≪연구논문≫ Journal of the Korean Magnetics Society, Volume 18, Number 1, February 2008

저자기 모멘트용 표준시료 제작 및 성능평가

박일우* · **홍영식**
서울교육대학교 과학교육과, 서울 서초구 서초동 1650, 137-742

김영미
한국생산기술연구원 광주연구센터 나노전자소자팀, 광주 북구 오룡동, 500-480

윤혜온 · **이경재**
한국기초과학지원연구원 서울센터, 서울 성북구 안암동, 136-701

조성학
한국기계연구원 나노기계연구본부 나노공정그룹, 대전 유성구 장동 171, 305-343

(2008년 1월 10일 받음, 2008년 2월 20일 최종수정본 받음)

최근 발전하는 초박막 자기 시료의 정확한 자기 모멘트 측정을 위하여 저자기 모멘트 표준 시료를 제작하였다. 정밀한 저자기 모멘트 표준시료를 제작하기 위해서 자력계를 미리 자기잡음으로부터 차폐시켰고, 시료준비과정에서 강자성 불순물을 고려한 시료의 순도, 절단 방법, 시료의 모양과 두께 등을 고려하였다. 본 연구에서는 SQUID 자력계를 이용한 자기 모멘트 측정에 적합하게 4 mm×6 mm 면적을 갖는 Al, Ti과 W로 된 판상형 시료 3 개를 준비하였다. Pd 금속의 경우는 이미 잘 보정된 실린더형 시료를 사용하였다. 준비된 세 개의 판상형 시료의 경우 50,000 Oe 이내의 자기장영역에서 자기이력현상이 관측되지 않았고 모두 양호한 선형성을 보였다. 290 K에서 310 K까지의 온도영역에서 Ti, Al, W의 자기모멘트 값의 변화는 각각 0.7 %, 1.5 %, 0.1 % 이내로 작았다. 본 연구에서 준비된 각각의 시편에 대해 자기모멘트 값을 결정하였으며, round robin test를 통하여 측정값의 신뢰도를 확인하였다. 그 결과 본 연구에서 제작한 표준시료는 저자기 모멘트 측정에 편리하고 적합하게 활용될 수 있음을 알 수 있었다.

주제어 : 표준시료, 저자기 모멘트, SQUID, round robin test

I. 서 론

자기 기억 현상을 이용하는 하드디스크, 자기메모리(MRAM)와 자기테이프 및 자기센서 등의 자기 소자는 주로 박막 형태로, ferrite 등은 벌크 형태로 현대 산업에서 폭 넓게 응용되고 있다. 이 중 특히 자기 박막은 나노 박막기술의 발전에 따라 불과 2, 3 nm 정도 또는 그 이하로 초박막화 되고 있다. 최근에는 200 Gb/in^2 이상의 초고밀도 저장매체가 개발되면서 거의 초상자성 한계에 까지 발전하였고, 향 후 1 Tb/in^2 정도의 저장매체를 개발할 계획에 있다[1-3]. 이러한 초박막화 기술의 발전에 따라 기억매체의 자기모멘트의 크기는 기존의 VSM(시료진동형 자력계, vibrating sample magnetometer) 과 같은 자력계로는 측정감도를 벗어나서 정밀하게 측정하기가 곤란하다. 최근에는 초전도양자간섭계(SQUID, Superconducting quantum interference device)를 이용하여 약 1×10^{-7} emu 미만의 오차 이내에서 자기모멘트를 측정하는 경우가 많다. 그리고 이런 초박막화 경향은 일반적인 기억매체용 자기 소자뿐만 아니라 자성반도체 및 각종 자기센서의 경우에도 유사하며 그 때의 측정되는 자기모멘트 값은 보통의 경우 1×10^{-4} emu 정도 또는 그 이하로 매우 작다. 또한, 현재까지는 기술의 발전에 힘입어 자성재료의 한계에 부딪히지는 않았는데 자기 박막의 균일도는 핵심기술로 자리 잡을 것이며, 수율(yield) 향상과 함께 재료 및 특성의 표준화 기술도 매우 중요하게 되어, 미국의 경우에는 NIST를 중심으로 수 년 전부터 꾸준히 자기 표준시료를 개발하고 있다[4, 5].

현재 일반적으로 사용하고 있는 표준시료는 Ni, Pd과 Gd_2O_3 등이 있다. 그러나 이 들 표준시료의 경우에는 자기모멘트 값이 약 10^{-2} emu 이상으로 bulk 영구자석용 측정 장비용으로는 사용할 수 있으나, 초박막 자기소자와 같은 낮은 자기모멘트를 갖는 시료에는 적용시키기가 곤란하다.

그러므로 본 연구에서는 10^{-6}에서 10^{-4} emu 범위에서 저자기 모멘트 측정에 기준으로 사용될 수 있는 저자기 모멘트 표준시료를 제작하여, 특히 자기 박막시료의 정밀한 자기모멘

*Tel: (02) 3475-2454, E-mail: iwpark@snue.ac.kr

트 측정에 활용하고, 동시에 SQUID 자력계의 교정에도 활용하고자 한다.

II. 실험 방법

1. 자력계의 자기차폐

양질의 측정결과를 얻기 위해서는 사용하는 자력계의 감도가 우선되어야 한다. 자력계의 감도향상을 위하여 외부로부터 들어오는 자기잡음 차폐와 진동의 방지를 고려해야 한다. 이 중 역학적 진동은 간단한 방진장치의 추가로 비교적 쉽게 해결할 수 있으나, 자기잡음은 SQUID 센서의 외벽을 높은 자기투자율을 갖는 재료로 차폐를 시켜주어야 한다[6].

