

자기장 내 열처리에 의한 퍼멀로이 박막의 일축 이방성 자기장의 회전에 관한 연구

김기출 · 이충선 · 송용진*

아주대학교 물리학과
수원시 팔달구 원천동 산 5 442-749

(2001년 7월 9일 받음, 2001년 8월 10일 최종수정본 받음)

DC 마그네트론 스퍼터링법으로 증착된 700 Å의 NiFe 박막을 박막 증착시킨 자화용이층에 수직인 자기장을 인가하여 열처리한 후 일축 이방성 자기장의 회전을 조사하였다. NiFe 박막은 열처리온도 160 °C에서 자화용이층과 자화곡관축을 구분할 수 없는 등방적인 상태가 되었고, 열처리온도가 증가함에 따라 다시 일축 이방성을 갖는 상태가 되었다. 열처리 온도가 400 °C 이상인 경우에 급격한 보자력의 증가를 보였다. 열처리 온도가 400 °C인 경우에 XRD 분석과 AES depth profile은 NiFe 박막 내에서 [111] 방향으로 결정성장이 활발히 일어나며 인접한 전극 Au와 상호확산 현상도 광범위하게 일어남을 보여주었다.

주제어 : NiFe 박막, 유도자기이방성, Δ 퍼터링, Auger

I. 서 론

퍼멀로이 박막이 자기기록 매체의 재생헤드에 사용되면서 열처리에 따른 퍼멀로이 박막의 전기적, 자기적 특성에 대하여 많은 연구가 있었다[1-5]. 자기장 내에서의 열처리는 열처리에 의해 박막의 특성이 최적화 되는가와 복잡한 소자 제작 과정을 거치는 동안 박막의 유용한 특성이 희생되지 않는가에 관심이 집중된다. 하지만 이러한 연구는 자기장 내에서 열처리할 때 외부 자기장을 시료에 형성되어 있는 자화용이층에 나란하게 인가시킨 후 열처리를 하였기에 외부 자기장의 방향과 이방성 자기장의 열처리 온도에 따른 의존성을 알 수가 없었다. 따라서 본 연구에서는 시료의 자화용이층과 수직인 방향으로 자기장이 형성되어 있는 전기로 안에서 시료를 열처리하여 일축 이방성 자기장의 거동을 조사하였다. 또한 열처리에 따른 구조적 변화를 XRD와 AES로 조사하였다.

II. 실험방법

직경 5 mm의 퍼멀로이 박막을 DC magnetron sputtering 방법으로 Si 웨이퍼 위에 700 Å의 두께로 증착하였다. 이때 일축 이방성을 유도시키기 위하여 영구자석을 이용하여 약 400 Oe의 자기장을 인가하였다. 시료 준비에 사용

한 타겟은 미국 Cerac사의 합금타겟으로 조성은 Ni₈₁Fe₁₉ wt%이었고, 순도는 99.95 %였다. 기판은 4인치 [100] p-type Si 웨이퍼로 500 Å의 산화층을 형성시킨 후 사용하였다. 박막 제조시 초기 진공도는 8×10⁻⁷ Torr 이하로 유지하였으며, 공정 가스로는 고순도 Ar(99.999 %이상)을 사용하였다. 공정 중 Ar 압력은 1 mTorr였다. 전기적 특성을 측정하기 위한 전극은 Joule heating 방식으로 금을 1000 Å 두께로 증착하였다. 전극사이의 간격은 1 mm였다. 준비된 시료를 3×10⁻⁶ Torr이하의 진공도를 유지하는 전기로 속에서 시료의 자화 용이층에 수직하게 150 Oe의 외부자기장을 인가시킨 상태로 열처리하였다. 열처리하는 동안 시료는 100 °C/hr의 비율로 가열시키고 열처리 온도에서 1시간 머물게 한 다음 같은 비율로 전기로를 냉각시켰다. 시료의 온도가 50 °C이하일 때 전기로 밖으로 꺼냈다. 열처리 전기로는 열선에 흐르는 전류에 의해 형성되는 누설자기장을 상쇄시키도록 특별히 설계되었다.

