

고성능 NdFeB 수직 박막자석의 자기적 특성

Magnetic properties of high performance NdFeB perpendicular thin film

김만중^{1,2}, 양재호^{1,2}, 김윤배¹, 김택기²
(M.J. Kim^{1,2}, J.H. Yang^{1,2}, Y.B. Kim¹, T.K. Kim²)

Abstract

Anisotropic [Ta/NdFeB/Ta] thin film was sputtered on heated Si substrate by Nd₁₇Fe₇₄B₉ target. The grain size of the films increased according to the increase of substrate temperature, and the film deposited at 650 °C showed optimum coercivity. $4\pi M_r$, H_c and $(BH)_{max}$ measured perpendicular to the film plane of thin film deposited at 650 °C are 12.3 kG, 9.9 kOe and 37 MGOe, respectively.

Key Words(중요용어) : permanent magnet, Nd-Fe-B, thin film, perpendicular anisotropy, sputtering

1. 서론

우수한 경자기특성을 갖는 Nd₂Fe₁₄B[1, 2]의 발견이후, 대부분의 연구자들은 벌크형 영구자석의 자기특성과 응용에 대한 연구에 집중하였다. 그러나 벌크자석은 강한 취성에 의해 수 μm 두께로 기계가공 하는데 곤란하다. 그러므로 여러 박막제조기술을 이용한 Nd₂Fe₁₄B박막자석의 제작이 필요하였다. 또한 제조된 고에너지 Nd₂Fe₁₄B박막은 micro-motor, MEMS 및 자기기록매체등의 분야에서 응용가능성이 크다. 최근 Cadieu[3] 등에 의해 스퍼터링[3]으로 제조된 Nd₂Fe₁₄B 박막의 자기특성에 관한 연구가 진행된 이후 MBE[4] 및 laser ablation[5]등에 의한 박막자석에 관한 많은 연구가 수행되어졌으며 이를 이용한 milli-size motor[6]개발 및 micro-patterning[7]등에 관한 연구가 진행되고 있다.

가열된 기판위에 스퍼터링으로 직접 결정성장시킨 NdFeB 박막은 스퍼터링조건에 따라 그 미세구조와 자기적특성에 영향을 받으며, DC 스퍼터링법으로 제작된 c-축이 정렬된 Nd₂Fe₁₄B박막에 대한 연구가 최근에 보고되었다.[6,7]

본 연구에서는 Si 기판위에 dc-rf sputtering법을 이용하여 기판온도등을 변화시킨 [Ta/ NdFeB/Ta]박막을 제조한 후 박막의 미세구조와 자기특성을 측정하였다.

2. 실험방법

본 실험에서는 600-750 °C의 온도로 가열된 Si 기판위에 [Ta/NdFeB/Ta]박막을 스퍼터링하였다. 타겟으로 99.9 % Ta 및 Nd₁₇Fe₇₄B₉ 합금(직경 2 in, 두께 2 mm)을 사용하였다. 5 mTorr의 Ar 분위기중에서 DC 스퍼터링으로 자성층인 NdFeB층을 증착하였으며, RF 스퍼터링으로는 보호층인 Ta층(400 nm)을 성막하였다. 이 박막의 자기특성은 펄스자석(LDJ, 3000-6 18 kJ)으로 약 90 kOe의 자장에서 막면의 수직 및 수평방향으로 착자한 후 25 kOe의 최대인 가자장을 갖는 시료진동형 자력계(vibrating sample magnetometer)를 이용하여 측정하였다. 박막의 층두께 및 파단면의 미세구조는 주사전자현미경(scanning electron microscopy)으로 분석하였다. 또

-
1. 한국표준과학연구원 전자기표준부 자기그룹
대전광역시 유성구 도룡동, 305-606
tel: 042-868-5161
E-mail :ybkim@kriss.re.kr, seopo@kriss.re.kr
 2. 충남대학교 금속공학과
대전광역시 유성구 궁동, 306-764
tel: 042-821-5632

한 증착막의 결정구조 및 상분석은 X-선 회절장치 (X-ray diffractometer, Cu K α)를 이용하여 결정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 1은 Si 기판온도를 600~750 °C로 변화시키면서 성막한 [Ta/NdFeB/Ta] 박막의 x-선 회절패턴이다. 모든 온도 범위에서 보호층인 Ta에 의한 주 피크 이외에 Nd₂Fe₁₄B 및 Nd에 의한 작은 피크들이 나타났다. 그림에서 나타나는 것과 같이, 600 °C에서 증착된 박막의 x-선 회절패턴은 Nd₂Fe₁₄B의 (004), (006), (116), (227), (218)면이 상대적으로 큰 회절강도를 보인다. 이는 막면에 수직 방향으로 Nd₂Fe₁₄B의 c-축이 정렬되어 있음을 나타내며, 이와같은 현상은 기판온도가 증가함에 따라 증가하는 경향을 보인다. 이는 초기 핵생성과 핵성장과정에 있던 정렬되지 않은 소량의 Nd₂Fe₁₄B가 기판온도가 증가함에 따라 소멸됨을 의미한다.

