

## 일축 이방성 자성체의 $M-H$ 이력 곡선 측정의 새방법

허진 · 신성철

한국과학기술원 물리학과

대전 305-701

(1995년 8월 9일 받음, 1995년 10월 20일 최종수정본 받음)

돌림힘 자력계를 이용하여 일축 이방성 자성체의  $M-H$  이력 곡선을 측정하는 새방법을 개발하였다. 본 방법에 의한  $M-H$  이력 곡선으로부터 포화 및 잔류 자기화량과 보자력을 얻을 수 있었다. 본 방법의 정확도는 자기화가 비균질한 보자력 근처의 인가 자기마당에서도 영향받지 않았다.  $2 \times 10^{-3}$  dyn cm의 측정 감도를 갖는 돌림힘 자력계를 이용한 자기화량 측정에서  $10^{-6}$  emu 이상의 고감도를 얻었다.

### I. 서론

자성체의 자기적 특성에 관한 정보를 얻을 수 있는  $M-H$  이력 곡선의 측정은 자성체를 이해하고 개발하는데 필수적이다. 자기모멘트(magnetic moment) 측정 방법으로는 전자기 유도 측정과 힘 측정을 들 수 있다 [1]. 진동 시료 자력계(Vibrating Sample Magnetometer)와 SQUID 자력계의 원리는 전자기 유도 측정이고 패러데이 천칭(Paraday balance)과 진동 막대 자력계(vibrating reed magnetometer)의 원리는 힘 측정이다. 통상  $M-H$  이력 곡선 측정에는  $10^{-5}$  emu 이하까지 자기모멘트를 측정할 수 있는 진동 시료 자력계 [2]가 널리 쓰이고 있다. 패러데이 천칭 [3]은 진동 자력계보다 10배 정도 높은 감도를 보이나 시료의 위치에서 인가 자기마당 세기와 그 변화율을 정확히 알기 어려워 자기모멘트의 절대값을 측정하기에는 부적합하다. 한편,  $10^{-8}$  emu 정도의 고감도를 갖는 자력계로는 SQUID 자력계 [4]와 진동 막대 자력계 [5-8]가 있다. SQUID 자력계와 진동 막대 자력계가 고감도를 갖추에도 불구하고 널리 쓰이지 않고 있는데, 이는 편이성이 떨어지기 때문이다. SQUID 자력계는 초전도 현상을 이용하기 때문에 상온이나 고온에서  $M-H$  이력 곡선을 측정할 때 초차 고가의 액체 헬륨이 필요하고 인가 자기마당을 변화시킬 때마다 초전도 자기 차폐를 제거해야 하므로 매우 번거로운 작업과 많은 측정 시간을 필요로 한다. 진동 막대 자력계는 크기와 질량이 매우 작은 자성체의 자기모멘트를 측정하기에는 적당하나, 크거나 무거운 시료의 자기모멘트 측정에는 부적당하다. 한 예로서, 밀리미터(mm) 크기의 기판위에 입혀진 박막의 부피는 매우 작아 측정 신호는 상대적으로 작은 반면 큰 기판의 질량과 표면적은 진동 막대 자력계의 감도를 현저히 감소시킨다.

한편, 인가 자기마당안에 있는 시료가 받는 돌림힘(torque)을 측정하는 돌림힘 자력계(Torque Magnetometer)는 포화 자기모멘트 및 회전이력 에너지 손실뿐만 아니라 자기 이방성 에너지를 측정하는데 주로 쓰인다 [9]. 이 장비의 돌림힘 측정감도는 R. F. Phenoyer 이후 크게 향상되어  $10^{-6}$  dyn cm에 이르고 있다 [11]. 이는 원자 한층 니켈막의 자기모멘트를 측정하기에 충분한 감도인데 한 예로서 C. A. Neugebauer는 니켈막의 두께를 3에서  $200 \text{ \AA}$ 까지 변화시켜가며 자기모멘트를 돌림힘 자력계로 측정하였다 [12]. 돌림힘 자력계를 이용한 자기적 특성 측정의 원리는 측정된 돌림힘 곡선의 이론적 해석에 있는데 일축 이방성 자성체의 자기모멘트와 자기 이방성을 측정하기 위한 돌림힘 곡선 해석법들 [13-15]도 개발되었다. 그렇지만 이들 해석법들은 정확한 측정을 위해서 시료의 이방성 자기마당 세기( $2K/M$ )에 해당하는 인가 자기마당 세기를 필요로 하기 때문에 이방성 자기마당 세기가 높은 시료에는 적용될 수 없다.