열처리된 시료의 자기적 특성은 Lake Shore의 진동시료형 자력계(Vibrating Sample Magnetometer)로 측정하였고, 전기적 특성은 AC four-probe 방법을 사용하여 측정하였다. 이방성 자기장은 회전자기장법으로 측정하였다[6]. 박막의 구조를 조사하기 위한 X-ray 회절실험은 입사각도를 2°로 고정시키고 2θ = 35~85° 범위에서 측정하였다. 이때 사용한 타겟은 Cu로 1.54056 Å의 파장을 갖는 X-ray를 사용하여 분당 2°씩 scanning 하였고, 가속전압과 전류는 각각 40.0 kV, 300.0 mA였다. 열처리 전후의

*Tel: 031-219-2574, E-mail: yjsong@madang.ajou.ac.kr

시료의 두께에 따른 조성변화는 AES(Auger Electron Spectroscopy)를 이용하여 측정하였으며, 이때 에칭 속도는 SiO₂에 대하여 분당 100 Å이었다.

III. 실험결과 및 고찰

열처리 온도에 따른 퍼멀로이 박막의 자기이력곡선을 Fig. 1에 나타내었다. 열처리 온도가 증가함에 따라 시료 증착시 형성되었던 자화용이축이 자화곤란축으로 전환되는 것을 관찰할 수 있다. 120 °C까지는 증착 직후와 같은 상태를 유지하다가 온도가 더욱 증가함에 따라 이방성이 감소하여 Fig. 1(b)에서처럼 160 °C에서는 자화용이축과 자화곤란축을 구분할 수 없는 거의 등방적인 상태가 된다. 열처리 온도가 더욱 증가함에 따라 Fig. 1(c)에서처럼 외부 자기장과 나란한 일축 이방성을 갖는 상태로 다시 전환된다. 열처리 온도를 400 °C까지 증가시키면 Fig. 1(d)에서처럼 급격한 보자력의 증가와 함께 하나의 자기이력곡선에서 벗어난 이중의 자기이력곡선이 나타남을 볼 수 있다. 이것은 금 전극이 코팅된 시료에서는 열처리에 따라 증착시와 조성이 다른 자성체층이 형성된 것으로 해석된다. 그러나 Fig. 1(e)에서처럼 금 전극이 코팅되지 않은 시료에서는 급격한 보자력의 증가는 보이지만 이중의 자기이력곡선은 보이지 않는다. 이러한 보자력의 증가는 퍼멀로이 박막에서 grain의 성장과 박막의 미세 구조의 변화에 의한 것이며, 이중의 자기이력곡선은 Au와 NiFe사이의 내부 확산에 기인하는 것으로 판단된다[1, 3, 7].

Fig. 2에는 열처리 온도에 따른 이방성 자기장의 크기와 보자력의 크기를 나타내었다. 자화용이축과 자화곤란축이 구분되지 않는 등방적인 경우에 자기이력곡선으로부터 이방성 자기장의 크기를 측정하는 것이 곤란하지만 회전자기장법을 사용할 경우에는 측정이 가능하다. 회전자기장법은 금 전극이 코팅된 시료에 대해서 회전자기장 내에서 자기저항을 측정하여 분석하는 방법이다. 증착 직후의 이방성 자기장의 크기는 4.8 Oe였지만 160 °C에서 1시간 열처리했을 경우에는 0.4 Oe로 줄어들었다. 이것은 거의 등방적인 상태가 되었음을 의미한다. 350 °C에서 1시간 열처리했을 경우의 이방성 자기장의 크기는 2.4 Oe까지 증가하였다. 그러나 이것은 증착 직후의 값보다는 작은 값이다. 다른 시료에서도 이와같은 경향이 나타났는데, 이것은 시료내부의 결함(defect, dislocation 등), 또는 결정립의 성장에 의해 자화의 정렬을 방해하는 요소가 작용하기 때문인 것으로 해석된다. 보자력의 경우 증착 직후의 자화