이를 위하여 본 연구에 사용된 두 대의 SQUID 자력계 중 하나는 자력계의 외부전체를 전자기파의 차단을 위해 구리금속판으로 1회 감쌌고 외부 자기 잡음 차폐를 위하여 permalloy 금속으로 4회 감쌌으며, 구리판과 permalloy 금속 모두 모서리는 매 번 서로 이중으로 겹치게 하여 모서리를 통한 자기 잡음이 SQUID 자력계 안으로 침투하는 것을 방지하였다. 이 때 외부 자기잡음은 건물 외부에서는 주로 지하철과 차량에서, 건물 내부에서는 엘리베이터, 공기냉방기의 실외기, 진공펌프 등에서 발생된다.

Fig. 1은 자기차폐된 normal transport-type SQUID 자력계로 1.387×10^{-6}emu 의 크기를 갖는 박막시편에 대해 얻은 신호를 자체 제작한 소프트웨어[7]를 사용하여 신호대 잡음(S/N) 비를 분석한 결과이다. Fig. 1(A)는 한 조건에서 4 번 측정한 결과가 1.3865×10^{-6}emu의 크기를 갖고 이 때 측정한 표준편차가 5.1136×10^{-9}emu라는 것을 보여주는 한 예이다. Fig. 1(B)는 Fig. 1(A)의 윈도우에 있는 신호 중 한 개

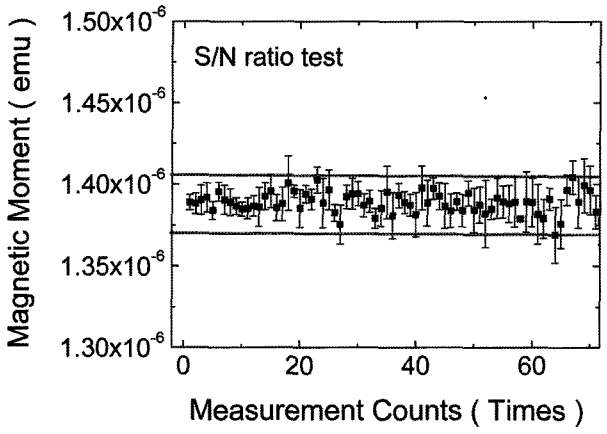
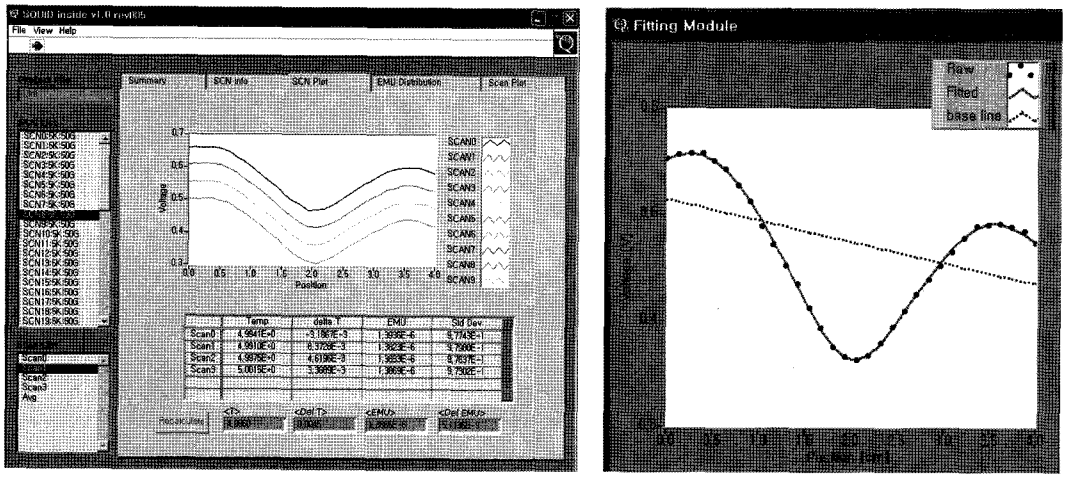


Fig. 2. Magnetic moments are measured iteratively according to the time to check the reproducibility. The vertical lines are the standard deviations of the measured data points.

를 선택해 확대한 것으로 이차 미분형으로 얻은 SQUID 신호이다. 이 시료를 같은 SQUID 자력계를 사용하여 Fig. 2에서와 같이 1분 간격으로 1시간 이상 반복하여 측정한 모든 측정값이 측정값의 약 1 % 이내인 1.8×10^{-8}emu의 측정오차 범위 이내로 양호하게 측정되었다. 이 결과는 측정값의 신뢰도가 10^{-6}emu 범위에서 약 1 % 이내의 측정오차로 매우 높다는 것을 의미한다. 이 정도의 절대 측정오차는 SQUID 자력계의 제작사인 Quantum Design(QD) 사가 일반적으로 자기 차폐된 환경에서 보증하는 1×10^{-8}emu 정도의 오차 이내에서 측정되는 매우 양호한 결과이다.

또 하나의 SQUID 자력계는 듀어 외벽을 3중으로 차폐하고 RSO(Reciprocating Sample Option) 방식으로 측정하는 것이었고, 헬륨 회수기가 장착되었다. 또한 RSO 방식의 장비



(A) (B)

Fig. 1. (A) All data are measured 4 times and analyzed to calculate signal to noise ratio. (B) A typical fitted second derivative SQUID raw data. The black dots are measure points and the line is the fitted curve.

는 stepper motor를 사용하는 기존의 방식과는 다르게 servo motor를 사용하여 빠른 시간에 측정이 가능하고 잡음이 제거됨으로써 약 5×10^{-9} emu의 감도로 측정할 수 있어서 더 정확하게 측정할 수 있다.

