

# The Effect of External Magnetic Field on the Electromagnetic Shielding Performance of Nanometer Nickel Film\*

Junjun Xu, Haiyan Zhang<sup>#</sup>, Guoxun Zeng, Zhenda Yang

School of Material and Energy, Guangdong University of Technology, Guangzhou  
Email: xujunjun069060111@163.com, <sup>#</sup>hyzhang@gdut.edu.cn

Received: Dec. 8<sup>th</sup>, 2012; revised: Dec. 30<sup>th</sup>, 2012; accepted: Jan. 9<sup>th</sup>, 2013

**Abstract:** Nickel nanometer thin films were deposited by magnetron sputtering on flexible substrates, the impact of morphology of the film sample of magnetic field, under magnetic and no magnetic of film were investigated by X-ray diffraction. A comparison of their saturation magnetization and coercive force as well as in the electromagnetic spectrum for 3.95 - 5.85 GHz electromagnetic shielding effect. The result show that, the film of crystallinity was deposited under magnetic field is better than this no magnetic, the coercivity of the film was prepared under magnetic field is 112.89 Oe, while be prepared under no magnetic field is 14.82 Oe; the film be prepared under an external magnetic field is as 7.6 times no magnetic. The shielding effect of film sample under magnetic field is obviously better than that of no magnetic field, the average increase of shielding effectiveness is 30%.

**Keywords:** Magnetron Sputtering; Nickel Films; Shielding Effectiveness; Coercive Force

## 外加磁场对纳米镍膜电磁屏蔽性能的影响\*

徐军军, 张海燕<sup>#</sup>, 曾国勋, 杨振大

广东工业大学材料与能源学院, 广州  
Email: xujunjun069060111@163.com, <sup>#</sup>hyzhang@gdut.edu.cn

收稿日期: 2012年12月8日; 修回日期: 2012年12月20日; 录用日期: 2013年1月9日

**摘要:** 用磁控溅射在柔性衬底上制备金属镍纳米薄膜, 研究了磁场对薄膜样品的形貌的影响, 分析了在有无磁场条件下制备的薄膜样品的 X 衍射, 饱和磁化强度和矫顽力以及在电磁波频段为 3.95~5.85 GHz 内的电磁屏蔽效果。结果表明, 在磁场条件下的制备的薄膜样品要比无磁场条件下制备的薄膜的结晶性好; 有外加磁场下制备的薄膜矫顽力为 112.89 Oe, 无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力为 14.82 Oe, 外加磁场下制备的薄膜矫顽力要比无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力增加 7.6 倍。磁场下生长的薄膜样品的屏蔽效果明显优于无磁场下薄膜的屏蔽效果, 屏蔽效能平均值提高了 30%。

**关键词:** 磁控溅射; 金属镍薄膜; 屏蔽效能; 矫顽力

### 1. 引言

电磁屏蔽主要是防止高频电磁场的影响, 从而有效地控制电磁波从某一区域向另一区域进行辐射传

播,其基本原理是,采用低电阻的导体材料,并利用电磁波在屏蔽导体表面的反射和在导体内部的吸收以及传输过程的损耗而产生屏蔽作用,通常屏蔽效果用屏蔽效能(SE)表示,屏蔽效果为没有屏蔽时入射或发射电磁波与在同一地点经屏蔽后反射或透射电磁波的比值,即为屏蔽材料对电磁信号的衰减值,其单位用分贝(dB)表示。

\*基金项目: “十二五” 国家科技支撑计划项目(No.2012BAK26B04), 广东省科技计划项目(No.2011B050300017, No. 2009A030301008)资助的课题。

<sup>#</sup>通讯作者。

通常,屏蔽效能达到 35 dB 以上,即为有效的屏蔽<sup>[1]</sup>。软磁材料薄膜具备高饱和磁化强度因而在 GHz 频率下能够得到比铁氧体薄膜更高的磁导率,理论和实验表明软磁性薄膜特别是纳米软磁性薄膜是应用于微波频段屏蔽的理想材料。Voet 等<sup>[2]</sup>从实验中发现,金属粒子的形状对导体/介质复合材料的介电常数起重要作用。金属镍具有良好的吸收电磁波的性能,磁导率比银大,且具有优良的抗氧化和抗腐蚀性能,已成为欧美等国家电磁屏蔽剂的主流<sup>[3]</sup>。常德龙等<sup>[4]</sup>已用磁控溅射在木材衬底上镀金属薄膜,电磁屏蔽效能都能达到 30 dB 以上。

