

## 저손실 Fe-계 비정질 박막의 자기적 특성

### Characteristics of Amorphous Fe-based Thin Films with Low Core Losses

민 복기\*, 김 현식\*, 송 재성\*, 허 정섭\*\*, 오 영우\*\*

Bok-Ki Min\*, Hyun-Sik Kim\*, Jae-Sung Song\*, Jeong-Seob Heo\*\*, Young-Woo Oh\*\*

#### Abstract

In this study, we have fabricated amorphous FeZrBAG thin films with low core losses by using DC magnetron sputtering method. After deposition, rotational field annealing (RFA) method was performed in the dc field of 1.5 kOe. The amorphous FeZrBAG thin films produced by annealing at 350 °C was founded to have high permeability of 8680 at 100 MHz, 0.2 mOe, low coercivity of 0.86 Oe high magnetization of 1.5 T and very low core loss of 1.3 W/cc at 1 MHz, 0.1T respectively. Excellent soft magnetic properties in a amorphous FeZrBAG thin films in the present study are presumably the homogeneous formation of very fine bcc  $\alpha$ -Fe crystalline with the 8.2 nm in an amorphous FeZrBAG thin film matrix.

**Key Word(중요용어)** : Fe-based thin films, Rotational field annealing, , Fine  $\alpha$ -Fe crystalline  
Low core loss, High permeability

#### I. 서 론

일반적으로 지금까지 연구된 연자성 비정질 합금은 그 응용면이나, 연구방향에서 크게 단상의 비정질상태를 그대로 이용한 비정질 합금과 이를 결정화시킨 나노 결정립 합금으로 나눌 수 있다. 최근에 연구된 연자성 박막은 Fe계와 Co계 연자성 박막으로 크게 나눌 수 있는데, 일반적으로 Fe계 박막은 고포화 자화 특성이 우수하지만 자기변형이 크고, 고주파 특성이 나빠며 열적 안정성이 나쁘다는 단점이 있다. 현재 많은 연구가 진행되고 있는 나노 결정립 합금은 1988년에 Yoshizawa 등에 의해 Fe-Nb-Cu-Si-B계 합금에서 기존의 비정질 합금보다 고투자율, 고포화자속밀도 등의 연자기 특성이 우수한 나노 결정립 합금이 개발된 이후로 최근에는 단상의 비정질 박막이 아닌 비정질 기지에 nm 크기의 결정립 석출시킨 FeZrB계와 Fe-M(Hf, Ti, V)-X(C, N, B)의 나노 결정립(nanocrystalline) 박막과 미세한 결정립 주위에 고저항 물질을 분산시킨

고저항 granular 구조의 CoAlO, FeAlO 등의 박막은 고주파에서 투자율 특성이 향상되고 손실이 감소한다는 보고가 있다. 그러나 이들의 박막은 대부분 500 °C 이상의 고온에서 열처리를 해야 하며 투자율도 낮은 편이다.

따라서 본 연구에서는 MHz 주파수 영역에서 응용 가능한 연자성 박막을 제조하기 위해 FeZrB계에 Fe와 비고용 원소인 Ag 첨가한 FeZrBAG 박막을 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 제조하고, FeZrBAG 박막의 회전 자장중 열처리에 의한 자기적 특성 변화에 대해 고찰하였다.

#### II. 실험방법

본 연구에서는 FeZrBAG 비정질 박막을 제조하기 위해 DC 마그네트론 스퍼터링 장치를 이용하였으며, 조성이 FeZrB인 타겟 위에 Ag 소편을 장착하여 FeZrBAG 비정질 박막을 복합 타겟 방식으로 (100)으로 배향된 Si-wafer 위에 0.5  $\mu$ m의 두께로 증착하였다. 또한 본 연구에서는 FeZrBAG 비정질 박막을 얻기 위해서 증착시 기판을 수냉하였으며, 표 1에 본 연구에서 사용한 FeZrBAG 박막의 증착 조건을 나타내었다.

증착된 FeZrBAG 박막의 열처리에 따른 특성 변화를 관찰하기 위하여 진공 자장중 열처리 장치를

\* : 한국전기연구소 신소재응용연구그룹  
(경남 창원시 성주동 28-1번지,  
Tel : 0551-280-1646, Fax : 0551-280-1606  
E-mail : kimhs@keri.re.kr)

\*\* : 경남대학교 공과대학 신소재공학부

이용하여 진공도를  $10^{-6}$  torr 이하로 한 후, 자장은 1.5 kOe로 인가하여 10 °C/min의 승온 속도로 300~700 °C의 온도 범위에서 1 시간 동안 회전 자장 중 열처리(rotational field annealing, RFA)를 행한 후 fan을 이용하여 상온까지 냉각시켰다.