그러므로 표준시료와 같이 정밀측정이 필요한 경우에는 앞에서 사용한 두 대의 SQUID 자력계 모두 사용될 수 있으나 3중 자기차폐 벽과 RSO 측정 mode를 갖고 있는 SQUID 자력계가 헬륨 회수기가 있어 비용 면에서 더 유리하여 본 연구에서는 주로 RSO SQUID 자력계를 사용하였다.

2. 시료의 준비

2.1. 재질의 자성

넓은 자기장 범위에서 표준시료로 사용될 물질은 강자성이 없는 것이 유리하다. 만약 강자성이 있는 경우에는 자기모멘트의 포화(saturation)되는 정도에 따라 사용 자기장의 범위가 일반적으로 좁아지게 된다. 즉, 외부 자기장의 크기가 크면 포화 자기장 이상에서는 자기모멘트가 포화되어 포화 자기장보다 작은 자기장 영역에서만 사용가능하다. 그리고 측정값이 자기장의 사전경험유무에 따라 달라질 수가 있으며, 측정 시 이전의 고자기장의 경험여부에 따라 다른 값을 얻을 수 있으므로 많은 주의를 요구한다. 그러나 완전 상자성체의 경우에는 자기장의 경험여부가 다음 측정에 전혀 영향을 미치지 않고, 화학적으로 안정하고 오염이 되지 않는 물질이라면 그대로 반영구적으로 사용가능하므로 많은 장점을 포함하게 된다. 또한, 금속의 포화자기장이 보통의 실험에서 사용하는 50,000 Oe 미만의 자기장보다 크므로 가해준 자기장을 증가시킴에 따라 시료의 자기모멘트가 선형적으로 증가하게 되므로, 모든 자기장 영역에서 표준시료의 자기모멘트 값을 알 수 있는 장점이 있다[8]. SQUID 자력계를 생산하는 미국 Quantum Design 사도 이런 종류의 표준시료로 Palladium(Pd) 금속을 사용하고 있으나, 자기모멘트 값이 4,000 Oe에서 5.20×10^{-3} emu 정도로 커서 저자기 모멘트용으로는 과히 적합하지 않다.

2.2. 시료의 모양과 재질

표준시료 제작 시 측정과정에서 발생할 수 있는 오차를 줄여주기 위해 시료의 모양에서 오는 부가적 효과를 없애주기 위해 가능한 높은 대칭성을 가져야 한다. 구형이 되면 가장 좋은 대칭모양이 되나 시료를 장착하기가 어렵고, 실린더 모양이 되면 x-y 방향으로는 원모양이라 좋기는 하나 역시 장착하기가 어렵다. 그러므로 구모양이나 실린더 모양이 측정면에서는 유리하기는 하나 시료를 간단히 준비할 수 있다는 측면에서는 판상형 시료모양이 유리하다. 정사각형 모양이 되면 xy 면상에서 대칭성은 좋으나 장착할 수 있는 SQUID 자력계의 시료 측정 공간의 폭이 최대 약 6 mm 정도이고, 보통의 SQUID 자력계의 pick-up 코일의 거리가 3 cm임을 고려하면 오히려 6 mm×6 mm의 크기보다는 pick-up 코일의 축을 따라 약간 더 짧게 6 mm×4 mm로 직사각형으로 만드는 것이 측정오차도 줄일 수 있을 뿐만 아니라 SQUID 이외의 다른 자력계에도 사용될 수 있고, 대칭성 자체도 그리 나쁘지 않으므로 이 정도의 직사각형이 가장 좋은 후보가 된다. 미국 NIST에서는 제작한 자기 표준 시료는 구형, 실린더 모양 원형 디스크 모양으로 제작하였으나 모두 그 크기는 5 mm를 넘지 않는다[4, 5].

2.3. 시료의 순도

본 연구에서 사용된 재질의 순도는 최소한 99.9 % 이상의 고순도 재질만을 사용하였고, 특히 강자성 특성을 보이는 전이금속의 양이 가장 적은 것을 택하였다. 강자성 불순물이 많으면 낮은 자기장 영역에서 측정값이 많이 영향을 받고, 포화가 되는 고자기장에서는 상대적으로 덜 영향을 받는다. 그러므로 낮은 자기장에서 사용할 가능성을 고려하여 강자성 불순물의 양이 가능한 적은 고순도의 재질이 선호된다.

2.4. 시료의 기타 조건

상온근처에서 자기모멘트 값의 변화가 가급적 적어야 온도조절장치가 없거나 온도조절을 하지 않는 자력계의 교정용 표준시료로 사용되는데 문제가 없다. 또한 재현성에서 큰 문제없이 준비가 가능한 물질이어야 하고, 방향에 따른 자기모멘트의 이방성이 있으므로 방향성을 갖는 결정질 시료보다 다결정 금속이 유리하다.

그 외에 상온에서 화학적, 기계적으로 안정한 재질을 사용하여야 하며, 비교적 쉽게 구할 수 있는 고순도의 재질이어야 하고, 상온에서 사용이 용이해야 한다.

2.5. 시료의 가공

각 시편을 기계적으로 잘라 사용하였을 때 기계적으로 가하는 힘에 의해 모서리 부분에서 자성을 갖는 것은 이미 잘 알려져 있다. Fig. 3은 99.999 %의 순도를 갖는 두께 0.5 mm의 Al 시편을 기계적인 방법으로 6 mm×4 mm 크기로

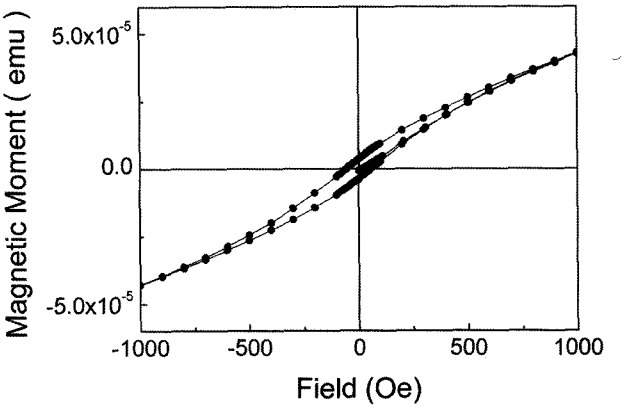


Fig. 3. Hysteresis is observed clearly in the low magnetic field region.