최근 돌림힘 자력계를 이용하여 보자력과 포화 자기모멘트를 측정할 뿐만 아니라 [16, 17], 고유 이방성이 매우 큰 자성체의  $M-H$  이력 곡선을 측정할 수 있는 돌림힘 곡선 해석법 [18, 19]도 개발되었다. 이들 해석법은  $2 \times 10^{-3}$  dyn cm의 감도를 갖는 돌림힘 자력계를 이용하여 자기모멘트를 약  $10^{-6}$  dyn cm의 고감도로 측정할 수 있게 하였다. 따라서  $10^{-6}$  dyn cm의 감도를 갖는 돌림힘 자력계로 자기모멘트 측정할 때에는  $10^{-9}$  emu의 초고감도를 예상할 수 있다. 이런 초고감도에도 불구하고, 인가 자기마당 세기가 이방성 자기마당 세기에 비해 증가함에 따라 이들 해석법에 쓰인 근사의 오차가 증가하는 단점이 있다.

본 논문에서는 null-type 돌림힘 자력계로 원하는 인가 자기마당의 방향에서 일축 이방성 자성체의  $M-H$  이

력 곡선을 측정하는 새방법을 보고하고자 한다.

## II. 측정원리

본 논문에서는 회전 타원체형 자성체의 1차 고유 이방성의 방향이 Fig. 1에서와 같이 장축에 평행한 경우와 수직인 경우만을 고려한다. 균질한 자기화량  $M$ 과 고유 이방성 상수  $K_i$ 를 갖는 시료가 세기  $H$ 인 인가 자기마당안에서 갖는 단위 부피당 총 에너지  $E$ 는 다음과 같은 식 (1)로 나타낼 수 있다.

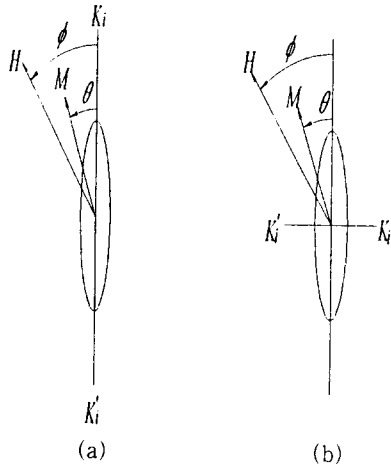


Fig 1. Coordinates in the torque magnetometry : (a)  $K \equiv K_i + \frac{1}{2} NM^2$  and (b)  $K \equiv |K_i - \frac{1}{2} NM^2|$ .