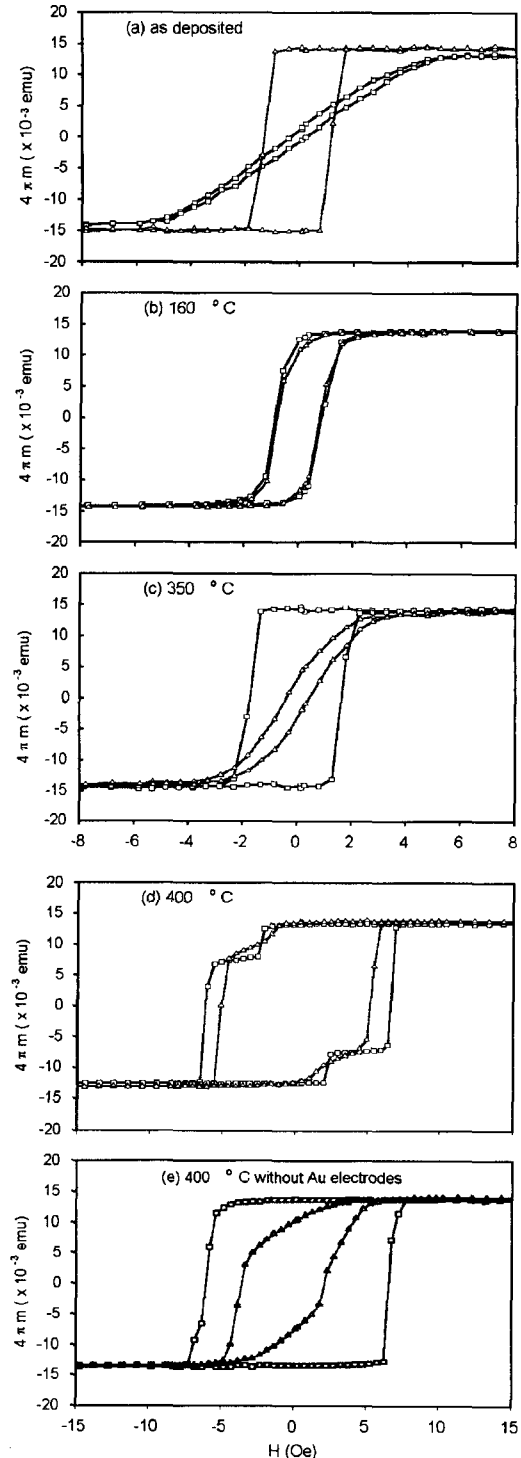


Fig. 1. Hysteresis curves of a NiFe film along the initial directions of hard axis (□) and easy axis (△) with various annealing temperatures: (a)-(d) with Au electrodes, (e) without Au electrodes.