절단하고, 절취한 시편의 모서리 부분과 표면을 연마하고 세척하여 기계적 응력을 직접 받은 부분을 제거한 Al 시료의 측정결과이다. Fig. 3에서 볼 수 있듯이 기계적으로 절단하여 준비하면 Al 과 같이 연성이 좋은 시료는 절단 시 어느 정도의 응력을 받아 시편의 자기적 상태가 바뀐 것을 알 수 있다. 그러므로 자기모멘트용 시료를 절취할 때는 레이저와 같이 기계적인 힘을 가하지 않은 상태에서 가공할 수 있는 방법을 사용하여야 한다. 본 연구에서는 가공용 펨토초 레이저로 각 시료의 주어진 두께에 4 mm×6 mm 크기로 절단하여 시료를 절취하고, 절취한 시편의 모서리 부분과 표면은 연마하고 세척하여 최종 준비하였다.

2.6. 시료의 두께 선택

앞에서 고려한 사항을 참고하여 쉽게 구입이 가능한 다결정질의 최하 99.9 %의 고순도 금속 중 상온에서 상자성을 갖는 물질의 후보로는 Al, W, Ti, Pd 등이 있다[8].

시료의 면적은 시료를 장착하는데 가장 유리한 4 mm×6 mm로 고정시켰으므로, 두께에 따라 부피가 결정된다. 상업적으로 구입 가능한 이들 원소의 판상형 시료의 두께는 0.05, 0.127, 0.25, 0.5, 1, 2 mm 등이 가능하다. 그러나 0.127 mm 이하의 얇은 금속은 대부분 물질자체가 상자성체라 하더

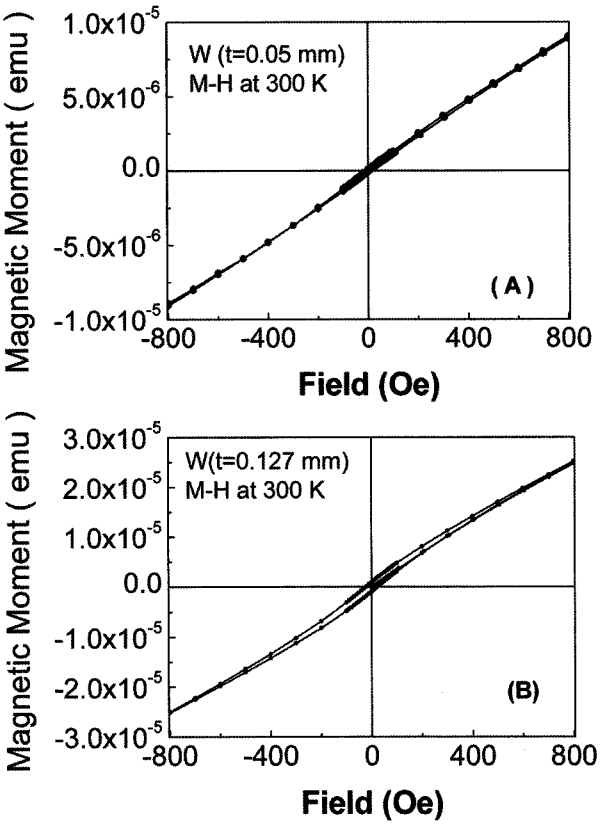


Fig. 4. M-H loops for the W samples with the thickness of 0.05 mm (A) and 0.127 mm (B).

Table I. Finally prepared samples.

Element	Mass (mg)	Thickness (mm)	Concentration of ferromagnetic impurities (ppm)
Al	32.0	0.5	all < 1
Ti	26.2	0.25	Fe < 8
W	230.5	0.5	all < 1
Pd	252.0	-	all < 30

라도 판상형 시료제작과정인 압연과정에서 상당한 정도의 응력을 받게 되어 절단을 포함한 시료준비과정을 철저히 하여도 벌크시료 내부에 남아있는 응력 때문에 Fig. 3과 유사한 강자성이 관측되어 배제하였다. Fig. 4는 두께가 각각 0.05와 0.127 mm인 W 금속을 레이저로 절단하고 모서리를 제거하고 세척하여 준비과정에 대한 영향을 제거하고 측정한 결과이다. Fig. 4에서 볼 수 있듯이 두께가 0.127 mm 이하의 얇은 시편에서는 시편의 준비과정에 무관하게 판상형 시료를 만드는 압연과정에서 생긴 것으로 보이는 응력에 의한 강자성 특성이 관측되었다.

그리고 시료를 레이저로 절취하는 경우에는 금속시료의 두께가 두꺼우면 시료를 레이저로 정밀하게 가공하기도 힘들고, 시료를 장착하는 공간이 협소한 SQUID 자력계에 사용하기 어려운 문제점이 있으므로 1 mm 이상 두께의 시료는 최종 시편준비과정에서 배제하였다.

그러므로 본 연구에서는 본 연구에 가장 적합한 0.25 mm와 0.5 mm의 두께를 갖는 금속시편만을 선택하였다. 이 중 Pd 금속의 경우에는 온도에 따른 자기모멘트 값도 다른 금속에 비해 크고 이미 QD가 판매하고 있는 실린더형 모양의 표준시료가 있으므로 따로 제작하지는 않았고, QD에서 구입이 가능한 실린더 모양의 표준시료를 사용하였다. 본 연구에서 최종 준비한 시료는 Table I과 같다.