$$E = K \sin^2(\theta - \theta_0) - MH \cos(\phi - \theta). \quad (1)$$

여기서,  $K$ 는 유효 이방성 에너지 상수로서  $K \equiv |\frac{1}{2} NM^2 \pm K_i|$ 로 정의되었다. 양부호 및 음부호는 고유 이방성의 방향이 장축에 평행 및 수직할 경우 각각 선택한다.  $N$ 은 장축과 단축에 따른 자기소거 인자들의 차이이다. 예를로서,  $N$ 의 값은 얇은 막의 경우  $4\pi$ 이고 얇은 원통의 경우  $2\pi$ 이다[20, 21].  $\theta$ ,  $\theta_0$ , 및  $\phi$ 는 순서대로 자기화의 방향, 자기화 용이축의 방향, 및 인가 자기마당의 방향이다. 모든 방향은 장축으로부터 반시계 방향으로 측정된다. 예로서 고유 이방성의 방향이 막면(장축)에 수직인 자성박막은  $(K_i - \frac{1}{2} NM^2) > 0$ 일 때  $\theta_0 = \frac{\pi}{2}$ 와 수직 자성(perpendicular magnetic anisotropy)을 갖고,  $(K_i - \frac{1}{2} NM^2) < 0$ 일 때  $\theta_0 = 0$ 과 수평 자성(in-plane magnetic anisotropy)을 갖는다. 평형상태에서 자기화(magnetization)는 식 (1)의  $E$ 를 최소화하는 방향을 갖

으므로 평형상태의 조건 ( $\frac{\partial E}{\partial \theta} = 0$ )는 다음과 같은 식 (2)를 준다[22].

$$MH \sin(\phi - \theta) = K \sin^2(\theta - \theta_0). \quad (2)$$

인가 자기마당안에서 시료가 받는 돌림힘  $\tau$ 는 자기화와 인가 자기마당의 외적과 같으므로  $\tau$ 를 다음과 같은 식 (3)으로 나타낼 수 있다.

$$\tau = MH \sin(\phi - \theta). \quad (3)$$

여기서, 반시계 방향으로 시료에 작용하는 돌림힘의 부호를 양으로 선택하였다[23]. 식 (2)와 (3)으로부터 자기화의 크기는 다음과 같은 식 (4)으로 표현될 수 있다.

$$M = \frac{\tau}{H \sin(\phi - \theta_0 - \frac{1}{2} \arcsin(\frac{\tau}{K}))}. \quad (4)$$

따라서,  $K$ 의 값을 알면 임의의  $(\phi - \theta_0)$ 에서  $M-H$  이력 곡선을  $\tau-H$  이력 곡선으로부터 얻을 수 있다. 식 (4)에 의한 측정법은 이미 발표된 바 있는 논문들의 근사적인 방법들을 포함하므로 그 방법들의 장점들 또한 모두 갖는다. 식 (4)는  $\phi - \theta_0 = \frac{\pi}{2}$ 이고  $H \ll H_k$ 일 때 포화 자기화량을 측정하기 위한 방법 [16, 17]을 기술하고  $\phi - \theta_0 < \frac{\pi}{2}$ 이고  $H \ll H_k$ 일 때  $M-H$  이력 곡선을 측정하기 위한 방법 [18, 19]을 기술하게 된다.

한편, 식 (4)은 돌림힘 자력계로 쉽게 측정 가능한 양들로 표현될 수 있다. Fig. 2에 나타낸 바와 같이 이방성 자기마당 세기와 비교하여 충분히 높은 세기의 자기마당 방향을 변화시켜가며 측정한  $\tau-\phi$  곡선에서 기울기가 양이고 돌림힘의 값이 0이 되는 인가 자기마당의 방향을  $\phi_0$ 라 하고 돌림힘 정점의 절대값을  $\tau_p$ 라 정하자. 식 (2)와 (3)부터  $\theta_0 = \phi_0$ 이고  $K = \tau_p$ 임을 알 수 있다. 따라서 식 (4)는 다음과 같은 간단한 식 (5)로 나타낼 수 있다.

$$M = \frac{\tau}{H \sin(\phi - \phi_0 - \frac{1}{2} \arcsin(\frac{\tau}{\tau_p}))}. \quad (5)$$

요약하면 다음과 같은 순서로 시료의 이방성 자기마당의 크기에 상관없이  $M-H$  이력 곡선을 정확하게 측정할 수 있다. 첫째, 인가 자기마당 방향을 변화시켜 가며 얻은 돌림힘 곡선으로부터 자화 용이축 방향  $\theta_0$ 와 자기 이

방성의 세기  $K$ 를 측정한다. 둘째, 원하는 인가 자기마당 방향에서  $\tau-H$  이력 곡선을 얻는다. 셋째, 돌림힘 곡선에서 구한  $\theta_0$  및  $K$ 와  $\tau-H$  이력 곡선으로부터 구한  $(\tau, H)$  순서쌍을 식 (4)에 대입하여  $M$ 을 구하여  $M-H$  이력 곡선을 구한다.