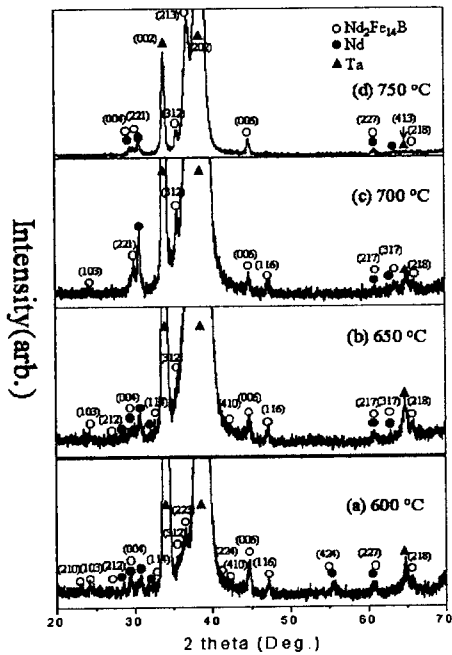


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of [Ta/NdFeB/Ta] film sputtered at various temperature ((a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C).

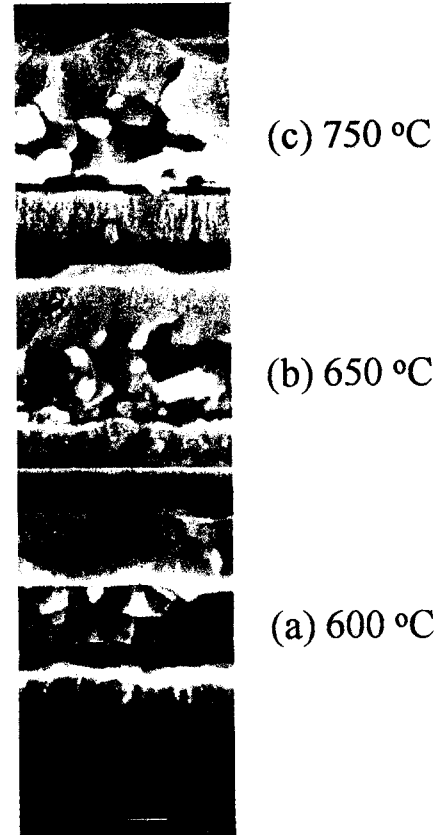


Fig. 2. Cross section of [Ta/NdFeB/Ta] thin film deposited at various temperature ((a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 750 °C).

Fig. 2는 기판온도를 변화시키며 제작한 [Ta/NdFeB/Ta] 박막의 수직단면에 대한 SEM 이미지이다. Fig. 2(a)에서 보는 바와 같이, 600 °C에서 성막된 박막은 평균 20 nm이하의 작은 크기를 갖는 결정립으로 형성되며, 650 °C에서 증착된 박막은 50-200 nm 크기의 결정립으로 구성된다. 한편, 750 °C의 경우에는, 높은 기판온도에 의해 Nd₂Fe₁₄B 결정립이 크게 성장하여 200 nm 이상의 조대한 결정립이 존재하고 이에 따라 보자력이 감소할 것으로 기대된다. 또한 조대한 Nd₂Fe₁₄B 결정립을 갖는 NdFeB 층위에 증착된 Ta층은 Fig. 2(c)와 같이 표면이 거친 평면을 가진 채 성막된다.