3. 측정 과정

3.1. 측정용 시료 장착

각 측정을 위해서 시료는 빨대에 장착하기 전에 부드러운 천으로 아세톤과 알콜로 살짝 닦고, 시료를 조심하여 빨대가 긁히지 않게 빨대의 중간에 위치시켜야 한다. 이 때, SQUID 자력계의 경우 일반적으로 사용되는 빨대의 중간에 위치시키는 이유는 모서리 효과를 최소화하기 위해서이다. 시료가 빨대에서 떨어지는 경우를 대비하여 양 쪽의 끝에 테프론 등을 사용할 때에도 최소량만 사용하거나 자기모멘트의 크기가 작은 폴리카보네이트로 된 마개를 사용하여야 한다. 그리고 시료를 장착할 때 빨대에 의해 흠이 나서 z-축에 따라 자기모멘트의 변형 등이 발생하면 측정 오차의 원인이 되므로 조심하여야 한다.

3.2. 측정온도와 자기장 변화

본 연구에서 M-H 곡선은 실제 실험실의 온도에 가깝고 일

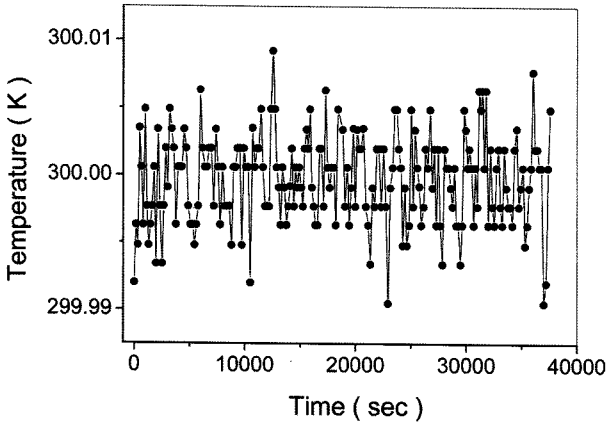


Fig. 5. Temperature deviations for a typical measurement. Temperature is kept within 0.01 K during the measurement.

반적으로 많이 측정하는 300 K에서 측정하였다. 그리고 실험실 내 계절에 따른 약간의 온도의 변화가 있으므로 상온 근처에서 온도에 따른 변화를 알아보기 위해 상온근처의 온도인 290 K에서 310 K까지 0.5 K 간격으로 자기모멘트의 변화를 측정하였다.

시료를 장착하기 전에 자기장을 0 Oe로 하고, 0 Oe에서 50,000 Oe까지 증가시키고, 다시 −50,000 Oe 까지 감소시킨 후 다시 −50,000 Oe에서 50,000 Oe까지 증가시키면서 측정하여 측정을 완료하고, 자기장의 크기를 0 Oe로 하고 실험을 완료하였다. 자기장 변화 간격은 0에서 100 Oe 사이는 10 Oe 간격으로, 100에서 1,000 Oe 사이는 100 Oe 간격으로, 1,000에서 10,000 Oe 사이는 1,000 Oe 간격으로 그리고 10,000에서 50,000 Oe 사이는 5,000 Oe 간격으로 측정하였다. 모든 측정에 대하여 자기장을 변화시킨 후에는 자기장이 안정될 때까지 30초를 기다린 후 각 자기장 값에서 측정하였다. 한 번의 M-H 곡선 측정에 사용된 평균시간은 약 11시간이다. Fig. 5는 어느 한 측정 예에 대하여 측정동안의 온도의 변화를 그린 것이다. Fig. 5에서 알 수 있는 바와 같이 본 연구에서 300 K에서 측정한 M-H 곡선에서 ±0.01 K 이내에서 일정하게 온도조절이 되어 M-H 곡선의 경우 온도변화에 의한 측정오차는 없었다.

III. 실험 결과 및 논의

앞에서 논의한대로 Pd, Al, Ti, W으로 된 네 개의 표준 금속시료를 각 시료별로 300 K에서 M-H 곡선을 +50,000 Oe에서 −50,000 Oe까지 측정하였다. 그리고 290 K에서 310 K까지 상온 근처의 온도변화에 따른 자기모멘트 값을 측정하여 상온에서 사용하기 적합한 것을 찾아보았다. 그리고 시료의 일부를 QD 사와 국내의 다른 연구기관에 있는 SQUID 자력계로 측정된 측정값과 비교하였다.

1. 시료별 M-H 측정결과 및 논의

1.1. Pd 금속

자기모멘트용 표준시료로 많이 사용되는 금속의 하나가 Pd이다. Pd 금속은 상자성으로 자기모멘트가 강자성을 보이는 금속을 제외하고는 자기감수율이 다른 금속에 비해 상대적으로 큰 편이라 고자기모멘트용 표준시편으로 적합하다[8]. Fig. 6은 QD에서 구입한 실린더형 시편에 대해 300 K에서 측정한 M-H 곡선이다. Fig. 6에서 볼 수 있듯이 모든 자기장 영역에서 선형성이 매우 좋으나 자기모멘트가 커서 저자기모멘트용 표준시료로는 적합하지 않다.