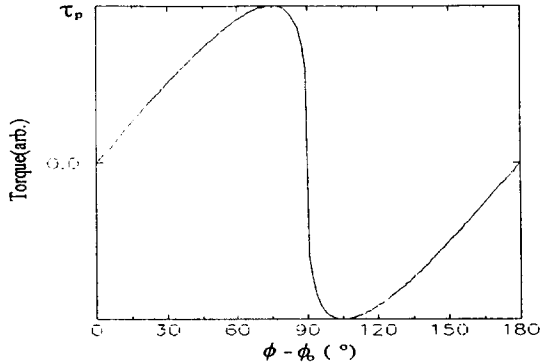


Fig 2. A typical  $\tau-\phi$  curve. Here,  $\phi_0$  equals to the easy axis orientation and  $\tau_p$  measures the anisotropy strength of a uniaxially magnetic material. Note that  $\tau_p$  is always positive in our notations.

### III. 측정 및 논의

본 연구에서 사용된 Co/Pd 초격자 다층박막들은 총 두께가  $300\text{\AA}$  이고  $0.7\text{cm} \times 0.7\text{cm}$ 의 정방형 시편들로 제작방법은 이미 다른 논문 [25]에서 보고된 바와 같다. 측정에 사용한 null-type 돌림힘 자력계는 측정범위를  $\pm 5$  dyn cm와  $\pm 50$  dyn cm로 선택 가능하고 각 범위에서  $0.002$  dyn cm와  $0.02$  dyn cm의 감도를 갖고  $0.1^\circ$ 의 각분해능을 가지고 있다[26].

본 연구에서는 실험  $\tau-\phi$  곡선을 일축 이방성 자성체의 돌림힘을 기술하는 이론적인 식에 맞추어  $K$ 와  $\theta_0$ 를 정확하게 측정하였다.  $\tau_p$ 로부터 측정된  $K$  값은 인가 자기마당 세기가 충분히 높은 경우에만 신뢰할 수 있다고 알려져 있다. 정확한  $K$  값의 측정을 위한 인가 자기마당 세기는 최소한 이방성 자기마당의 세기의 약 70% 이상이어야 한다[24]. 따라서 이방성 자기마당의 세기가 매우 큰 자성 재질의 측정시 더 정확한 측정법이 요구된다. 이를 위해 일축 이방성 자성체의 자기화 벡터의 방향을 인가 자기마당의 크기와 방향의 함수로 나타내는 식을 구하고 이 식을 맞추기 함수(target function)으로 이용하는 방법을 이용하였다. 이 이론적인 식을 돌림힘 함수라 칭

하기로 한다. 돌림힘 함수와 그 편미분 함수들은 유효 이방성의 세기와 방향 및 인가 자기마당의 세기와 방향의 복한 비선형 함수형태를 갖는다. 맞추기는 비선형 함수의 맞추기 기법으로 널리 알려진 Levenberg-Marquardt 알고리즘을 C 언어로 구현한 공개 프로그램과 개인 샘플을 이용하였다[27].

