

文章编号: 2095-4980(2020)02-0259-05

多层复合电沉积磁屏蔽薄膜屏蔽效能

官 剑^{1,2}, 徐常有¹, 王东红², 姚 琪¹, 王 喆¹

(1.中国电子科技集团公司 第三十三研究所, 山西 太原 030000; 2.电磁防护材料及技术山西省重点实验室, 山西 太原 030006)

摘 要: 利用电沉积法制备磁屏蔽薄膜, 不仅可以精确控制沉积膜的化学成分和厚度, 而且可以在复杂几何形状的表面形成薄膜。通过电沉积装置制备了铁镍-铜-铁镍多层复合磁屏蔽薄膜, 并探究了磁场强度、厚度、高温环境对磁屏蔽薄膜屏蔽效能的影响。实验结果表明, 50 μm 和100 μm 样品的屏蔽效能随磁场强度的增大而增大, 200 μm 的屏蔽效能则是先增大后降低; 在4~16 Oe磁场中, 厚度越大, 薄膜屏蔽效果越好; 100 $^{\circ}\text{C}$ 的温度会降低所有厚度的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能。

关键词: 磁屏蔽; 铁镍合金; 电沉积; 屏蔽效能; 微结构

中图分类号: TQ153.2

文献标志码: A

doi: 10.11805/TKYDA2019128

Shielding efficiency of multilayer composite electrodeposited magnetic shielding films

GONG Jian^{1,2}, XU Changyou¹, WANG Donghong², YAO Qi¹, WANG Zhe¹

(1.The 33rd Research Institute, China Electronic Technology Group Corporation, Taiyuan Shanxi 030000, China; 2.Key Laboratory of Electromagnetic Protection Materials and Technology of Shanxi Province, Taiyuan Shanxi 030006, China)

Abstract: The preparation of magnetic shielding films by electrodeposition cannot only precisely control the chemical composition and thickness of the films, but also form films on the surface of complex geometry. In this paper, iron-nickel-copper-iron-nickel multilayer composite magnetic shielding films were prepared by electrodeposition device, and the effects of magnetic field intensity, thickness and high temperature treatment on the shielding effectiveness of magnetic shielding films were investigated. The experimental results show that the shielding effectiveness of 50 μm and 100 μm samples increases with the increase of magnetic field intensity, while that of 200 μm samples increases first and then decreases; in the 4~16 Oe magnetic field, the bigger the thickness, the better the shielding effect of the film; the shielding effectiveness of all thickness of the magnetic shielding film will be reduced under 100 $^{\circ}\text{C}$.

Keywords: magnetic shielding; iron-nickel alloy; electrodeposition; shielding efficiency; microstructure

在航空航天、计量测量、精密测量等诸多领域, 磁场会对设备产生各种影响, 因此对外界环境磁场的要求越来越高^[1-4]。如, 雷暴放电直接击中火箭或航天器的表面层, 大量的电流可以流过金属元件和壳体, 形成外部磁场, 对电子设备、集成微电路的运行产生极大的负面影响, 甚至会使设备完全失效。国内外的许多专家都致力于解决磁屏蔽防护问题。HUANG D R^[5]等将铁磁粉末与树脂混合制成磁屏蔽筒, 发现铁磁含量增多可以提高屏蔽性能; WEYAND K^[6]等利用复合材料粘结铁磁合金的方法制备出屏蔽板, 减小了屏蔽性能因屏蔽体的机械加工而降低的影响; 李巧燕^[7]等针对磁传感器屏蔽室的多层磁屏蔽系统屏蔽效能进行了研究, 并设计专门用于低频磁场防护的屏蔽体; 胡叶青^[8]等利用场论的方法推导出双层圆柱壳屏蔽体的径向磁屏蔽效能计算公式, 并通过实验初步验证其合理性; 张晚英^[9]等通过仿真研究了磁屏蔽体厚度、屏蔽体的层数等对屏蔽效能的影响, 得出铝/铜/铁三层组合的磁屏蔽效能优于单层或双层屏蔽体。但传统磁屏蔽技术一般是利用铁磁材料及其合金机械加工成片材、网状或带状结构, 成本昂贵, 技术集成低, 对材料依赖性大, 难以用于结构复杂和小型化(如集成微电路)领域^[10-15]。

