

E-Beam Evaporator로 제조된 CoCrTa/ Cr-Ni 자기기록 매체의 자기적 특성에 미치는 Cr-Ni 하지층의 결정배향효과

조흥재 · 남인택

강원대학교 공과대학 재료공학과

강원도 춘천시 효자동 192-1, 200-701

(1997년 7월 8일 받음, 1997년 8월 10일 최종수정본 받음)

E-Beam Evaporator로 제조된 CoCrTa/CrNi 자성박막에서 하지층인 Cr에 대한 소량첨가원소인 Ni이 자성박막의 자기적 성질에 어떤 영향을 미치는가를 조사하였다. 상온에서 제조된 시편에서 소량의 첨가원소 Ni의 영향은 보자력의 증가를 가져왔음을 알 수 있었다. 이러한 보자력 증가의 원인을 XRD와 AFM으로 그 결정배향성과 미세구조를 통하여 살펴보았다. Cr 하지층에 Ni의 첨가시 결정립의 크기가 증가함을 알 수 있었다. 280 °C 기판온도에서는 CrNi 하지층을 갖는 박막이 오히려 낮은 보자력 값을 나타내었고 이것은 결정립 크기의 증가때문으로 생각된다. 높은 기판온도에서는 결정배향성보다는 Cr의 편석이 보자력에 대한 주요한 기구인 것으로 생각된다.

I. 서 론

현대는 정보화 사회로 불려지고 있으며 이에 따라 엄청난 양의 정보를 기록하고 처리하듯 빠르며 용량이 큰 보조 기억장치가 필수적으로 부각되고 있다. 특히 컴퓨터용 하드디스크 드라이브(hard disk drive)는 가격과 성능면에서 가장 적합한 외부보조기억장치로 꼽을 수 있으며 대형컴퓨터에서부터 소형컴퓨터에 이르기까지 없어서는 안될 부분을 차지하고 있다. 또한 산업의 쌀이라고 불리는 반도체 기술의 발달로 인한 컴퓨터의 가격하락과 개인용 컴퓨터의 대중화가 이루어지면서 직경이 작고 용량이 큰 HDD의 필요성이 매우 커지게 되었다.

HDD에서 자기기록매체의 자성층으로 가장 많이 쓰이고 있는 것은 CoCrTa 합금계 박막이며 고밀도 자기기록매체의 필수조건인 높은 보자력과 낮은 noise를 가지고 있다. 그러나 더욱 고밀도의 기록매체를 실현하고 개선하기 위해서 많은 노력들이 행해지고 있다. 특히 자성층은 하지층의 결정배향성과 미세구조에 민감하게 작용을 받고 있다. 이러한 하지층으로는 순수한 Cr이 가장 많이 사용되어지고 있으며 W, NiAl이나 Co alloy에 대해서도 연구되고 있다[1~3].

본 연구에서는 순수한 Cr 하지층에 소량의 Ni를 첨가시켜 결정배향성의 증가, 미세구조의 변화를 통한 CoCrTa 합금계 박막의 자기적 성질을 개선하여 보자력을 향상시키는 방안을 연구하였고, 이런 보자력 향상의 원인을 분석하였다. Cr 하지층에 제2의 물질을 첨가하여

자기적 성질을 향상시키기 위한 연구는 N. Tani 등의 연구자들이 행하였으며, 이들은 스퍼터링 시스템으로 Si, Gd, Mo, Ni, V 등의 첨가원소를 사용하여 실험을 행하였고, 그 첨가량에 따라 다양한 분석을 행하였다. 이때 사용한 자성층은 CoNiCr 박막이었고, Ni의 첨가에 따른 보자력의 증가는 거의 없었다. 그러나 Si, Gd을 작은양(1 at %) 첨가했을 때 보자력의 증가를 보고하였다[4-8]. 또한 Ni과 Cu를 Cr에 첨가하여 하지층으로 하고 CoCrTa를 자성층으로 Sputtering 방법으로 박막을 제조하였을 때 Ni의 첨가에 따라 보자력의 증가가 보고되었다[11]. 이러한 앞의 연구를 토대로 하여 e-beam evaporator로 박막을 제조시 소량의 첨가원소인 Ni이 어떻게 하지층과 자성층에 영향을 주는지 살펴보았다.