像温度和压力一样,磁场有可能发展成为调控材料结构和性能的重要参数。众所周知,薄膜材料的物理化学性能和薄膜的取向密切相关,对于材料研究者来说,控制薄膜的取向是一种有效的材料改性方法,薄膜材料的取向一般只和基片材料与制备环境有关。金属镍具有磁性,磁场能有效的改变镍生长的结构,Zhang 等<sup>[5]</sup>使用外加磁场的方法制得了一维树枝状的镍结构。Ye<sup>[6]</sup>等使用了外加磁场的方法磁控溅射生长磁性薄膜。本文研究在聚酯膜片衬底上镀镍金属薄膜,能制备具优良的微波吸波性能的柔性复合薄片材料,将在柔性微波线路板的电磁屏蔽上有重要的应用前景。

## 2. 实验过程

实验所用的基底是聚酯膜片,将其剪成  $86 \times 86$  mm 的大小,和样品台的大小一样以便固定基片。将其用去离子水超声 10 min 后用酒精擦洗片刻,以便去除上面的灰尘和油渍。这有利于薄膜的生长。靶材为  $\Phi 150 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  的 Ni 靶,纯度为 99.95%。

操作步骤:

- 1) 放好靶材和基片,开机械泵与抽真空到 10 Pa 左右,然后开启分子泵,将本底真空抽到  $6 \times 10^{-4}$  Pa;
- 2) 往真空室充 Ar,维持在压强在 1.4 Pa;
- 3) 调节溅射功率为 60 w,溅射 20 min;
- 4) 溅射完成之后,等腔体冷却之后再取出样品,防止样品温度过高使薄膜容易氧化。

实验示意图如图 1。

在相同的溅射工艺条件下溅射有磁场的 Ni 薄膜,表面磁场强度为 0.4 T。如图 2 所示。

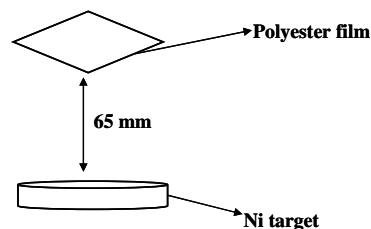


Figure 1. Diagram of Ni films deposited without external magnetic field

图 1. 无磁场条件下溅射 Ni 薄膜示意图

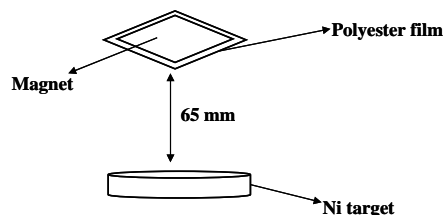


Figure 2. Diagram of Ni films deposited with external magnetic field

图 2. 有磁场条件下溅射 Ni 薄膜示意图

## 3. 结果与讨论

### 3.1. 外加磁场对磁控溅射的影响

阴极靶内的磁场会被 Ni 靶屏蔽掉一些,在基片下方放置外加磁场,由外加磁铁产生的磁场发挥磁控溅射作用,从溅射过程和结果都发生了明显的变化。无外加磁场时只在靶表面附近存在磁场,基片附近处基本无磁场。当外加磁场时,整个靶和基片之间的沉积空间中充满着一个缓变的梯度纵向磁场。因此在溅射过程中,根据空间缓变的梯度磁场中带电粒子运动的理论,带电粒子在向强磁场方向运动的过程中,不论其电荷性如何,都会受到一个由磁场梯度引起的作用力,方向指向弱磁场方向。这个力是不做功的,它唯一的作用是使粒子的纵向、横向动能分量相互转化,这种转化的结果是,粒子在从靶面向基片运动的过程中,纵向的速度分量不停转化为横向(平行膜面的)的回旋速度分量,从而使得那些到达基片的粒子具有较大的迁移能力,同时还具有较小的轰击破坏作用。这样,薄膜中的颗粒便比较大,因结晶不完善和粒子轰击作用导致的缺陷也较少。