收稿日期: 2019-04-17; 修回日期: 2019-06-03

基金项目: 高屏蔽梯度结构磁性薄膜设计及工艺技术(国际科技合作方面)项目资助(201803D421077)

作者简介: 官 剑(1985-), 男, 硕士, 工程师, 主要从事电磁防护技术研究及应用。email:404612349@163.com

本文通过电沉积法制备磁屏蔽薄膜,不仅可以精确控制沉积膜的化学成分和厚度,同时还可以在复杂几何形状的表面上形成薄膜,形成“闭合磁路”,更有效地屏蔽磁场。本文在铝制圆筒基材上制备出铁镍/铜/铁镍多层复合磁屏蔽薄膜,研究了在 4~16 Oe 的外部强磁场的条件下,屏蔽效能与屏蔽层总厚度的关系;并研究了在高温处理后屏蔽效能随外界磁场变化的情况,以期为多层复合磁屏蔽薄膜的研究及其产品设计、生产和应用提供更多有价值的实验依据和参考。

1 实验

1.1 制备工艺流程

多层复合磁屏蔽薄膜制备工艺流程主要有以下 3 步:

1) 表面预处理:表面预处理主要目的是消除基材表面的杂质、金属氧化物、有机物。样品需要通过打磨处理、抛光处理、脱脂处理、化学表面蚀刻等操作。

2) 在基材表面制备粘合层:在基材表面制备粘合层可提高磁屏蔽薄膜对基材表面的粘合强度,制备粘合层分为 4 步:化学镀锌、去除锌层、二次化学镀锌和初步镀铜。

3) 电沉积生成铁磁层($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$)和铜层(Cu):镀铁镍层的电解液采用硫酸盐体系,其组成为 $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (210 g/L), $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (15 g/L), $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (20 g/L), $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (60 g/L), H_3BO_3 (30 g/L), 糖精 (2 g/L)。电流密度 D_c 为 20~25 mA/cm^2 , 电解温度 T 为 30~35 $^\circ\text{C}$, 酸碱度 pH 值为 2.4。第一层为铁磁层,厚度为 3 μm , 第二层为铜层,厚度为 2 μm , 第三层为铁磁层,厚度分别为 45 μm , 95 μm , 195 μm 。镀层厚度通过时间控制,每层镀完之后需在蒸馏水中进行清洗(持续 2 min)。电解液每运行 3 h 进行一次 pH 值控制。

1.2 实验材料及主要设备

铝制基材圆筒:AMr-3 铝合金,外直径 30 mm,壁厚 1 mm,长度 110 mm,如图 1 所示。电解装置:电源为直流电源,阳极为镍,阴极为基板,体积为 200 L,整个电解装置由阳极、阴极、气泡压缩系统、温度和酸碱度传感器等组成,见图 2。

观测设备:光学显微镜,上海美精电子有限公司生产,型号为 MJ-E1130A,最大放大倍数 500 倍;电子显微镜,日本电子 JEOL 公司生产,型号为 JSM-6360。

磁导率测量设备:长沙天恒公司生产,型号为 TD8120,可自动绘制磁导率 μ 与磁场强度 H 曲线;

屏蔽效能测量设备:用于产生均匀磁场的三维亥姆霍兹线圈:英国 Bartington 公司生产,型号为 HC1,每轴最大电感 340 μH ;用于测量屏蔽前后电压的霍尔元件:Honeywell Sensing and Control 公司生产,电压量程 4.5~16 V,型号为 SS421H。

1.3 试验步骤

1) 制备 45 μm , 95 μm , 195 μm 的单层铁镍薄膜,然后多次测量其磁导率,取平均值并记录;

2) 制备不同厚度的多层复合磁屏蔽薄膜:磁屏蔽多层膜结构一共有 3 层,分别为 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Cu}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 。表 1 为磁屏蔽薄膜各层厚度要求,可以看出,屏蔽层的厚度主要由第三层铁镍层决定,而贴合铝基材的铁镍层控制在 $3 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$,铜层控制在 $2 \mu\text{m} \pm 0.5 \mu\text{m}$,总厚度分别为 50 μm , 100 μm , 200 μm ,每种样品 3 组;

3) 用数显千分尺测量多层复合磁屏蔽薄膜每层电沉积前后的总厚度,即可得到该层的厚度,至少在 5 个点处对端面截面进行厚度测量,重复测量并记录;