Fig. 3은 기판온도를 변화시킨 [Ta/NdFeB/Ta] 박막의 자기이력곡선으로 막면에 수직 및 수평방향으로 측정된 것이다. 가열된 기판위에 성막한 [Ta/NdFeB/Ta] 박막은 우수한 경자기특성을 보였으며 기판온도에 따라 자기특성이 변화하였다. 특히, 막면에 수직인 방향의 자화는 수평방향으로 측정된 자화보다 높은 값을 가진다. 이는 막면에 Nd₂Fe₁₄B의 자화용이축인 c-축이 정렬하였음을 의미하며, 이 결

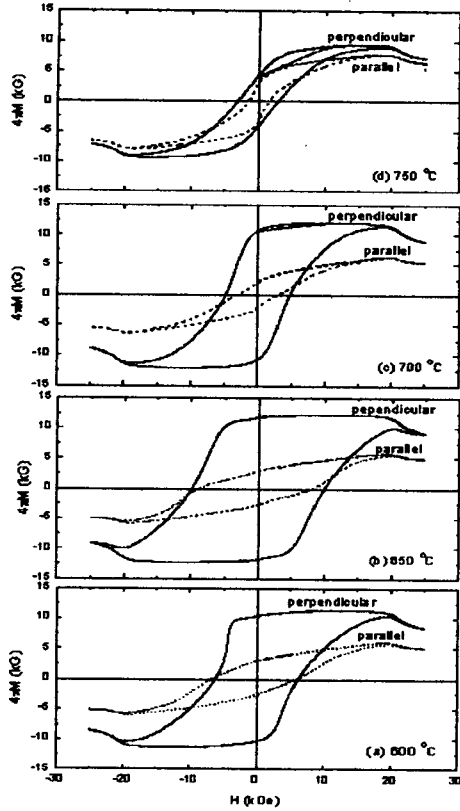


Fig. 3. Hysteresis loop of [Ta/NdFeB/Ta] thin film deposited at various temperature((a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C (d) 750 °C)

과들은 Fig. 1의 결과와 잘 일치한다.

Fig. 4는 [Ta/NdFeB/Ta] 박막의 반자장효과를 보정한 감자곡선이다. 이때 반자장계수는 4π 를 적용하였고, 이에 따라 over shearing된 곡선을 나타내었다. 한편, 기판온도의 증가에 따라 보자력 및 자기 에너지적응의 경자기특성이 증가하여 650 °C에서 최적의 특성을 보인 후 감소하는 경향을 나타내었다.

Fig. 5는 온도에 따른 $4\pi M_r$ (a) 및 $M_r(\parallel)/M_r(\perp)$ (b)의 변화를 나타내었다. 수직으로 측정된 $4\pi M_r$ 은 온도증가에 따라 증가하여 650 °C에서 최대 12.3 kG의 값을 가진 후 감소하였다. $M_r(\parallel)/M_r(\perp)$ 는 정방형 $Nd_2Fe_{14}B$ 의 c-축의 정렬도를 나타내는 것으로서, 온도증가에 따라 700 °C까지 일정한 값을 유지한 후 750 °C에서 0.37로 크게 증가한다. 이는 700 °C까지는 막면에 수직방향으로 c-축이 정렬된 결정립이 성장하지만 기판온도증가에 의해 무질서한 결정배향성을 갖는 조대한 결정이 생성됨을 알 수 있다.

Fig. 6는 온도변화에 의한 수직 및 수평방향으로 측정된 고유보자력(H_c)를 나타낸다. 온도증가에 따라 수평 및 수직 보자력은 증가하여 650 °C에서 각각 9.9 kOe, 8.9 kOe의 최대값을 가진 후 감소한다. 이는 650 °C에서 최적의 보자력을 나타내는 결정립크기로 증착됨을 알 수 있다.

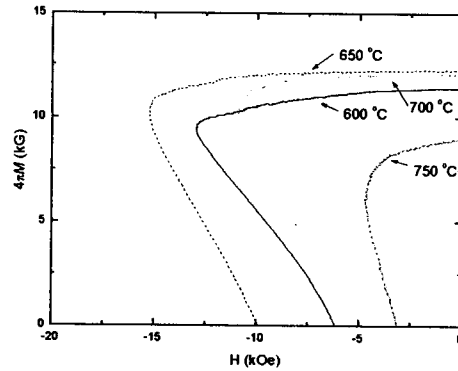


Fig. 4. Demagnetization curves corrected the demagnetization factor of [Ta/NdFeB/Ta] thin film measured perpendicular to the film plane

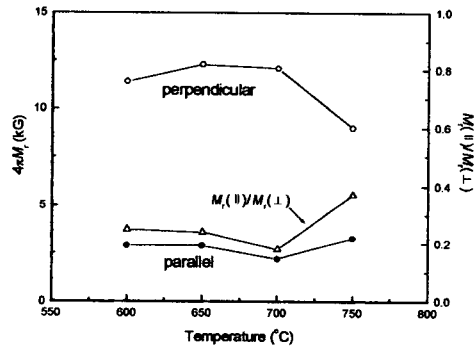


Fig. 5. $4\pi M_r$ and $M_r(\parallel)/M_r(\perp)$ of [Ta/NdFeB/Ta] thin film sputtered at various temperature.

