비율에 따른  $PtO_x$ 의 성분비는 RBS (Rutherford backscattering spectrometer) 와 AES (Auger Electron Spectroscopy)를 이용하여 측정되었다. 또한 증착속도는 약 5 nm/min으로 확인되었다.

비정질  $PtO_x$  박막의 열분해 과정은 15 °C/min로 시료에 열을 가함으로써 진행되었으며, 이 때 산소와의 반응을 막기 위하여  $N_2$  가스를 계속해서 주입시켜 주었다. 여기서, 열처리를 거친  $PtO_x$  박막은 X-ray 회절 (Dmax series, Rigaku Co. Ltd.) 과 Raman 산란 측정을 통하여 그 구조적인 변화를 확인하였고, 또한 HP8415 다이오드 정렬 분광 광도계를 이용한 투과율 스펙트럼 측정을 통해서 박막의 광학적 특성변화를 확인할 수 있었다. 박막의 표면 상태는 XE10 (PSIA Co. Ltd.)를 이용한 AFM (atomic force microscope)으로 측정되었으며, 열분해과정을 통해 형성된 금속 나노 입자들은 SEM (Scanning Electron Microscope)으로 측정되었다.

$O_2/(O_2+Ar)$ 의 값이 0.3 으로 증착된, 즉 산소 비율이 30%로서 증착된 비정질  $PtO_{1.8}$  박막에 대하여, 열처리 온도 ( $T_a$ ) 에 따른 XRD 결과를 그림 1에서 보이고 있다. 여기서 박막의 두께는 200 nm로써 Si 기판위에 증착되어졌고, 열처리 시간 ( $t_a$ )는 2 분으로 고정하였다. 열처리 온도에 따른 XRD 결과에서 보듯이, 570 °C 이상에서는 산화물 박막에서 Pt 나노 입자들이 형성되었고 온도가 올라감에 따라 Pt(111)과 Pt(200) 피크가 더욱 뚜렷해짐을 확인할 수 있다. 이는, 570 °C 이상의 열처리에서 비정질  $PtO_x$  박막이 Pt 나노 입자와 산소로 분해되었음을 의미하는 것이다. 여기서 우리는, 장비의 오차를 감안하여 이 열분해 온도를 거의 600 °C의 값으로 간주하기로 한다.

그림 2는, 비정질  $PtO_{1.8}$  박막을 이용하여 600 °C로 열처리하였을 때 열처리 시간 ( $t_a$ )에 따른 XRD와 Raman 산란 측정 결과를 보이고 있다. 박막의 두께는 16 nm로서 quartz위에 증착되었다. 그림에서 알 수 있듯이, 열처리 시간이 2 분 이상이 되면 비정질  $PtO_x$  박막의 Raman 피크는 사라지고 Pt 나노 입자에 관련된 XRD 피크가 나타난다. 즉, 위에서 설명한 열처리 온도 ( $T_a$ )와 더불어 열처리 시간 ( $t_a$ ) 역시 비정질  $PtO_x$  박막의 열분해 과정에 매우 크게 영향을 미치고 있는 것이다. 그림 3은, 비정질  $PtO_{1.8}$  박막을 열처리한 후 측정된 광학적 투과율 스펙트럼을 열처리 시간 ( $t_a$ )에 따라 보여주고 있다. 박막의 두께는 16 nm이며, 가열 온도 ( $T_a$ )는 600 °C로 하였다. 측정된 투과율 스펙트럼은 2 분이상의 열처리에 의하여 비정질  $PtO_x$  박막이 Pt 나노 입자로 분해됨을 나타내는데 이는 그림 2의 결과와 동일하다. 더불어,

40 nm의 두께로 quartz 위에 증착된 Pt 금속 박막의 투과율 스펙트럼과 비교하였을 때, 열분해에 따른 Pt 산화물 박막의 투과율 스펙트럼 결과가 Pt 박막의 경우와 매우 유사한 경향을 보이고 있음을 확인할 수 있었다<sup>(2)</sup>. 이는 곧, 위에서 언급했듯이, 비정질 PtO<sub>x</sub> 박막의 열분해 과정이 열처리 시간에 크게 영향을 받음을 의미하는 것이다.