본 연구에서 쓰인 맞추기 기법은 인가 자기마당 세기가 시료의 이방성 자기마당 세기보다 낮은 경우에도 정확한  $K$ 와  $\theta_0$ 를 주었다. 예로서,  $(2-\text{\AA}\text{Co}/9-\text{\AA}\text{Pd})_{27}$  시료의 실험 돌림힘 곡선과 이론적인 돌림힘 곡선을 Fig. 2에 도식하였다. 실험 돌림힘 곡선은 인가 자기마당의 세기를 본 연구에서 사용한 전자석의 포화 자기마당 세기( $= 11.89\text{kOe}$ )로 고정하고 인가 자기마당 방향을 바꾸어 가며 측정된 것이다. 인가 자기마당의 세기가 이 시료의 이방성 자기마당의 세기보다 낮아  $90^\circ$  및  $270^\circ$ 에서 급격하게 자기화가 역전됨을 볼 수 있고 Fig. 3에 도식된 두 돌림힘 곡선의 비교는 자기화 역전이 급격히 일어나는 경우 일지라도 맞추기 함수로서의 돌림힘 함수가 잘 적용됨을 명백히 알 수 있다. 유효 이방성 상수  $K = 1.80 \times 10^6$  erg/cm<sup>3</sup> 및 자기화 용이축 방향  $\theta_0 = \frac{\pi}{2}$ 가 맞추기 기법으로 측정되었는데  $11.89\text{kOe}$ 보다 낮은 인가 자기마당 세기에서 측정된 유효 이방성 상수들의 값들도 1% 이내의 오차로 일치하였다. 돌림힘 함수를 이용한 맞추기 기법에 대해서는 돌림힘 이력 현상과 관련하여 다른 논문에서 더 자세히 논의될 것이다[28].

본 방법의 자기모멘트 측정의 정확도는 시료의 이방성 자기마당 세기에 영향받지 않으며 오히려 그 감도는 시료의 이방성 자기마당 세기가 높아짐에 따라 높아졌다. 이것은 다른 돌림힘 곡선 해석법들[13-15]과 판이하게 다른 결과일 뿐만 아니라 다른 자력계들[2, 4, 5] 비교했을 때 큰 장점이다. 예로서, Fig. 4에 높은 이방성 자기마당을 갖는  $(2-\text{\AA}\text{Co}/9-\text{\AA}\text{Pd})_{27}$  시료의  $M-H$  이력 곡선을 본 방법에 의해 측정하여 도식하였고, inset(inset)안의  $M-H$  이력 곡선은  $10^{-5}$  emu의 감도를 갖는 진동 자력계로 측정된 결과를 기관의 반자기화 효과를 고려하여 도식한 것이다. 본 방법의 고감도를 Fig. 4의 두 이력 곡선을 비교함으로써 명백히 알 수 있다. 한편, 돌림힘 자력계를 이용하여  $M-H$  이력 곡선을 측정하는 근사적인 방법[19]에서는 니켈선과 같이 시료의 이방성 자기마당의 세기가 매우 작으면 포화 영역에서 중심을 향해 불룩하게 측정되어지나 본 방법은 시료의 이방성 에너지 상수를 고려하였기 때문에 Fig. 4에서  $M-H$  이력 곡선이 기울어진 것과 포화 영역에서 중심을 향해 불룩한 이유는 기관과 시료 받침(sample holder)의 반자기화에 의한 돌림

힘 값을 고려하지 않았기 때문이다. 측정된 포화 자기화량 및 보자력은 각각  $301 \text{ emu/cm}^3$  및  $3120 \text{ Oe}$ 이었다. 따라서  $10^{-6} \text{ dyn cm}$ 의 감도를 갖는 돌림힘 자력계를 이용한다면  $10^{-9} \text{ emu}$ 의 초고감도를 얻을 수 있을 것이다.