II. 실험 방법

본 실험에서는 e-beam evaporator를 사용하여 박막을 제조하였고 증착 chamber에서의 진동도는 5.0×10^{-7} torr 이하로 유지하였다. 기판으로는 Corning cover glass(No. 2865)를 사용하였고 기판의 온도는 상온으로 유지하였으며 source로는 Co-12 at % Cr-2 at % Ta과 Cr-2 at % Ni를 사용하였다. 박막의 두께는 증착시 thickness monitor를 이용하여 조절하였고, 그 후 촉침식 방법의 Dektak II D(오차 범위 30 Å)를 이용하여 서로 비교하여 측정하였다.

하지층과 자성층의 결정배향성을 관찰하기 위하여

XRD(x-ray diffractometer)를 이용하여 분석하였다. 시험 장치는 Philips 1710을 이용하였고, X 선원은 Cu K α 를 사용하였으며, 가속 전압은 30 keV, 전류는 20 mA의 power를 사용하였다. XRD 분석을 통하여 하지층과 자성층의 결정구조 관계와 우선 성장 방향, 그리고 첨가물 Ni의 첨가량 변화에 따른 하지층의 결정구조 변화 등을 관찰하였다. 자성층이 증착된 시편의 자기적 특성은 진동시료형 자속계(VSM, vibrating sample magnetometer, LDJ Co, USA)를 이용하여 측정하였다. sample의 크기는 1 cm \times 1 cm로 잘라서 측정하였고 측정시의 최대 자계는 5 kOe로 하였다. 하지층 및 자성층의 surface morphology는 AFM(Park scientific instruments)을 통하여 관찰하였다. 또한 시편의 조성과 표면분석을 위해서 XPS(X-ray photoelectron spectroscopy)를 사용하였다. 여기서 X 선원은 Mg K α 를 사용하였으며 전압은 10 kV, 필라멘트 전류는 4.2 A, emission 전류는 11 mA로 하여 주었다. 표면의 cleaning은 ion gun으로 전압은 3 kV, 전류는 30 mA로 고정하여 주었다.

III. 실험결과 및 고찰

Fig. 1은 상온에서 Cr과 CrNi 하지층을 제조했을 때의 XRD 패턴을 나타내고 있다. CrNi 하지층과 Cr 하지층의 (110) 배향을 보여주고 있다. 또한 Cr(110) 피크 이외의 다른 피크는 나타나지 않았다. 이것은 Cr 하지층이 상온에서 증착되었을 경우에 (110)배향이 우선한다는 것을 나타낸다. 그러나 Ni의 첨가에 따른 결정배향성의 변화는 나타나지 않았다. CrNi 하지층일 때가 순수한 Cr 하지층일 때보다 Cr(110) 피크의 위치가 높은 각도에서 발견되는 데, 이것으로 면간거리를 구해보면 Cr에 Ni이 첨가가 되었을 때 전체적으로 면간거리가 감소된 것을 알 수 있었다. 즉 Cr 자리에 Ni이 치환형으로 들어갈 때 Ni의 원자반지름이 Cr보다 상대적으로 작기 때문에 생기는 현상이다. 그리고 Cr 피크의 반가폭이 CrNi 피크의 반가폭보다 다소 크기 때문에 film에서의 결정립 크기가 CrNi에서 보다 미세할 것이라고 예측할 수 있다. 그러나 본 연구에서 사용한 e-beam source에서 Ni의 함량은 2 at% 였으나, evaporation 속도의 차이에 의하여 Ni의 함량은 약간 감소 할 것으로 사료된다. 따라서 Ni의 함량을 더욱 증가 시켜서 실험을 하여야 명확한 결과를 얻을수 있을 것으로 생각된다.