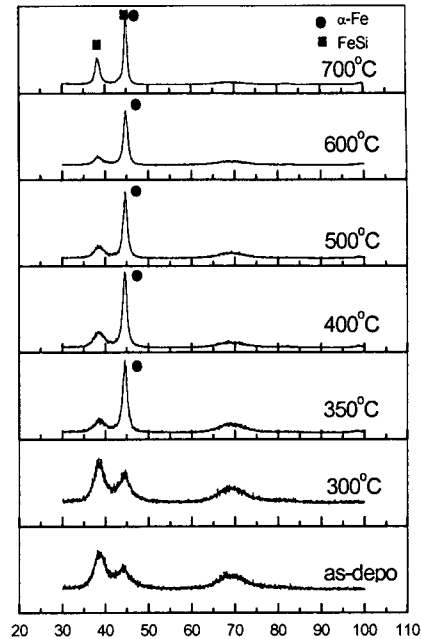
**Table I.** Deposited conditions of FeZrBAG thin films

Parameter	Conditions
Vacuum	Less than $3 \times 10^{-6}$ torr
Substrate	Si-wafer (water cooling)
Target	FeZrB (4")
Chip	Ag (4N, $5 \times 5 \times 1$ mm <sup>3</sup> )
DC Power	100 mA
Ar Pressure	4 mtorr
Film Thickness	0.35 $\mu$ m
S-T distance	90 mm

증착된 박막의 자기적 특성은 진동시료형 자력계(vibrating sample magnetometer, VSM)를 이용하여 인가자장 50 Oe와 5 kOe에서 보자력( $H_c$ )과 포화자화( $4\pi M_s$ )를 각각 측정하였다. 이방성 자계( $H_k$ )는 VSM으로 측정된 M-H 자기 이력 곡선으로부터 구하였다. 투자율은 1 turn coil 방식의 측정 치구(Iwadzu Co.)와 network analyzer(HP 8752C)를 이용하여 자장을 0.2 mOe 인가하여 1 MHz~1,000 MHz의 주파수 범위에서 측정하였다. 또한 x-선 회절분석기(x-ray diffractometer)이용하여 박막의 결정구조 분석과 격자상수를 구하였으며, Scherrer 식을 이용하여 열처리 온도에 따른 결정립 크기 변화를 구하였다.

### III. 결과 및 고찰

그림 1은 열처리 온도에 따른 FeZrBAG 박막의 결정 구조 변화를 알아보기 위해 XRD 분석한 결과를 나타낸 것이다. 그림에서와 같이 증착된 상태에서 비정질상이며, 열처리 온도가 증가함에 따라 350 °C에서 결정화가 일어나기 시작하여 400 °C에서는  $\alpha$ -Fe 결정상이 생성되며, 600 °C까지  $\alpha$ -Fe 결정상 이외에 다른 결정상은 생성되지 않았지만, 700 °C에서는  $\alpha$ -Fe, 기판과 반응하여 생성된 FeSi 결정상들이 혼재되어 있음을 알 수 있다.



**Fig. 1.** Changes in the XRD patterns as a function of annealing temperature for the FeZrBAG thin films.

그림 2에는 그림 1의 FeZrBAG 박막의 XRD 피크로부터 Scherrer 식을 이용하여 구한 결정립 크기와  $\alpha$ -Fe의 격자 상수를 구한 값을 나타내었다. 350 °C에서는 결정립 크기는 약 8.2 nm이며, 격자 상수가 0.28731 nm로 순수한  $\alpha$ -Fe(0.28664nm)보다 조금 크다. 이는 생성된  $\alpha$ -Fe 결정상은 Zr이나 B 원자를 함유하고 있음을 의미한다. 열처리 온도가 증가함에 따라 결정립 크기는 증가하고, 격자 상수는 감소하여 700 °C에서는 결정립 크기가 약 10.4 nm이며, 격자 상수 0.28542 nm로 순수한  $\alpha$ -Fe의 격자 상수보다 작다.

그림 3은 열처리 온도에 따른 FeZrBAG 비정질 박막의 포화 자화와 보자력의 변화를 나타낸 것이다. 보자력 경우 열처리 온도가 증가함에 따라 보자력은 증가하여 350 °C에서 0.86 Oe의 가장 낮은 값을 나타내다가 550 °C이상의 온도에서는 급격히 증가함을 알 수 있다. 또한 FeZrBAG 박막의 포화 자화의 경우, 열처리 온도가 증가함에 따라 포화 자화는 증가하여 500 °C에서 1.6 T의 값을 가지며, 600 °C까지 1.61 T의 일정한 값을 유지하다가 700

℃에서는 급격히 감소함을 알 수 있다. 하지만 전체적으로 열처리 온도가 증가함에 따라 증착된 상태보다 포화 자화가 증가함을 알 수 있다.