1.2. Ti 금속

Ti의 경우에는 고순도의 물질을 구하기가 쉬운데다 W과 함께 상자성을 보이는 좋은 후보물질이다. Fig. 7은 4 mm×6 mm로 자른 두께 0.25 mm의 Ti 판상형 시료의 300 K에서의 M-H 곡선이다. Fig. 7에서 보는 바와 같이 선형성이 매우 양호하다. Ti 시료는 다른 연구실에서 SQUID round robin

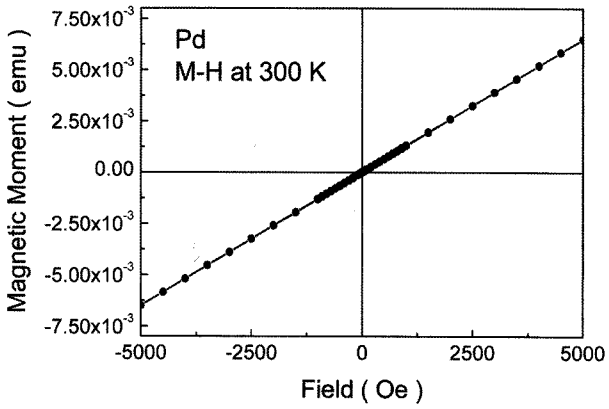


Fig. 6. M-H loop for a cylinder-shape Pd sample.

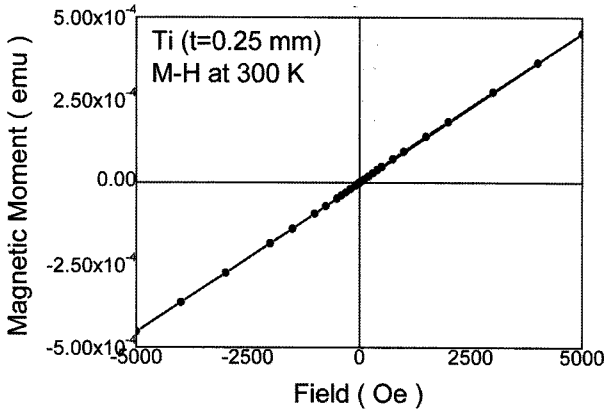


Fig. 7. M-H loop for the Ti sample.

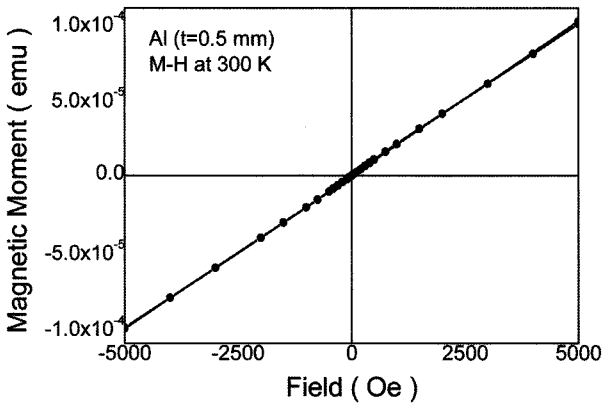


Fig. 8. M-H loop for the Al sample.

test(RRT) 용으로 다시 측정되었으며 뒤에서 다시 설명하겠다.

1.3. Al 금속

시료의 두께가 0.5 mm인 것을 사용하였고 Al의 경우에는 고순도의 물질을 구하기가 쉬운데다 가공성이 뛰어나고 자기감수율이 작아 저자기모멘트용 물질로 적합한 후보 물질이다. Fig. 8은 펨토초 레이저로 4 mm×6 mm 크기로 자른 두께 0.5 mm의 Al 판상형 시료의 300 K에서의 M-H 곡선이다. Fig. 8에서 보는 바와 같이 선형성이 매우 양호하며, 기계적 가공을 할 때 발생한 Fig. 3과 같은 응력에 의한 강자성이 발현되지 않았다. 자기 모멘트의 값도 매우 작아서 100 Oe일 때, 1.90×10^{-6} emu 로 측정되었으며 측정오차는 1 % 미만이었다.

1.4. W 금속

W의 경우에는 순도가 99.9 %로 순도가 다른 물질에 비해 상대적으로 떨어졌으나, 그 안에 모든 철족 강자성 불순물의 농도는 1 ppm 미만으로 매우 적었다. Fig. 9는 4 mm×6 mm로 자른 두께 0.5 mm의 W 판상형 시료의 300 K에서의 M-H 곡선이다. Fig. 9에서 보는 바와 같이 M-H 곡선의 선

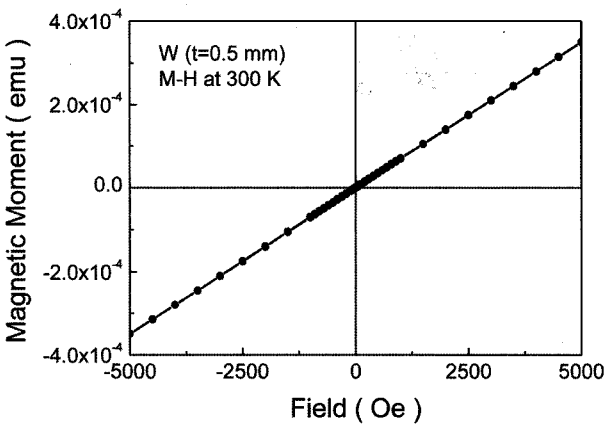


Fig. 9. M-H loop for the W sample.

Table II. Precisely determined magnetic moments of the prepared samples at 300 K.

Element	mass (mg)	Magnetic field (Oe)	Magnetic moment (emu)
Al	32.0	100	1.90×10^{-6}
Ti	26.2	5,000	4.45×10^{-4}
W	230.5	5,000	3.51×10^{-4}

형성이 매우 양호하다.

위의 네 가지 금속시편에 대해 가해진 자기장 값에서 결정된 자기모멘트 값을 Table II에 정리하였다. W 시료는 Ti과 함께 RRT용으로 다른 연구기관에서 다시 측정하여 본 연구에서 측정한 측정값과 비교하였다.