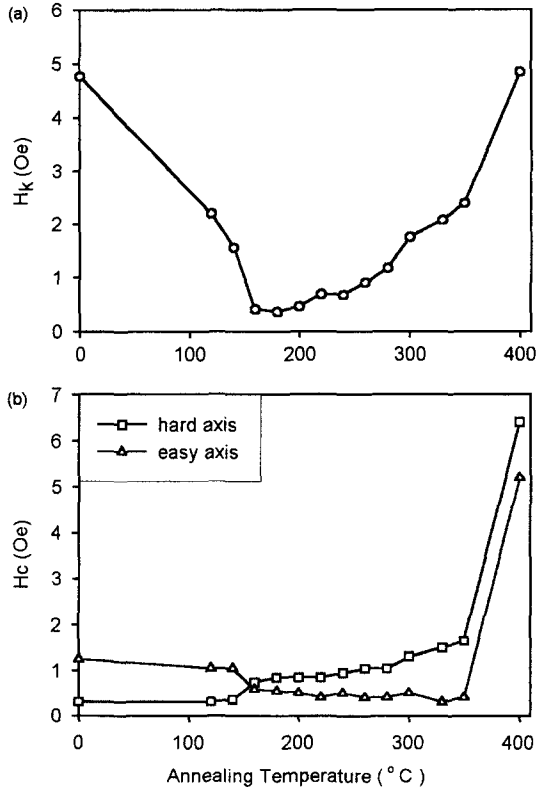


Fig. 2. Changes of anisotropy field and coercivity of a NiFe film with various annealing temperatures.

근관축의 보자력은 0.3 Oe이고, 자화용이축과 자화근관축이 전환된 350°C에서 1시간 열처리한 경우에는 0.4 Oe로 거의 같은 크기임을 알 수 있다. 증착 직후의 자화용이축의 보자력과 전환 후의 자화용이축의 보자력은 각각 1.3 Oe, 1.7 Oe였다. 그러나 열처리 온도가 400°C로 증가하면 보자력이 급격히 증가함을 볼 수 있다. 이방성 자기장의 크기도 400°C 열처리 후에는 4.8 Oe로 급격히 증가하는 것을 볼 수 있다. 이것은 Kao등[1]이 보고한 결과와 일치한다. 즉 약 400°C에서 자화거동의 전이가 일어남을 의미한다.

박막의 결정구조를 X-ray 회절 실험으로 조사하였다. Fig. 3(a)에 나타난 것처럼 NiFe의 주피크는 FCC 구조의 [111]과 [200] 면에 대응하여 나타난다. 400°C에서 1시간 열처리한 경우에 [111], [200] 회절면의 반가폭이 감소하면서 피크가 예리해지는 것을 볼 수 있다. 또한 증착 직후의 시료에서는 보이지 않던 [220]면에 대응하는 피크가 나타나는 것을 볼 수 있다. 이것은 열처리에 의해 박막 내의 미세구조가 변하는 것을 가리키며, 결정립의 성장이 광

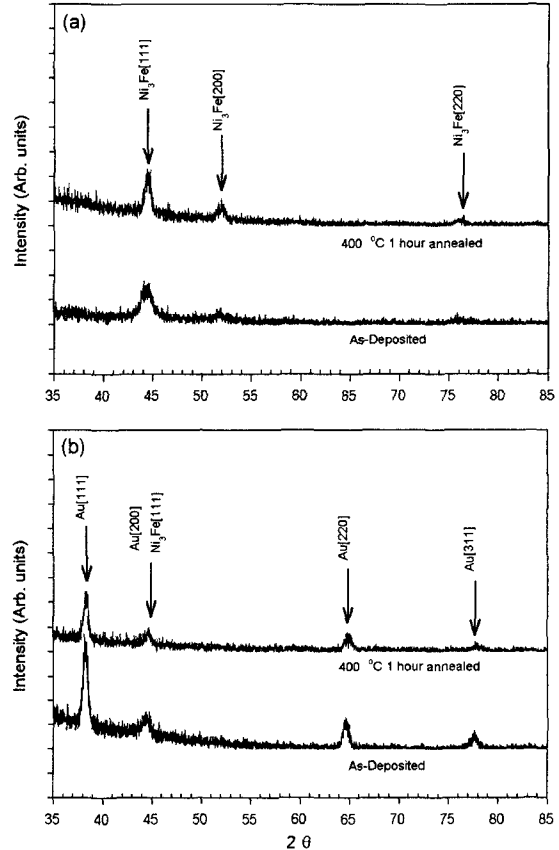


Fig. 3. XRD patterns of a NiFe film (a) without electrodes and (b) with electrodes.