Fig. 2는 자성층 두께를 400 Å으로 고정하고 Cr과 CrNi 하지층의 두께를 변화시킬 때의 보자력 변화를 비교한 것이다. 여기서 보듯이 하지층의 두께가 증가할수록

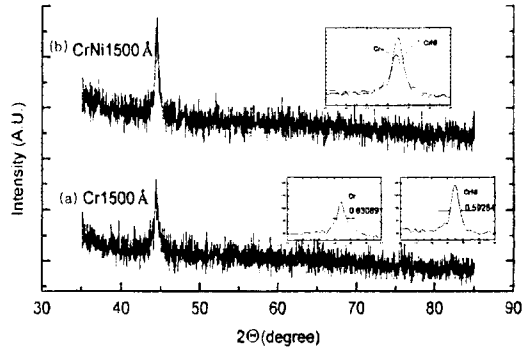


Fig. 1. XRD patterns of underlayer film deposited at room temperature.

(a) Cr Underlayer (b) CrNi Underlayer

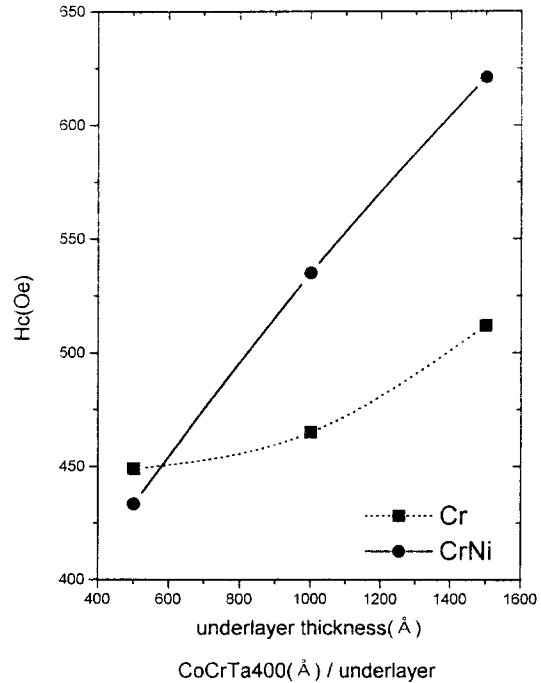
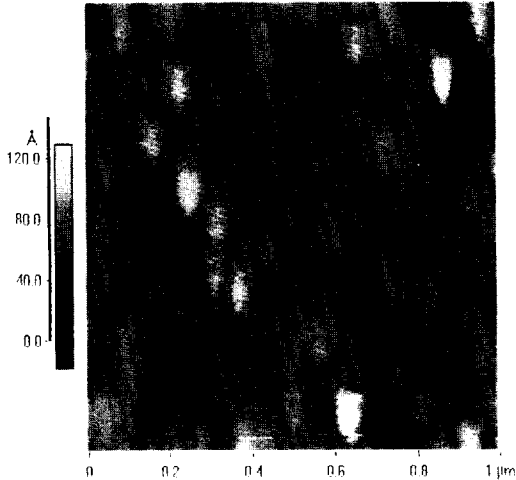


Fig. 2. Coercivity change of film as a function of underlayer thickness when substrate temperature is room temperature.

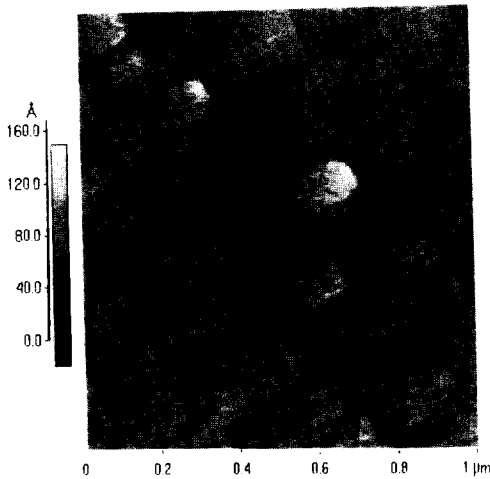
보자력값이 증가하는 것을 보여주고 있다. 이것은 하지층 두께의 증가에 따라 하지층의 주상정구조가 발달하여 주상정사이가 물리적으로 분리되기 때문이다. 즉, 그 상층에 성장하는 자성층도 주상정의 영향을 받아 결정립들간

물리적 분리가 일어나서 생기는 현상이다[9]. 그리고 CrNi 하지층인 경우가 상대적으로 다소 보자력 값이 증가한 것을 알 수 있다.