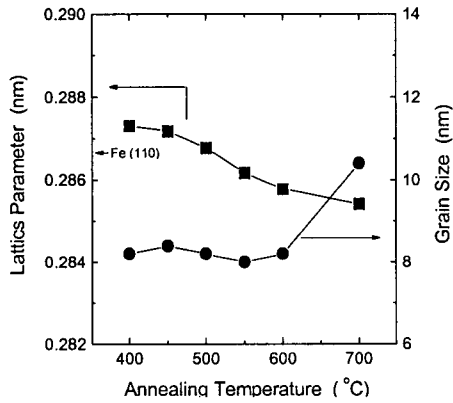


Fig. 2. Changes in the lattice parameter and grain size as function of the annealing temperature for FeZrBAG thin films.

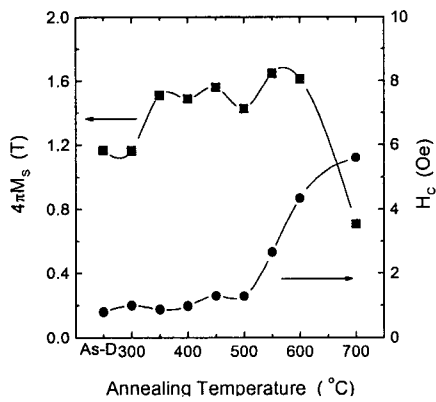


Fig. 3. Changes in the  $4\pi M_s$  and  $H_c$  as function of the annealing temperature for FeZrBAG thin films.

그림 4는 회전 자장중 열처리 온도에 따른 FeZrBAG 박막의 이방성자계 변화를 나타낸 것이다. 열처리 온도가 증가함에 따라 이방성자계는 증가하여 350 °C에서 최대값인 1.3 Oe를 나타내며 그 이상의 온도에서는 감소하였다. 본 연구에서와 같이 회전자장 중 열처리에 의해 이방성을 완전히 제거되지 않음을 알 수 있다.

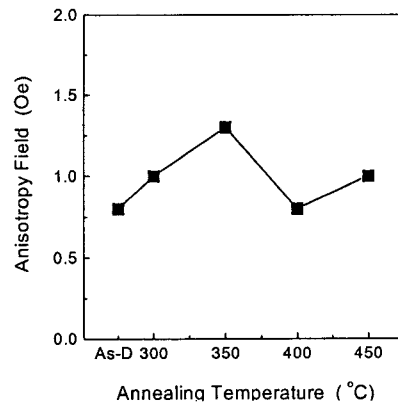


Fig. 4. Changes in the anisotropy field as function of the annealing temperature for FeZrBAG thin films.

그림 5는 100 MHz에서 측정된 FeZrBAG 박막의 투자율의 변화를 나타낸 것으로 열처리 온도가 증가함에 따라 투자율이 증가하는데 특히 350 °C에서 열처리 한 박막의 경우 투자율이 8600 이상의 매우 높은 값을 가진다. 이 값은 지금까지 보고된 FeZrBCu 박막(3200, 1MHz), FeHfC 박막(5250, 1MHz), CoZrRe 박막(5000, 10MHz) 등 보다 높은 값이다. 따라서 본 연구에서와 같이 FeZrBAG 박막을 350 °C에서 열처리한 경우 100 MHz에서 8600 이상의 매우 높은 투자율을 나타낸 것은 결정립 크기가 8.2 nm 정도로 매우 미세하고 고포화자와 저포화자의 특성으로 인한 것이라 생각된다.

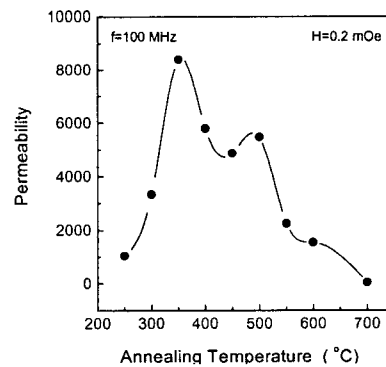


Fig. 5. Changes in the permeability(100 MHz) as function of the annealing temperature for FeZrBAG thin films.