2. 온도에 따른 측정결과

상온근처에서의 각 시편의 온도에 따른 거동을 보기 위하여 위의 네 시료 모두에 대하여 290 K에서 310 K까지 0.5 K 간격으로 자기모멘트를 측정하였다. 이 때 가해준 자기장은 5,000 Oe로 고정시켜 알아보았다. Fig. 10에서 보는 바와 같이 300 K를 기준으로 ±10 K 에서의 변화량은 Ti의 경우는 ±0.4 %이고, Al은 ±0.8 %이며, 특히 W은 ±0.1 % 이내로 상온근방에서 거의 일정함을 알 수 있다. 게다가 실제 실험실의 실내온도편차는 이보다 훨씬 더 적은 것을 고려하면 실제 상온근처에서 측정 중에 수 K 정도의 온도가 변한다 하더라도 Ti과 W의 경우에는 측정오차 이내에서 거의 일정하여 시료공간의 실온에서 온도에 크게 관계없이 사용될 수 있다. 반면, Pd은 ±2.0 %로 온도에 따른 변화 폭이 커서 정밀한 결과를 얻기 위해서는 반드시 측정온도를 명시해야 한다.

3. 타연구기관에서의 측정결과

본 연구에서 제작된 표준시료를 대상으로 측정결과의 신뢰도 및 활용성을 알아보기 위해 국내 및 국외의 다른 연구기관에서 자기모멘트 측정용 round robin test(RRT) 를 겸하여 동일한 측정을 하였다.

이를 위하여 미국 Quantum Design(QD) 본사를 방문하여 Application Division에 설치된 SQUID 자력계 2대와 PPMS에 장착된 VSM, 그리고 국내 다른 연구기관의 SQUID 자력계 장비를 사용하여 앞에서 제작한 표준시료 중 W과 Ti에 대해 동일한 측정을 하였다.

3.1. W 시료

5,000 Oe의 외부자기장을 가하였을 때 본 연구팀에서 측정한 자기모멘트는 3.51×10^{-4} emu이었고, Quantum Design 사의 경우에는 3.52×10^{-4} emu이었다. W의 경우는 강자성 불순물의 효과가 측정값의 0.2 % 이내이었고, 두 기관 모두 측정

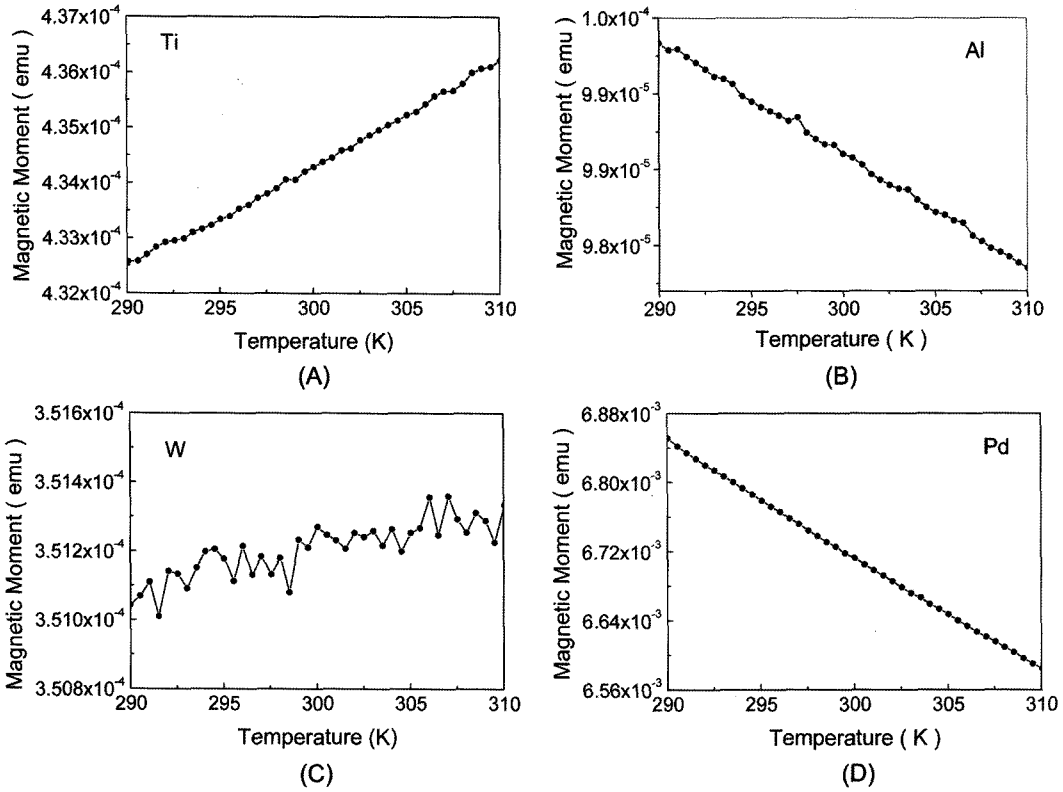


Fig. 10. Temperature dependence of the magnetic moments for the Ti(A), Al(B), W(C) and Pd(D) samples from 290 to 310 K.

Table III. Magnetic moment values for the W sample at 300 K measured by 4 different instruments. The applied magnetic field is 5,000 Oe.

Research institute	Instrument	Measured value ($\times 10^{-4}$ emu)
Our Team	SQUID	3.51
Quantum Design	SQUID	3.52
Quantum Design	VSM	3.48
A Korean research lab	SQUID	3.56

오차는 0.03 % 이하였으며 두 기관간 측정값 간의 오차도 0.3 % 미만이었다. 두 기관간 측정값의 가장 큰 오차의 원인은 시료장착 차이에 따른 edge 효과로 여겨진다[9].