이러한 현상의 원인을 알아보기 위하여 각각의 박막에 대한 AFM image를 살펴보았다. 다음의 Fig. 3에서 보듯이 결정립 크기는 Cr 하지층에 자성층을 증착시킬 때가 더욱 미세하게 나타난 것을 볼 수 있다. 이것은 하지층만을 증착시켰을 때와 같은 결과로 자성층의 결정립 크기는 하지층의 결정립 크기에 민감하게 영향을 받는다고 볼 수 있다.



(a) CoCrTa400(Å) / Cr 1500(Å)



(b) CoCrTa 400(Å) / CrNi 1500(Å)

Fig. 3. AFM image of CoCrTa/Cr, CrNi thin film deposited at room temperature.

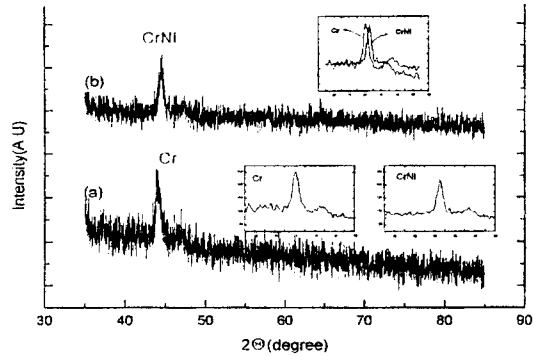


Fig. 4. XRD patterns of thin films deposited at room temperature.

- (a) CoCrTa 400 Å / Cr 1500 Å
- (b) CoCrTa 400 Å / CrNi 1500 Å

그러나 이러한 AFM image로는 CrNi 하지층일 때가 결정립이 크기 때문에, Fig. 2와 같이 CrNi 하지층일 때 보자력 증가의 원인으로 설명할 수 없다고 생각된다. 그래서 결정배향성의 영향을 살펴보기 위해서 다음의 XRD 패턴을 비교해 보았다. Fig. 4에서 나타난 바와 같이 CrNi 하지층과 Cr 하지층위에 CoCrTa 자성층을 증착시킨 박막에서도 Cr(110), Co(0002) 피크가 겹쳐진 피크만 나타났다. 이것은 Cr(110) 위에 Co(0002)면이 우선성장한 것을 의미한다. 이것을 하지층만을 증착시켰을 경우인 Fig. 1의 XRD 패턴과 비교해 보면, 차이가 없음을 알 수 있다. 이러한 결과는 Cr(110)과 Co(0002) 피크가 분리되지 않고, 다른 피크가 관찰되지 않아 보자력의 차이를 설명할 수는 없다고 사료된다. Cr 하지층에 V를 첨가시 보자력의 증가는 Co(0002) 피크의 감소, Cr(200)면의 결정배향성의 증가에 따른 Co(11 $\bar{2}$)면의 우선 배향성 증가와 하지층과 자성층사이의 misfit의 감소에 의한 것으로 보고되고 있다[8]. 그러나 본 시편에서는 Co(10 $\bar{1}$)면의 결정배향성이 보이지 않고 있기 때문에, 결정배향성을 보자력 증가의 원인으로 설명할 수는 없다고 사료된다.

Fig. 5는 기판온도를 280 °C로 하였을 때, 하지층에 따른 보자력의 변화를 비교한 것이다. 상온에서는 하지층에 Ni를 첨가하였을 때 약 150 Oe 정도로 보자력의 증가를 보였으나, 280 °C에서는 그 반대의 경향성이 나타나고 있다. 즉 Cr 하지층일 때가 CrNi 하지층일 때보다 약 300 Oe정도 보자력이 크게 나타났다. 이러한 결과는 상온에서의 결과와 반대이며, 이러한 차이를 알아보기 위해서 다음의 XRD와 AFM으로 그 결정을

배향성과 표면구조를 각각 알아보았다.