### 3.2. 磁场对薄膜形貌的影响

图 3 为有磁场沉积薄膜的样品照片,外磁场可以影响薄膜在沉积过程中的形貌<sup>[7-9]</sup>,图 4(a)和(b)分别是



Figure 3. Sputtered Ni thin film sample under the conditions of magnetic field

图 3. 有磁场条件下溅射 Ni 薄膜样品图

无磁场下溅射和有磁场条件下溅射薄膜所得到的 SEM 图, 从图 4 中我们可以清晰的看到, 不管有无磁场, 薄膜的表面都比较平整, 不会出现像丘陵一样的鼓包, 薄膜的样品的表面都存在着裂痕, 不同的是有磁场条件下形成的薄膜裂痕比较明显, 颗粒比较大。

为了能够更好的观察有无磁场下薄膜表面颗粒的大小的不同, 我们对薄膜的断面进行了观察, 如图 5(a)和(b)所示, 发现薄膜在有磁场的条件下长成柱状晶, 而无磁场条件下形成的薄膜是等轴晶, 这是磁场诱导生长的作用。

### 3.3. 薄膜样品的 XRD 和磁滞回线分析

三个衍射峰可以分别指标为面心立方结构镍的 (111)、(200)和(220)晶面衍射。对比图 6 中两曲线可发现, 有无磁场对 Ni 膜衍射峰的强弱的影响比较明显, 在磁场条件下的制备的薄膜样品的衍射峰要比无磁场条件下制备的薄膜样品衍射峰尖锐, 强度大, 说明磁场下合成的镍膜结晶性要优于无外磁场下的镍膜。

从图 7 中可以看出, 在磁场下制备的样品的饱和磁化强度远大于未加磁场的样品的饱和磁化强度, 这一点在王军<sup>[10]</sup>和其他学者<sup>[11-13]</sup>的研究报道中均有出现。本实验中同样也证明了有磁场的饱和磁化强度明显大于无磁场的饱和磁化强度, 有外加磁场条件下制备的镍膜的饱和磁化强度为 31.523 emu/g, 比无磁镍膜的饱和磁化强 11.783 emu/g 大的多。原因是多方面的。其一, 结晶性和磁性之间有很大的关联度<sup>[14]</sup>, 前面 XRD 的分析可以看出磁场下合成的镍膜结晶性要优于无磁条件下合成的镍膜, 因此我们认为结晶性的增强是导致外加磁场条件下制备的镍膜饱和磁化强度增加的一个原因; 其二, 磁场能明显加快薄膜的沉积速率(功率均为 60 w 时, 有磁场是薄膜的沉积速率为 15 nm/min, 无磁场时为 10 nm/min), 因此到达基板表面的溅射沉积原子数目和能量增大, 使沉积原子的自

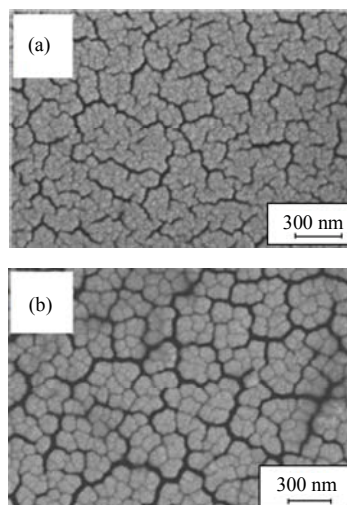


Figure 4. (a) SEM images of Ni films deposited without external magnetic field and (b) with external magnetic field

图 4. (a)无磁场条件下 Ni 薄膜的扫描电子显微镜照片; (b)有磁场条件下 Ni 薄膜的扫描电子显微镜照片

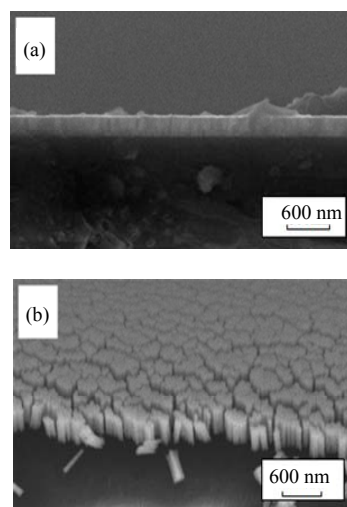


Figure 5. (a) Fracture morphology of Ni films deposited without external magnetic field and (b) with external magnetic field

