

전해조건에 따른 Co-Ni-Fe 연자성 박막 물성 변화
Effects of electroplating condition on material properties
of the Co-Fe-Ni soft magnetic film

김봉진^{a*}, 문만빈^a, 남궁성^a

^a HYUNDAI HYSCO

1. 서론

지금까지 Co-Ni-Fe계 연자성 도금액으로는 황산염(sulfate)욕이나 염화물(chloride)욕이 주로 사용되어 왔다. 최근에는 니켈 전주도금(electro forming)용으로 설퍼민산 니켈(nickel sulfamate)욕이 개발되어 사용되고 있는데, 설퍼민산 니켈은 황산 니켈욕이나 염화 니켈욕에 비해 낮은 내부응력을 가지면서 높은 전착속도를 가지기 때문이다. 이러한 특성 때문에 높은 중형축 비를 가지는 미세 전자기 제품의 제조 공정에서는 설퍼민산 니켈을 많이 사용한다.¹⁾ 그러나 미세 전자기 제품 구동부에 들어가는 연자성 Co-Ni-Fe계 제조 시 니켈 공급원으로 설퍼민산 니켈을 이용한 연구는 거의 없다. 높은 중형축비와 복잡한 형상을 가진 미세 전자기 제품용 연자성 재료는 자성 특성뿐만 아니라, 형성능 또한 중요한 요구사항이 될 것이다. 이에 본 논문에서는 설퍼민산 니켈을 사용하여 반도체 공정 및 합금 도금등에서 많이 사용되고 있는 펄스도금법을 통해 Co-Ni-Fe 연자성 재료의 물성변화, 특히 자성변화에 대해 알아보려고 한다.

2. 본론

본 실험에 사용된 도금액의 조성은 지금까지 발표된 Co-Ni-Fe계 합금도금액 중 도금층의 자기적 성질이 가장 우수하게 나타난 조성²⁾에서 니켈 금속염을 전주도금용으로 개발된 설퍼민산 니켈로 대체하여 설정하였다. 이 도금액 조성의 가장 큰 특징은 도금액에 광택제로 많이 들어가는 사카린(saccharin)을 첨가하지 않는다는 것이다. 도금액을 구성할 때 첨가제의 수를 줄이면서 도금층의 특성을 제어하는 것이 바람직하다. 그러나 도금층의 응력 완화를 위해 사카린(saccharin)과 같은 광택제(brightener)를 비롯하여 음극표면에서의 과전압을 증가시켜 전류밀도분포를 균일하게 하고 도금액의 표면장력을 낮춰주는 습윤제(wetting agent)가 없이는 거의 실용성이 없는 조악한 도금표면이 얻어진다. 그러나 사카린과 같이 황(S) 이 포함된 첨가제는 도금층에 미량의 황이 석출하게 하는 공급원이 된다. 연자성 재료의 자기 성질은 조성과 결정구조에 큰 영향을 받는데 C, P, S, O 및 N 등은 미량이라도 불순물로 들어가면 결정 격자의 규칙성을 저하 시켜 자기 특성을 저하시킨다. 설퍼민산 이온은 욕 온도가 높고(> 80°C), pH가 낮을 때 분해해서 암모늄 이온과 황산이온으로 변하기 때문에, 이온교환수를 미리 70°C이하로 유지 및 교반시켜 도금액을 제조하였다. 이 때 주의가 필요한데, 황산철을 용해하기 전에 미리 봉산을 넣어 pH를 낮춘 후 적정량의 L-ascorbic acid(환원제)를 첨가하지 않으면 2가철이온이 3가 철이온(ferric ion)으

로 도금액 제조 중에 산화되어 그 양만큼 2가 철이온의 농도는 감소된다. 제조된 도금액은 7시간 이상 교반 후 사용하였다.

3. 결과

Co-Ni-Fe계 연자성 합금도금층의 자기적 성질(포화자화량, 보자력)이 직류와 펄스 전류인가 시 어떻게 달라지는지 duty cycle과 전류밀도를 변수로 하여 조사하여 보았고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 직류도금과 펄스도금 모두 전류밀도가 증가함에 따라 침상 형태로 석출되면서 표면 조직이 미세화 됨을 확인할 수 있었고, 동일한 전류밀도(ip)일 때는 펄스 인가시 결정립이 더 미세해짐을 확인할 수 있었다. 이는 펄스 휴지기간 동안 석출면에서 새로운 핵생성 사이트가 증가되어 결정립이 미세화 되었기 때문이라 생각된다.
2. 전류밀도에 따른 각 금속성분의 석출량 관계를 보면, 직류도금, 펄스도금 모두 비한 금속이 귀한 금속보다 더 많이 석출되는 이상석출현상이 나타났고, 펄스전류 인가 시에는 한계전류밀도가 증가되어 오히려 비한 Fe의 석출비가 직류도금에 비해 더 증가 되었다.
3. 포화자화량(M_s)은 도금층의 성분비로 결정되는 것을 확인할 수 있었으며 Fe의 함량이 더 많은 펄스 전류인가 시 직류도금에서 보다 더 높은 포화자화값이 나타났다.
4. 보자력(H_c)은 도금층의 결정립 미세화를 통해 감소시킬 수 있었으나 그 폭은 그리 크지 않았다. 전류밀도가 실용 도금이 가능한 전류밀도까지 증가할수록 보자력이 증가되었으며, 이는 수소발생 등에 의해 도금층이 분말상이나 수지상으로 얻어졌기 때문이라 생각된다.

참고문헌

1. K. Ansar, P.G. Shao, J.A. van Kan, A. Bettiol, F. Watt, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B, Vol. 231 (2005) 407
2. Tetsuya Osaka, Nature, Vol. 392 (1998) 796