범위하게 일어나며 [111], [200], [220]의 결정구조가 혼재하는 것으로 판단된다. 이것은 다른 연구자들의 결과와도 일치한다[1, 2, 7]. 특히 400°C에서 [111] 방향의 grain 성장이 활발히 일어나고 있음을 보고한 Kao[1]의 결과와 일치한다. 이와 같은 결정 성장에 의해 Fig. 2에서 보인바와 같이 400°C 열처리 후에는 보자력과 이방성 자기장의 급격한 증가가 일어나는 것으로 판단된다. NiFe 박막 위에 Au 전극이 있는 경우 Fig. 3(b)에서처럼 400°C에서 열처리에 따라 Au와 NiFe의 회절 피크가 넓어지면서 피크의 크기가 다소 감소하는 것을 볼 수 있다. 이것은 증착 직후에 각각 분리되어 있던 Au와 NiFe 박막이 열처리에 의해 내부확산을 하여 결정면이 흐트러지기 때문인 것으로 판단된다.

열처리에 따른 박막 내부의 조성변화를 조사하기 위하여 AES로 depth profile을 조사한 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 분석결과 증착 직후의 시료에서는 박막 표면과 Au

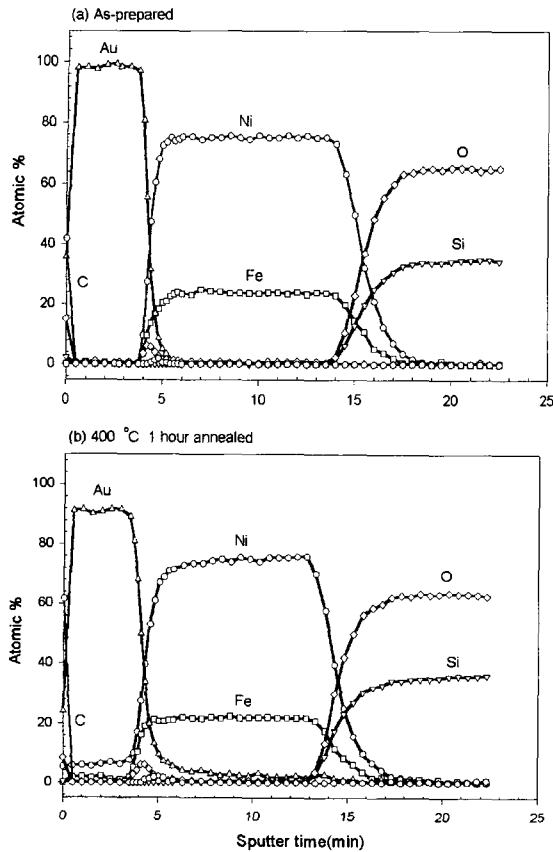


Fig. 4. Depth composition profiles of a NiFe film with electrodes : (a) as-deposited and (b) annealed for 1 hour at 400 °C.

와 NiFe 사이의 계면에서 약간의 탄소와 산소가 검출되었으나 이것은 시료를 준비 할 때 공기 중에 노출된 결과로 판단된다. 증착 직후의 시료에서는 Fig. 4(a)에서처럼 두께에 따른 조성변화가 거의 없었고, 내부에 불순물도 없었다. 그러나 400 °C에서 열처리한 경우에 Fig. 4(b)를 보면 Au와 NiFe가 모두 상호 확산한 것을 볼 수 있다. 특히 Ni이 Fe보다 우선적으로 Au층으로 확산한 것을 확인할 수 있으며[3, 5], Au도 Si 산화층까지 확산해 들어간 것을 볼 수 있다. 이러한 현상은 Ta/NiFe[3], Ti/NiFe[5], Zr/NiFe[8], Nb/NiFe[9]의 2층 박막에서도 나타난 것이 보고되어 있다. 이것은 XRD 실험에서 Au와 NiFe의 피크가 넓어지고 피크의 크기가 감소한 현상과 일치하는 것이다.