그림 6은 연자기 특성이 가장 우수한 열처리 조건인 350 °C에서 1시간 회전 자장중 열처리한 FeZrBAG 박막의 투자율-주파수 의존성을 나타낸 것이다. 그림에서와 같이 투자율은 8600 이상의 높은 값을 가지고 100 MHz까지는 그 값이 일정하게 유지되며, 200 MHz에서 급격히 감소한다. 이러한 주파수는 지금까지 보고된 연자성 박막에서 가장 우수한 특성을 나타낸 것이다.

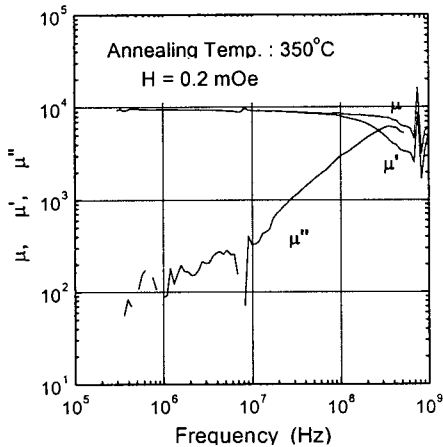


Fig. 6. Changes in the permeability( $\mu$ ,  $\mu'$ ,  $\mu''$ ) as function of the frequency for FeZrBAG thin film annealed by 350 °C.

그림 7은 400 °C에서 회전 자장중 열처리를 행한 FeZrBAG 박막의 손실을 주파수 변화에 따라 나타내었다. 본 연구에서 제조한 FeZrBAG 연자성 박막 전체적으로 손실이 상당히 낮은 값을 나타내며, 1 MHz에서는 손실이 1.3 W/cc로 고저항 FeAlO 박막의 손실과 비교하여 1/10 정도로 매우 낮으며, Mn-Zn 페라이트보다도 낮은 저손실 특성을 나타내었다.

#### IV. 결 론

FeZrB계 조성에 Fe원소와 비고용 원소인 Ag를 첨가시킨 FeZrBAG 비정질 박막을 DC 마그네트론 스퍼터링법으로 제조한 후 회전 자장 중에서 1시간 동안 진공 열처리를 한 후 fan을 이용하여 냉각하여 FeZrBAG 비정질 박막의 구조와 특성에 대해 고찰한 결과 FeZrBAG 비정질 박막은 증착된 상태에

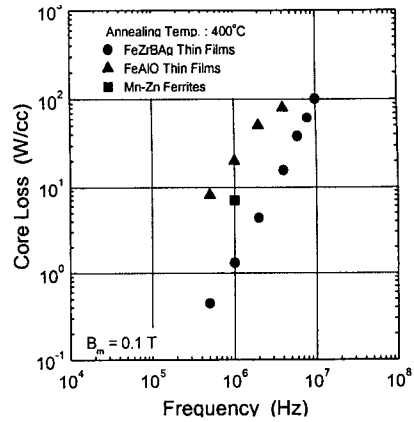


Fig. 7. Changes in the core loss as function of the frequency for FeZrBAG thin film annealed by 400 °C.

서는 비정질상을 나타내다가 350 °C에서 결정화가 일어나기 시작하여 600 °C까지 결정립 크기가 10 nm 이하인 미세한 bcc  $\alpha$ -Fe 결정상만이 석출되었다. 또한 FeZrBAG 비정질 박막을 350 °C에서 회전 자장중 열처리한 경우 1.5 T의 높은 포화 자화와 10e의 낮은 보자력으로 인해 100 MHz에서 투자율이 8680(0.2 mOe)으로 매우 우수한 연자기 특성을 나타내었으며, 특히 1 MHz에서 손실이 1.3 W/cc ( $B_m=0.1$  T)로 저손실 특성을 나타내었다.

#### 참 고 문 헌

- [1] 김현식, 김병걸, 송재성, 오영우, 한국자기학회지, 5, 8(1995)
- [2] H. Fujimori, 日本應用磁氣學會紙, 21(3), 99(1997)
- [3] S. Ohnuma, T. Masumoto, 日本電氣學會マグネテイツクス研究會, MAG-96-158, 1 (1996)
- [4] B. D. Cullity, "Elements of X-ray diffraction" Addison-Wesley Pub. Co. Inc., 99 (1967)
- [5] W. D. Pearson, "A Handbook of Lattice Spacings and Structure of Metals and Alloys" Pergamon, Oxford, 625 (1964)
- [6] 한석희, 박사학위논문, 서울대학교, 4(1993)
- [7] M. Munakata, M. Yamaoka, M. Yagi, H. Shimada, 日本電氣學會マグネテイツクス研究會, MAG- 98-17, 25 (1998)