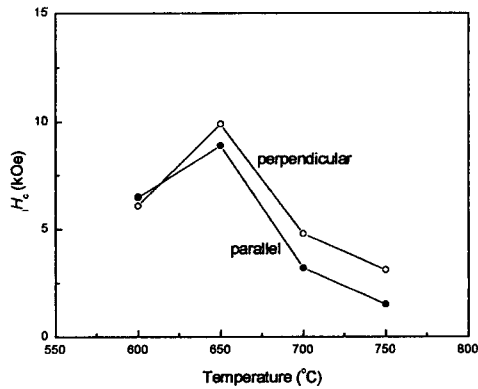


Fig. 6. Effect of substrate temperature on iH_c of [Si/Ta/NdFeB/Ta] thin film

Fig. 7는 온도에 대한 박면에 수직방향으로 측정된 자기이력곡선의 최대 에너지적(BH_{max})의 변화를 나타낸다. 온도가 증가함에 따라 최대 에너지적이 증가하여 650 °C에서 37 MGOe로 최대값을 가진 후 감소한다. 이와 같이 650 °C에서의 최적의 최대 에너지적은 높은 $4\pi M_r$, 보자력 및 각형비에 기인한다.

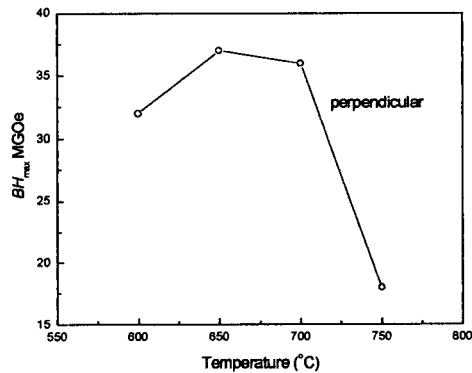


Fig. 7. Effect of substrate temperature on $(BH)_{max}$ of [Si/Ta/NdFeB/Ta] thin film.

4. 결론

$Nd_{17}Fe_{74}B_9$ 합금타겟을 이용하여 가열된 Si 기판위에 스퍼터링으로 막면에 수직자기이방성을 갖는 [Ta/NdFeB/Ta] 박막을 제작하였다. 기판온도의 증가에 의해 결정립의 크기가 증가하며 650 °C에서 최적의 경자기특성을 나타냈다. 650 °C의 기판온도에서 증착된 박막의 수직방향의 $4\pi M_r$, iH_c 및 $(BH)_{max}$ 는 각각 12.3 kG, 9.9 kOe 및 37 MGOe로 우수하였다.

참고 문헌

- [1] M. Sagawa, S. Fujimura, H. Yamaoto, Y. Matsuura and K.Hirag, "permanet magnet materials based on the rare earth-iron-boron tetragonal compounds" IEEE Trans. 20 (5), pp 1584-1589, Semptember 1984.
- [2] J.J. Croat, J.F. Herbst, R.W. Lee and F.E. Pinkerton, "Pr-Fe and Nd-Fe-basd materials: A new class of high-performamance permanent magnets", J. Appl. Phys. 55(6), 15, pp 2078-2082 March 1984.
- [3] F.J. Cadieu, T.D. Cheung, L. Wickramasekara and N. Kamprath, "HIGH iH_c PERPENDICULAR ANISOTROPY Nd-Fe-B SPUTTERED FILMS", IEEE Trans. Magn. 22(5), pp752-754, September 1986.
- [4] D.J. Keavney E. E. Fullerton, J. E. Pearson, and S. D. Bader, "High-coercivity, c-axis oriented Nd2Fe14B fims grown by molecular beam epitaxy", J. Appl. Phys. 81(8), 15, pp4441-4443, April 1997.
- [5] H. Lemke, C. Echer, and G. Thomas, Elecron Microscopy of thin films prepared by Laser Ablation IEEE Trans. Magn. 32 (5) , pp 4404-4406. Semptember 1996.
- [6] S. Yamashita, J. Yamasaki, M. Ikeda and N. Iwabuchi, "Anisotropic Nd-Fe-B thin-film magnets for milli-size motor" J. Appl. Phys. 70 (1991) 662
- [7] H. Lemke, T. Lang, T. Goddenhenrich and C.Heiden, "Micropatterning of thin Nd-fe-B films" J. Magn. Magn. Mater. 148 (1995) 426