Fig. 6에서는 기판온도를 280 °C로 하였을 때, 각각의 이중박막에 대한 XRD 패턴 변화를 보여주고 있다. CrNi 하지층인 경우가 순수한 Cr 하지층인 경우보다 그 상층의

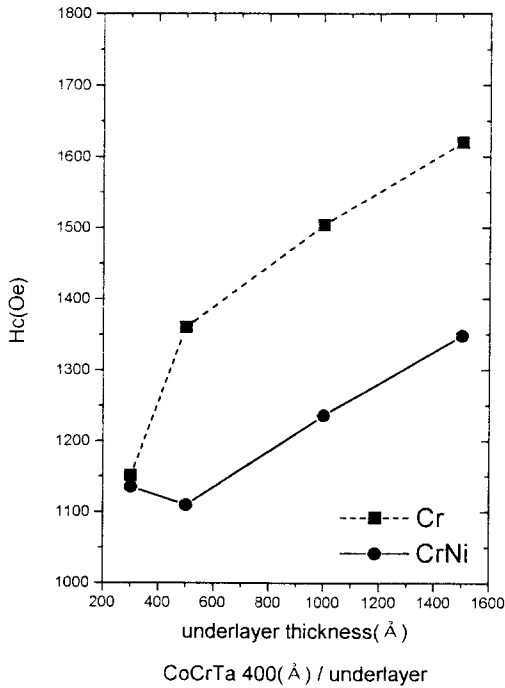


Fig. 5. Coercivity change as a function of Cr and CrNi underlayer thickness when substrate temperature is 280 °C.

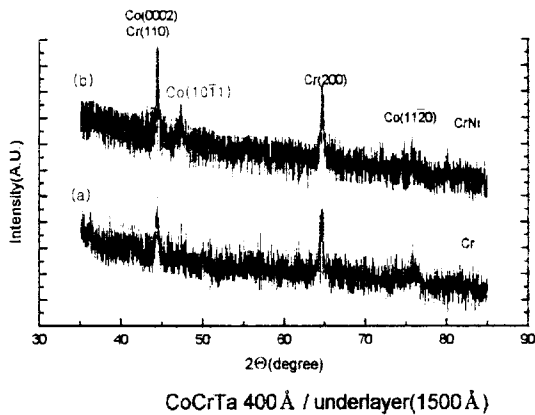


Fig. 6. XRD patterns of thin film deposited at 280 °C.
 (a) CoCrTa(400 Å) / Cr(1500 Å)
 (b) CoCrTa(400 Å) / CrNi(1500 Å)

자성층인 Co(1011) 피크 강도가 크고, Co(1120) 피크 강도는 거의 비슷한 것을 알 수 있다. 그러나 상온에서 비교했던 것과 같이 Co(0002)면과 Cr(110)면의 강도를 상대적인 비교를 할 수 없었다. 그러므로 기판온도를 280 °C로 하였을 때 하지층위에 자성층의 Co(0002)면이 Ni의 영향에 의해 증가되었는지 감소되었는지를 알 수 없어, 보자력의 변화를 잘 설명해 주지 못하고 있다.