열처리 (600 °C) 된 비정질 PtO<sub>1.8</sub> 박막 (16 nm)의 SEM 과 AFM 이미지는 그림 4에서 보여지고 있다. 그림에서 알 수 있듯이, 비정질 PtO<sub>x</sub> 박막의 표면은 열분해과정을 통해 울퉁불퉁하게 거칠어졌고, 열처리에 의한 분해 과정을 통해서 50 nm 이하의 Pt 나노 입자들이 형성되었다.

결론적으로 말하자면, 비정질 PtO<sub>x</sub> 박막의 열분해 과정은 열처리 온도 뿐 아니라 열처리 시간에 대해서도 민감하게 영향을 받는다. 즉, 비정질 PtO<sub>x</sub> 박막은 약 600 °C에서 2 분 이상 열처리 되었을 때 Pt 나노 입자와 O<sub>2</sub>로 열적 분해됨을 확인할 수 있다.

References

- 1 J. Tominaga, T. Nakano, N. Atoda, Appl. Phys. Lett., 73, 2078-2080 (1998)
- 2 Takayuki Shima, Junji Tominaga, Thin Solid Films, 425, 31-34 (2003)

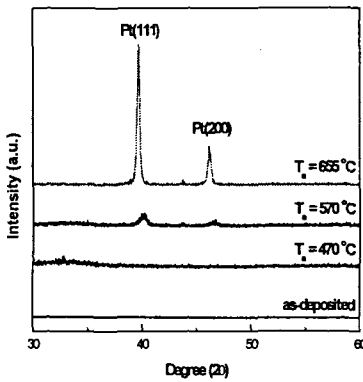


그림 1. 다양한 온도에서 열처리된 PtO<sub>1.8</sub> 박막의 XRD (CuKα source 이용) 측정결과.

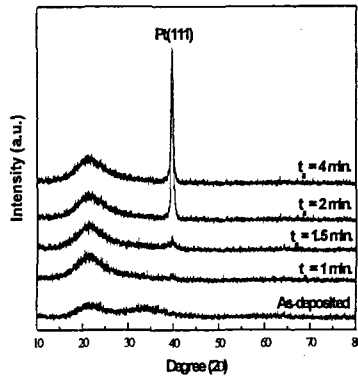
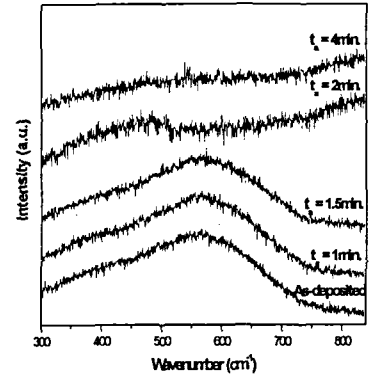


그림 2. 600 °C에서 열처리된 PtO<sub>1.8</sub> 박막의 열처리 시간별 (a) XRD 결과와



(b) Raman 산란 측정결과.

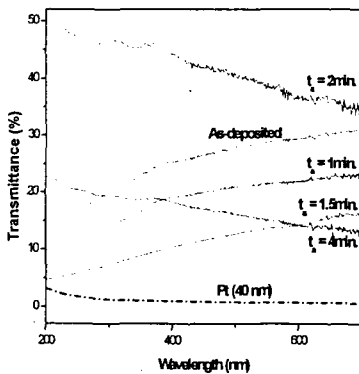
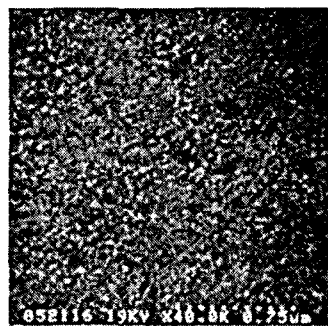
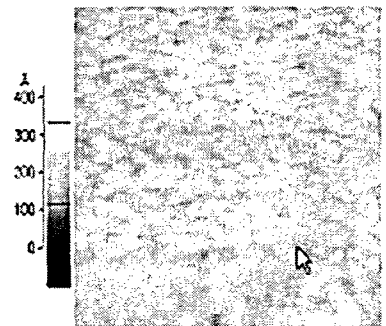


그림 3. 16 nm 두께의 PtO<sub>1.8</sub> 박막의 열처리 시간에 따른 투과율 스펙트럼 측정결과.



(a)



(b)

그림 4. 600 °C에서 열처리된 PtO<sub>1.8</sub> 박막의 (a) SEM과 (b) AFM 이미지.

F  
D