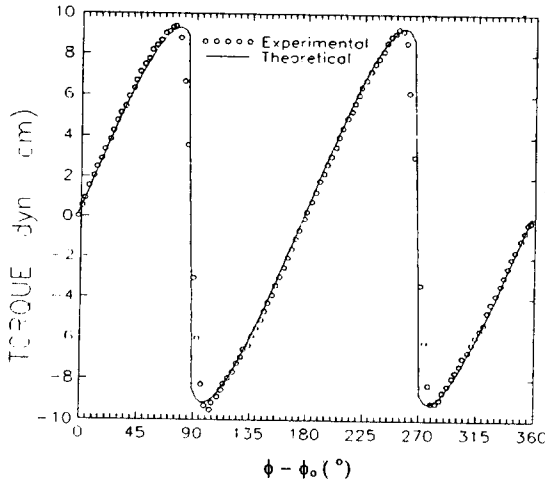


Fig 3. The experimental and theoretical torque curves of a  $(2\text{-}\text{\AA} \text{ Co}/9\text{-}\text{\AA} \text{ Pd})_{27}$  multilayer when  $H=11.89 \text{ kOe}$ .

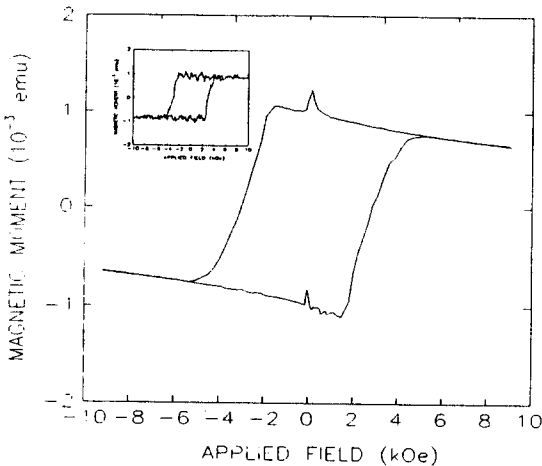


Fig 4. The  $M-H$  hysteresis loop of the  $(2\text{-}\text{\AA} \text{ Co}/9\text{-}\text{\AA} \text{ Pd})_{27}$  multilayer which was measured at  $(\phi - \theta_0) = \frac{\pi}{20}$ . The inset shows the  $M-H$  hysteresis loop measured at  $(\phi - \theta_0) = 0$  by a VSM having a sensitivity of  $10^{-5} \text{ emu}$ .

본 방법의 정확도는 보자력 근처의 인가 자기마당에서도 거의 영향받지 않는다.  $\tau-H$  이력 곡선 측정동안  $|\frac{1}{2} NM^2 \pm K_i|$ 로 정의된  $K$ 의 값이  $\tau_p$ 와 크게 달라진다면 본 방법의 정확도가 낮아지게 될 것이다. 따라서  $K_i$ 의 값이 0일 경우  $K$ 의 값이 가장 심하게 변할 것을 기대할 수 있을 것이다. 그러나  $K_i$ 의 값이 0일지라도 본 방법의 정확도는 영향받지 않았다[29].

#### IV. 결 론

본 연구에서는 임의의 인가 자기마당 방향에서  $M-H$  이력 곡선을 돌림힘 자력계로 측정할 수 있는 새방법을 개발하였다. 측정 정확도는 시료의 이방성 자기마당에 영향받지 않았으며 오히려 이방성 자기마당이 높아짐에 따라 높아졌다. 이로 인해 기존의 진동 자력계보다 정확한 자기화량 측정이 가능하였다. 한편,  $2 \times 10^{-3} \text{ dyn cm}$ 의 돌림힘 측정 감도를 갖는 돌림힘 자력계를 이용한 자기화량 측정에서  $10^{-6} \text{ emu}$  이상의 고감도를 얻었는데,  $10^{-6} \text{ dyn cm}$ 의 돌림힘 측정 감도를 갖는 돌림힘 자력계가 이용된다면  $10^{-9} \text{ emu}$  이상의 초고감도를 얻을 수 있으리라 사료된다.

#### 감사의 글

본 연구는 재료계면 연구센터의 연구비 지원으로 수행되었음을 밝히며 이에 감사드립니다.