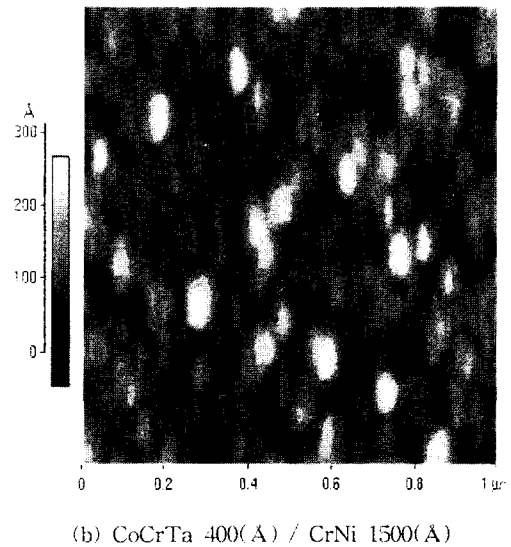
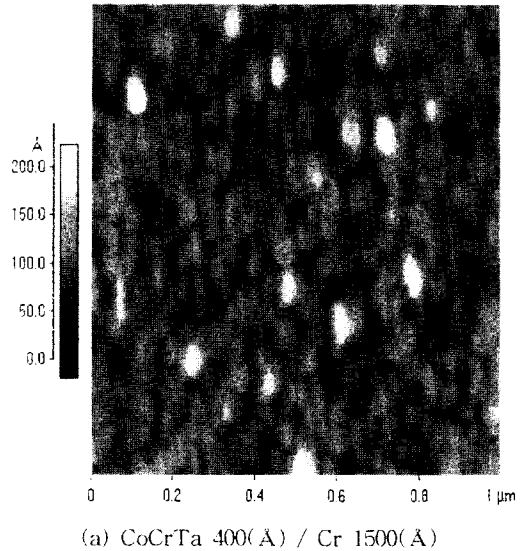


Fig. 7. AFM image of CoCrTa / Cr, CrNi thin film deposited at 280 °C.

Fig. 7은 AFM으로 하지층위에 증착된 자성층의 표면 구조를 보여주고 있다. 박막의 표면구조는 Fig. 3의 기판 온도가 상온일 경우와 같이 CrNi 하지층일 때가 Cr 하지층일 때보다 그 결정립 크기가 크게 나타났다. 이러한 결정립의 크기와 보자력의 변화를 생각해 보면, 상대적으로 작은 결정립을 가지고 있는 순수한 Cr 하지층이 보자력 상승의 원인이라고 생각할 수 있다. 280 °C의 온도에서는 증착시 원자 이동도의 증가에 의해서 Cr이 결정립계로 편석을 일으킨다고 많은 연구보고에 의해서 알려지고 있으며, 상대적으로 결정립이 작을 때 더욱 쉽게 Cr이 결정립계로 편석을 일으킬 것이라고 생각된다. 그러므로 결정립의 크기에 영향을 작게 받는 상온과는 다르게 온도증가시 결정립이 작은 순수한 Cr 하지층에서 보자력이 커진다고 생각된다.

Tani 등은 Cr 하지층에 소량의 Si를 첨가원소로 첨가했을 때 하지층의 결정립이 작아져서 보자력이 증가했다고 보고하였다[5]. 본 실험에서의 상대적으로 결정립 크기가 작은 순수한 Cr 하지층인 경우가 보자력이 높은 것은 같은 결과로 볼 수 있다. 그러나 이러한 영향뿐만 아니라 다른 영향도 있을 것이며 이에 대해 다른 분석들이 행해져야 될 것이라고 생각된다.

본 실험에서는 Cr 하지층에 Ni 첨가의 영향이 오히려

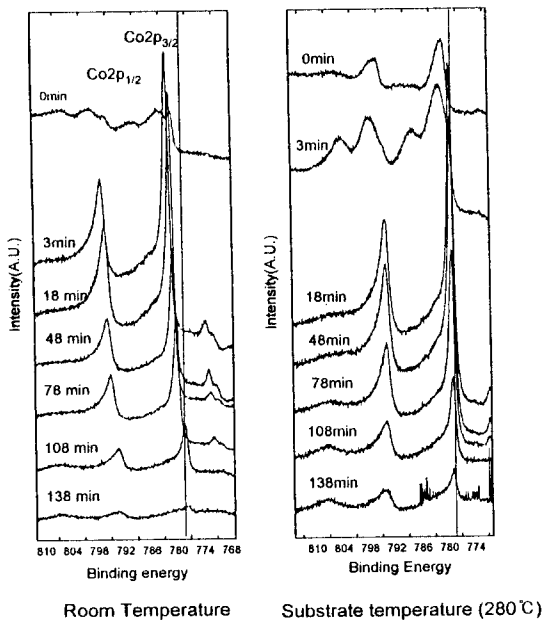


Fig. 8. XPS pattern change of Co as a function of surface cleaning time of CoCrTa/Cr thin film.