또한 이 동일한 W 시편으로 미국 Quantum Design 사의 PPMS에 설치된 VSM으로 측정한 결과는 3.48×10^{-4} emu로, 본 연구팀의 측정결과와 0.8 %의 오차를 보이는 양호한 결과를 얻었다. 그리고 국내의 다른 연구기관에서 SQUID 자력계로 동일한 조건에서 측정하였을 때 측정값은 3.56×10^{-4} emu로 QD의 SQUID 자력계로 측정한 결과와 비교하여 1.1 %, 본 연구팀과 비교하여 1.4 %의 차이를 보였다. 각 기관에서 다른 장비로 측정한 측정값을 Table III에 요약하였다.

그러므로 0.5 mm 두께의 W 판상형 시료는 약 10^{-4} emu 영역에서 매우 양호한 측정결과를 얻었으며, 본 연구과제에서 의도하는 저자기모멘트 표준시료로 사용하기에 매우 적합하다고 할 수 있다.

3.2. Ti 시료

Ti의 경우는 5,000 Oe의 외부자기장을 가하였을 때 본 연구팀에서는 4.45×10^{-4} emu이었고, QD에서 측정한 결과는 4.42×10^{-4} emu로 약 0.7 % 내에서 동일한 결과를 얻었다. 이는 앞에서 논의한 W 보다는 약간 더 큰 측정 오차를 보이지만 일반적으로 받아들일 수 있는 측정장비 간에 1 % 미만의 오차로 양호한 결과라고 할 수 있다.

IV. 요 약

약 10^{-4} emu 정도 또는 그 이하의 자기모멘트 값을 갖는 표준시료를 다결정질의 상자성 Al, Ti, W 의 고순도 금속을 사용하여 제작하였다. 각각의 시편에 대해서는 같은 SQUID 자력계로 측정한 경우 각 자기장 값에서는 측정오차가 약 0.03 % 미만의 양호한 측정오차를 가지며, 저자기장에서 50,000 Oe의 비교적 큰 자기장 값까지 선형성이 보장되는 양호한 결과를 얻었다. 또한 상온 근처에서 자기모멘트 값이 거의 일정하여 실온에서 온도조절기가 없는 자력계의 경우에도 크게 불편없이 사용될 수 있음을 알았다.

Al, Ti, W을 이용하여 실험실에서 많이 이용하는 자기장 값에서 Table II에 요약된 바와 같이 자기모멘트 값을 결정하

였으며 RRT를 통하여 그 신뢰도를 확인하여 본 연구에서 제작된 시편들은 저자기 모멘트 측정활용에 적절함을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부에서 시행하는 표준화기술개발사업과 한국과학재단 국가핵심연구센터사업(R15-2006-022-01003-0) 지원에 의해 지원받아 수행되었습니다. 본 연구에 필요한 SQUID 및 VSM 측정을 해 주신 미국 Quantum Design 사의 Dr. James R. O'Brien과 Dr. Neil R. Dilly 및 국내의 연구진에게 감사드립니다.

참고문헌

[1] 이은민, 정보통신정책, **18**, 30 (2006). 이은민, 정보통신정책, **19**, 1 (2007).
[2] 한석희, 신경호, 장준연, 구현철, 엄종화, 물리학과 첨단기술, **15**, 17 (2006).
[3] 오훈상, 물리학과 첨단기술, **16**, 18-14 (2007).
[4] http://www.metallurgy.nist.gov/techactv2001/AnnualReport2001.pdf
http://www.metallurgy.nist.gov/techactv2002/AnnualReport2002.pdf
http://www.metallurgy.nist.gov/techactv2003/AnnualReport2003.pdf
[5] F. C. S. da Silva, C. M. Wang, and D. P. Pappas, J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. **108**, 125 (2003).
[6] J. D. Jackson, Classical electrodynamics 2nd ed., John Wiliey and Sons, Inc. (1975), pp. 199-201.
[7] 김종현, 박일우, 박용주, Squid Inside v1.00(등록번호 : 2003 - 01 - 12 - 945).
[8] C. Kittel, Introduction to solid state physics, 7th ed., John Wiley and Sons, Inc. (1996), pp. 433-437.
[9] 윤혜온, 박일우, 이경재, 김영미, 전미선, 손찬희, 자기모멘트 표준시료(연구보고서, 한국기초과학지원연구원, 2005).

Manufacture and Evaluation of Reference Samples for Low Magnetic Moment

I.-W. Park* and Y.-S. Hong
Department of Science Education, Seoul National University of Education, Seoul 137-742, Korea

Y. M. Kim
Nanoelectronics Team, Gwangju R&D Center, National Center for Nanoprocess and Equipments, Korea Institute of Industrial Technology, Gwangju 500-480, Korea

H. Yoon and K. J. Lee
Seoul Center, Korea Basic Science Institute, Seoul 136-701, Korea

S. H. Cho
Nano Machining Lab., KIMM 171 Jang-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-343, Korea

(Received 10 January 2008, in final form 20 February)

We have manufactured and evaluated reference samples for the use of low magnetic moment measurements. Before the measurements, SQUID magnetometers were magnetically shielded from external magnetic noise. We considered the purity including magnetic impurities, the optimum thickness, the modification method, and the shape in the preparation of the samples. Three paramagnetic polycrystaline metal plates of Ti, W, and Al with the area of 4 mm×6 mm were prepared finally. The magnetic moments of these three samples are measured very linear up to the field of 5 T without magnetic hysteresis. The temperature deviated ratios of the magnetic moments for Ti, Al, and W from 290 K to 310 K are 0.7, 1.5, and 0.1 %, respectively. The measured magnetic moments for Ti and W samples by our research team are very well agreeable with those by two SQUID magnetometers and a VSM at Quantum Design via international round robin test. The results suggest that the prepared reference samples are well suited for the use in the low magnetic moment measurement with SQUID based magnetometers.

Keywords : reference sample, low magnetic moment, SQUID, round robin test