图 5. (a)无磁场条件下薄膜的断面形貌; (b)有磁场条件下薄膜的断面形貌

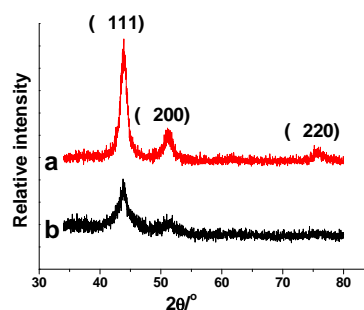


Figure 6. A XRD pattern of nickel film deposited without external magnetic field and b with external magnetic field

图 6. A 无磁场条件下制备的 Ni 薄膜的 XRD 谱 b 有磁场条件下制备的 Ni 薄膜的 XRD 谱

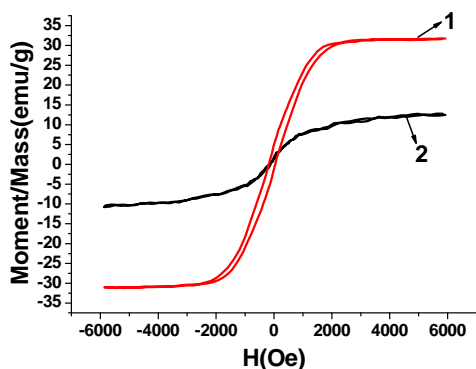


Figure 7. 1 M-H hysteresis loop of nickel film deposited without external magnetic field and 2 with external magnetic field  
图 7. 1 为有磁场条件下薄膜的磁滞回线, 2 为无磁场条件下薄膜的磁滞回线

身活动性和迁移能力增强, 沉积的粒子有可能在基片上迁移, 促进薄膜的均匀, 从而减少薄膜中的缺陷, 进而提高饱和磁化强度; 其三, 沉积速率提高, 大量高能粒子与基板撞击, 使基板温度提高, 薄膜内应力得到弛豫, 内应力变小, 使饱和磁化强度提高。有外加磁场下制备的薄膜矫顽力要比无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力要大的多, 有外加磁场下制备的薄膜矫顽力为 112.89 Oe, 无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力为 14.82 Oe。有外加磁场下制备的薄膜矫顽力要比无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力增加 7.6 倍。磁场能加快沉积速度, 镀层厚度增加明显, 在磁场的作用下易形成单畴结构, 从而导致矫顽力较高。

### 3.4. 屏蔽效能分析

从图 8 中可以看出, 在磁场下成型的薄膜样品的屏蔽效果明显好于无磁场下薄膜样品的屏蔽效果, 在 3.95~5.85 GHz 的频段范围内有磁场成型的薄膜的屏蔽效能为 38.32~43.25 dB, 平均值为 40.15 dB。而无磁场条件下成型的薄膜的屏蔽效能为 29.78~34.34 dB, 平均值为 30.82 dB。前者与后者相比, 屏蔽效果明显增加, 屏蔽效能平均值提高了 30%。结合磁性能图 7 可知, 在外加磁场的作用条件下得到的 Ni 薄膜的矫顽力明显增大, 有利于提高薄膜对电磁波的磁滞损耗, 从而提高了复合材料的电磁屏蔽效能。在磁场条件下生长使 Ni 膜的磁各向异性增强, 具有较高的饱和磁化强度, 因而在 GHz 频率下能够得到更高的屏蔽性能, 使 Ni 膜的屏蔽效果得到了一定程度的优化。