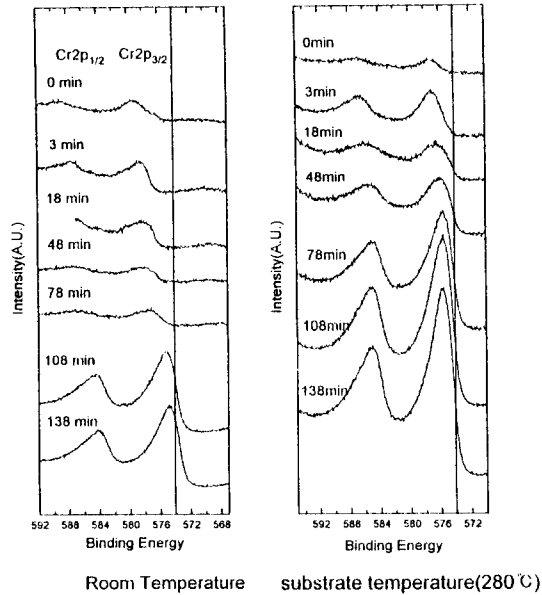


Fig. 9. XPS pattern change of Cr as a function of surface cleaning time of CoCrTa/Cr thin film.

결정립 크기를 증가시킴으로써, 기판온도 증가시 보자력이 떨어짐을 나타내었으나, 기판온도의 증가시 결정립 크기가 매우 중요한 인자로 작용한다는 것을 알 수 있었다.

Fig. 8, 9는 기판온도가 상온과 280 °C일 때 제조된 시편의 시간에 따른 표면 cleaning 후의 XPS 분석을 행한 그림이다. 전체적으로 표면근처에서 결합 에너지가 큰 것으로 나타나 표면에 산화물을 형성하고 있다는 것을 알 수 있다. 각각의 Co 피크를 비교해 보면, 기판온도가 상온일 때 보다 280 °C일 때가 3분을 표면 cleaning 후에도 피크의 강도가 작고, 주피크 옆에 위성피크가 크게 나타나는 것을 보여주고 있어 표면의 산화가 상온에서 보다 더욱 깊게 생겼음을 알 수 있었다. 이것은 기판온도가 280 °C인 시편을 제조후 annealing 효과를 줄여주기 위해 바로 chamber에서 빼주었기 때문인 것으로 생각된다.

상온에서 제조된 시편을 살펴보면, 108분 표면 cleaning 후가 Co의 강도는 감소하고 Cr의 강도는 증가하는 것을 보이고 있어, 이 부분이 하지층과 자성층의 계면일 것이라고 생각되어 진다. 이렇게 108분 표면 cleaning 후가 하지층과 자성층사이의 계면이라고 보면, 기판온도가 280 °C인 시편인 경우 138분 표면 cleaning 후에도 Co 피크가 나타나고 있어 자성층의 Co가 하지층으로 확산된 것을 알 수 있으며, Cr 피크가 표면 cleaning 후 상온에서

제조된 시편보다 빨리 피크의 강도가 증가하는 것으로 보아 하지층의 Cr도 자성층으로 확산되었다는 것을 알 수 있다. 이러한 XPS 분석은 비록 자성층에서 Cr이 결정립 계로의 확산은 설명할 수 없으나, 입계를 따라 Cr의 확산에 의해 자성층에 Cr양이 증가했다는 것을 알 수 있다. N. Tsumita는 자성층에 Cr 함량이 일정량 증가하면 보자력이 증가한다고 보고 하였다[10]. 이와 같이 기판온도가 높은 경우가 상온에서 제조된 시편보다 보자력이 높은 이유는 하지층의 Cr이 자성층으로의 확산에 의한 자성층에서의 Cr 양 증가가 한 원인이 될 수 있다. 그러나 CrNi 하지층을 사용한 박막의 XPS 분석에서 Cr 하지층의 경우와 구별 될 수 있는 결과는 얻을 수 없었다.