#### 참고 문헌

- [1] S. Foner, IEEE Trans. Magn. bf **MAG-17**, 3358 (1981).
- [2] S. Foner, Rev. Sci. Instrum. **30**, 548(1959).
- [3] R. D. Heyding, J. B. Taylor, and M. L. Hair, Rev. Sci. Instrum. **32**, 162(1961).
- [4] J. S. Philo and W. M. Fairbank, Rev. Sci. Instrum. **48**, 1529(1977).
- [5] H. Zijlstra, Rev. Sci. Instrum. **41**, 1241(1970).
- [6] W. Roos, K. Hempel, C. Vogit, H. Dederichs, and R. Schippan, Rev. Sci. Instrum. **51**, 612 (1980).
- [7] P. J. Flanders, Rev. Sci. Instrum. **61**, 839 (1990).
- [8] T. Frey, W. Jantz, and R. Stibal, J. Appl. Phys. **64**, 6002(1988).

- [9] H. J. Williams, Rev. Sci. Instrum. **8**, 56 (1937).
- [10] R. F. Penoyer, Rev. Sci. Instrum. **30**, 711 (1959).
- [11] F. B. Humphrey and A. R. Johnson, Rev. Sci. Instrum. **34**, 548(1963).
- [12] C. A. Neugebauer, Phys. Rev. **116**, 1441 (1959).
- [13] H. Miyajima, K. Sato, and T. Mizoguchi, J. Appl. Phys. **47**, 4469(1976).
- [14] T. Wielinga, J. Appl. Phys. **50**, 4888(1979).
- [15] G. Pastor and M. Torres, J. Appl. Phys. **58**, 920(1985).
- [16] 허진, 신성철, 한국자기학회지 **2**, 263(1992).
- [17] J. Hur and S. -C. Shin, Appl. Phys. Lett. **62**, 2140(1993).
- [18] 허진, 신성철, 응용물리 **7**, 79(1994).
- [19] J. Hur and S. C. Shin, J. of Magn. Soc. of Jpn. **19**, 391(1995).
- [20] E. C. Stoner, Phil. Mag. **36**, 303(1945).
- [21] J. Opt. Soc. Amer. **10**, 591(1925).
- [22] S. C. Shin and C. -S. Kim, IEEE Trans. on Magn. **27**, 4852(1991).
- [23] 본 논문의 돌림힘의 부호는 참고문헌 [16-19], [22]에서의 그것들과 반대이다.
- [24] 허진, 신성철, 한국과학기술원 석사학위논문, Chap. 3.2(1993).
- [25] S. C. Shin, J. H. Kim, and D. H. Ahn, J. Appl. Phys. **69**, 5664(1991).
- [26] 허진, 신성철, 응용물리 **5**, 363(1992).
- [27] W. H. Press, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, and B. P. Flannery, *Numerical Recipes in C* (Cambridge University Press, KALA, 2nd Ed. 1988), P. 683.
- [28] J. Hur and S. C. Shin (unpublished).
- [29] J. Hur and S. C. Shin, Proc. of the 3rd Intern. Symp. on Phys. of Magn. Mat. P. 85 (1995).

## A New Method for Measuring $M$ - $H$ Hysteresis Loop of a Uniaxially Anisotropic Magnetic Material

Jeen Hur and Sung-Chul Shin

*Department of Physics, Korea Advanced Institute of Science and Technology, Taejon*

305-701

(Received 9 August 1995, in final form 20 October 1995)

We have developed a new torque magnetometric method for measuring the  $M$ - $H$  hysteresis loop of a spheroid-shape magnetic material having a uniaxial anisotropy. Our torque magnetometric method gives the saturation magnetization as well as the remnant magnetization, simultaneously. A torque magnetometer having the torque sensitivity of  $10^{-6}$  dyn cm could give the extremely high sensitivity of  $10^{-9}$  emu in measuring the magnetic moment, which is high enough to measure the magnetic moment of a monolayer Ni film. The accuracy of the present method was negligibly affected even at the applied fields near the coercivity where magnetization was inhomogeneous.