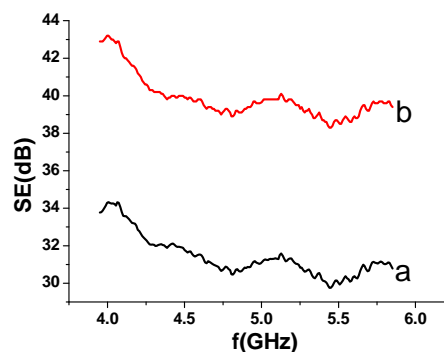


Figure 8. A the electromagnetic shielding performance of nickel film deposited without external magnetic field and b with external magnetic field  
图 8. A 为无磁场条件下的薄膜屏蔽效果, b 为有磁场条件下薄膜的屏蔽效果

## 4. 结论

- 1) 采用外加磁场的方法诱导薄膜的成型, 能明显改变薄膜的形貌和磁性能。
- 2) 磁场下合成的 Ni 膜结晶性要优于无外磁场下的 Ni 膜。
- 3) 有外加磁场下制备的薄膜矫顽力为 112.89 Oe。无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力为 14.82 Oe。有外加磁场下制备的薄膜矫顽力要比无外加磁场条件下制备的薄膜的矫顽力增加 7.6 倍。
- 4) 磁场诱导生长的 Ni 薄膜样品的屏蔽效能得到了优化。

## 5. 致谢

感谢国家科技支撑计划项目(No. 2012BAK26B04)的资助; 特别感谢一直指导与帮助我写作的张老师和曾老师。

## 参考文献 (References)

- [1] 赵福辰. 电磁屏蔽材料的发展现状[J]. 材料开发与虚用, 2001, 11(5): 29-33.
- [2] Z. Zou, J. Ye, K. Sayama, et al. Direct splitting of water under visible light irradiation with an oxide semiconductor photocatalyst. *Nature*, 2001, 414(6864): 625-627.
- [3] 邵寒梅, 官建国, 王一龙等. 电磁波屏蔽复合材料的研究进展[J]. 屏蔽技术与屏蔽材料, 2008, 10(1): 65-70.
- [4] 常德龙, 邱帖轶, 王群等有. 木材磁控溅射镀膜金属试验[J]. 东北林业大学学报, 2007, 35(12): 34-36.
- [5] X. Zhang, W. Liu. Controllable synthesis of nickel dendritic crystals induced by magnetic field. *Materials Research Bulletin*, 2008, 43(8-9): 2100.
- [6] J. Ye, Q. W. Chen and Y. Q. Zheng. Magnetic properties of nickel film formed under magnetic fields. *Journal of Physics D*:

- Applied Physics, 2008, 41(20): 205011.
- [7] H. Y. Wang, S. Mitani, M. Motokawa, et al. Effect of high magnetic fields on the morphology of soft magnetic  $\alpha'$ -FeN films. *Journal of Applied Physics*, 2003, 93(11): 9145-9150.
- [8] H. Matsushima, T. Nohira, Y. Ito, et al. Magnetic field effects on the crystal orientation and surface morphology of electrodeposited iron films. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2004, 8(3): 195-200.
- [9] H. Matsushima, T. Nohira, Y. Ito, et al. Effects of magnetic fields on iron electrodeposition. *Surface and Coatings Technology*, 2004, 179(2-3): 245.
- [10] J. Wang, K. Zhang, Z. M. Peng, et al. Magnetic properties improvement in  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles grown under magnetic fields. *Journal of Crystal Growth*, 2004, 266(4): 500.
- [11] L. X. Sun, Q. W. Chen. Core-shell cylindrical magnetic domains in nickel wires prepared under magnetic fields. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2009, 113(7): 2710.
- [12] L. X. Zhang, J. Luo and Q. W. Chen. Magnetic properties of assembled ferrite nanostructures induced by magnetic fields. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2005, 17(33): 5095.
- [13] M. Z. Wu, Y. Xiong, Y. S. Jia, et al. Magnetic field-assisted hydrothermal growth of chain-like nanostructure of magnetite. *Chemical Physics Letters*, 2005, 401(4-6): 374-379.
- [14] M. S. Chen, Z. X. Shen, X. Y. Liu, et al. Raman and magnetization studies of barium ferrite powder prepared by water-in-oil microemulsion. *Journal of Materials Research*, 2000, 15(2): 483.