IV. 결 론

Co alloy 박막의 결정배향성, 미세구조, 자기적 특성은 Cr의 하지층에 민감하게 영향을 받는다. 이에 Cr 하지층의 개선을 목적으로 소량의 Ni을 첨가해 주어 그 미세구조를 변화시켜 주었고 그 위에 증착되는 자성층의 자기적 인 변화를 살펴 보았다.

기판온도가 상온일 때 Cr 하지층에 Ni의 첨가는 순수한 Cr하지층의 경우보다 미세조직에서 결정립 크기가 각각 증가하는 현상을 나타내었다.

기판온도가 280 °C일 때 Cr 하지층에 Ni 첨가의 영향은 상온에서 제조된 시편의 관찰과는 반대로, 보자력이 오히려 순수한 Cr 하지층일 때가 더욱 높게 나타났다. 결정립의 크기는 상온에서 제조된 시편에서와 같이 Cr 하지층일 경우보다 CrNi 하지층일 경우가 결정립이 크게 나타남을 알 수 있었다. 높은 온도에서의 증착은 Cr 하지층의 Cr이 CoCrTa 자성층으로서 확산을 유도함으로써 Cr 편석을 촉진하게 되어 상온에서 증착한 박막보다 높은 보자력을 나타내었다.

감사의 글

이 논문은 1995년도 교육부 학술연구조성비(신소재분야)에 의하여 연구되었음.

참 고 문 헌

[1] J. K. Howard, J. Appl. Phys. **63**(8), 3263(1988).
 [2] Li-Lien Lee, David E. Laughlin and David N. Lambeth, IEEE Trans. Magn. **MAG-30**, 3951(1994).
 [3] J. K. Howard, R. Ahlert, and G. Lim, J. Appl. Phys. **61**(8), 3834(1987).
 [4] M. Ishikawa, K. Terao, M. Hashimoto, N. Tani, Y. Ota and K. Nakamura, IEEE Trans. Magn. **MAG-3**, 1602(1990).
 [5] N. Tani, M. Hashimoto, Y. Murata, M. Ishikawa, Y. Ota, and K. Nakamura, J. Appl. Phys. **67**(12), 7507(1990).
 [6] I. L. Sanders, T. Yogi, J. K. Howard, S. E. Lambert, G. L. Gorman and C. Hwang, IEEE Trans. Magn. **MAG-25**, 869(1989).
 [7] T. A. Nguyen, J. K. Howard, J. Appl. Phys. **73**(10), 5579(1993).
 [8] M. A. Parker, J. K. Howard, R. Ahlert, and K. R. Coffey, J. Appl. Phys. **73**(10), 5560(1993).
 [9] Brij B. Lal, M. Tobise and T. Shinohara, IEEE Trans. Mag. **MAG-30**, 3954(1994).
 [10] N. Tsumita, Y. Shiroishi, H. Suzuki, T. Ohno and Y. Uesaka, J. Appl. Phys. **61**(8), 3143(1987).
 [11] C. H. Jeon, I. T. Nam and Y. K. Hong, Technical Report of IEICE, MR95-48(1995-11).

Effect of Crystallographic Orientation of CrNi Underlayer on Magnetic Properties of CoCrTa /CrNi Magnetic Recording Media Deposited by E-Beam Evaporator

Hung Jae Cho and In Tak Nam

Department of Materials Science and Engineering, Kangwon National University

192-1 Hyoja-Dong, Chunchon, Kangwon Do 200-701, Korea

(Received 8 July 1997, in final form 10 August 1997)

The magnetic properties change which was induced by addition of small amount of Ni into Cr underlayer in CoCrTa /CrNi thin film deposited by electron beam evaporator was investigated. The additional Ni element was found to be beneficial for increase in the coercivity of the thin film deposited at the room temperature. The origin of coercivity increase was elucidated by crystal orientation and microstructure investigation using XRD and AFM respectively. It was found that the grain size were increased by Ni addition.

The coercivity of the film with CrNi underlayer is lower than that of film with Cr underlayer when prepared with higher substrate temperature. This result may be originated with the increase in grain size. When film was deposited at 280 °C substrate temperature, Cr segregation in grain boundary is found to be the other factor for determining coercivity value.