Fig. 1(d)에서처럼 금 전극을 코팅한 시료를 400 °C에서 열처리했을 경우에 나타난 이중 자기이력곡선의 존재는 위에서 검토한 X-ray 회절과 AES 실험 결과로부터 설명된다.

IV. 결 론

증착 중에 형성된 퍼멀로이 박막의 일축 이방성 자기장이 초기의 자화용이축과 수직인 방향으로 외부자기장을 인가한 상태로 열처리한 결과, 자화용이축이 자화곤란축으로 전환되는 것을 관찰할 수 있었다. 특히 이방성이 없어지는 온도는 약 160 °C이었다. 이것은 퍼멀로이 박막을 이용하여 자기기록매체의 재생헤드로 사용하는 경우 헤드 제작 공정 중의 온도범위(100 °C~500 °C)에 포함되는 것으로 일축 이방성을 잘 유지하기 위해서는 공정 중에 외부자기장을 초기 자화용이축과 나란하게 인가시켜야함을 의미한다. 또한 400 °C에서 열처리할 경우 NiFe 박막 내에서 [111] 방향의 grain 성장이 활발히 일어나며, 인접한 금속층과의 내부 확산도 폭넓게 일어난다. 따라서 NiFe의 인접층으로 사용되는 금속층은 높은 비저항과 내부식성을 가져야하며 공정 중에 NiFe층과의 내부확산이 잘 일어나지 않는 것으로 선정되어야함을 알 수 있다.

참 고 문 헌

- [1] Andrew S. Kao and Prakash Kasiraj, *IEEE Trans. Magn.*, **27**(6), 4452(1991).
- [2] Hiroshi Funaki, Satoshi Okamoto, Osamu Kitakami and Yutaka Shimada, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **33**, L1304(1994).
- [3] Kitada Masahiro, Yamamoto Kazuhiro, *J. Magn. Magn. Mater.*, **147**, 213(1995).
- [4] P. Ciureanu, G. Korony, *Sensors and Actuators*, **13**, 229 (1988).
- [5] P. B. Narayan, R. D. Silkensen, S. Bryant and S. Dey, *IEEE Trans. Magn.*, **28**(5), 2934(1992).
- [6] K. C. Kim, Kibo Kim, K. Koh, Y. J. Song, Y. S. Kim, S. J. Suh, *Ungyong Mulli*, **12**(5), 491(1999).
- [7] 김용성, 이경섭, 서수정, 박현순, 김기출, 송용진, *한국자기학회지*, **6**(4), 242(1996).
- [8] M. Kitada, N. Shimizu and H. Tanabe, *J. Mater. Sci.*, **26**, 835(1990).
- [9] M. Kitada, N. Shimizu, *J. Magn. Magn. Mater.*, **98**, 215 (1991).

A Study on the Rotation of Uniaxial Anisotropy Field of NiFe Thin Film by Magnetic Annealing

Ki Chul Kim, C. S. Lee and Y. J. Song*

Department of Physics, Ajou University, 5 Wonchun-dong Paldal-gu, Suwon 442-749, Korea

(Received 9 July 2001, in final form 10 August, 2001)

The rotation of uniaxial anisotropy field of 700 Å thick sputtered NiFe thin film due to magnetic annealing was investigated. NiFe film was annealed in a magnetic field which is perpendicular to the initial induced uniaxial anisotropy field. The NiFe film becomes nearly isotropic after 1 hour annealing at 160 °C. With increase of annealing temperature over 160 °C, the film gets uniaxial anisotropy field again. An abrupt increase of H_c was observed with annealing temperature over 400 °C. The X-ray diffraction analysis and Auger electron spectroscopy with Ar ion etching showed extensive grain growth in NiFe film with [111] texturing and interdiffusion with adjacent Au electrode layer by 400 °C magnetic annealing.

Key words : NiFe film, uniaxial anisotropy, sputtering, Auger