4) 用光学显微镜观察侧面横截面,用扫描电镜(Scanning Electron Microscope, SEM)观察薄膜表面;



Fig.1 Sample appearance
图 1 样品外观图

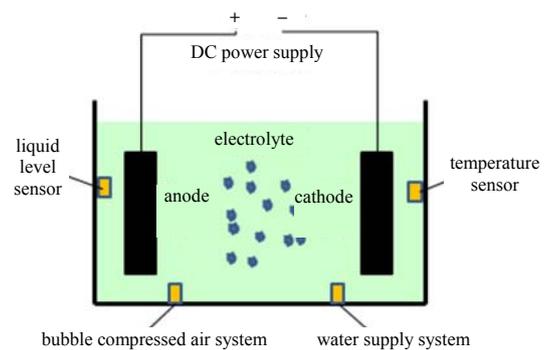


Fig.2 Electrolytic device
图 2 电解装置

表 1 磁屏蔽薄膜各层厚度要求(单位: μm)
Table1 Thickness requirements for each layer of magnetic shielding film(unit: μm)

sample	thickness of each layer	total thickness requirement
Al-50	$\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}:3\pm 1; \text{Cu}:2\pm 0.5; \text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}:45\pm 1$	50 ± 1
Al-100	$\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}:3\pm 1; \text{Cu}:2\pm 0.5; \text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}:95\pm 1$	100 ± 1
Al-200	$\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}:3\pm 1; \text{Cu}:2\pm 0.5; \text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}:200\pm 1$	200 ± 1

5) 磁屏蔽效能系数测量: 将样品放置于亥姆霍兹线圈中, 加入磁场后, 通过霍尔元件测量出屏蔽前后的电压 U_0 和 U_1 , 屏蔽效能系数(Coefficient of Shielding Effectiveness, CSE)按公式 $CSE=20\lg U_0/U_1$ 可计算出, 重复测量取平均值, 并记录;

6) 样品分别加热到 $50\text{ }^\circ\text{C}, 100\text{ }^\circ\text{C}$, 然后冷却 24 h 后, 进行屏蔽效能的测量并记录。

2 结果讨论

2.1 不同厚度的铁镍层磁导率

磁导率越高, 说明该材料导走磁场的的能力越强。因此为了达到理想的屏蔽效果, 需要使用高磁导率的材料。磁导率的大小与材料本身、温度、磁场等都有关系。图 3 为不同厚度的铁镍层的磁导率与磁场强度的关系, 不同厚度的铁镍层磁导率都是先随磁场强度的增加而先增大后降低, 最后趋于稳定。厚度越厚, 磁导率最大值越大, 这可能是因为厚度越厚, 薄膜本身的均匀性越好, 表面缺陷越少。但磁导率不是决定屏蔽效能的唯一因素, 还应具体考虑厚度、使用环境等。

2.2 多层复合磁屏蔽薄膜结构

铜磁导率非常低, 对于磁场本身屏蔽效果不明显, 但铜也是一种良导体, 可以有效屏蔽电场, 减少因涡流效应而产生的磁场的的影响。因此在磁屏蔽体系中, 需要加入一定厚度的铜层。 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 磁导率远大于铜铝, 在铁镍体系中属于高磁导率合金, 因此屏蔽磁场体系中需要以 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 为主。当磁场进入屏蔽体系时, 外层的 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 将大部分磁场通过自身导走, 然后铜层将电场导走, 减少涡流效应产生的磁场, 最里层的 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 进一步弱化磁场, 从而实现磁场屏蔽。同时铁磁/铜/铁磁多层复合屏蔽体系中, 铜层作为抗磁层可调节内部磁场的排布。通过多层结构设计, 可以使磁场在薄膜中更好地被导走, 强化屏蔽磁场的作用。

从图 1 中可以看出样品表面光滑光亮, 无明显断纹、划痕; 从图 4 样品表面扫描电镜图中可以看出, 该工艺制备的多层磁屏蔽薄膜表面平整致密, 分布均匀, 无团聚现象; 图 5 为样品横截面放大图, 可以看出, 该多层复合磁屏蔽薄膜结构由铜和铁镍层组成, 最外层的铁镍层和铜层分界明显, 而贴合铝板的铁镍层由于厚度较小, 和铜层分界不是非常明显。

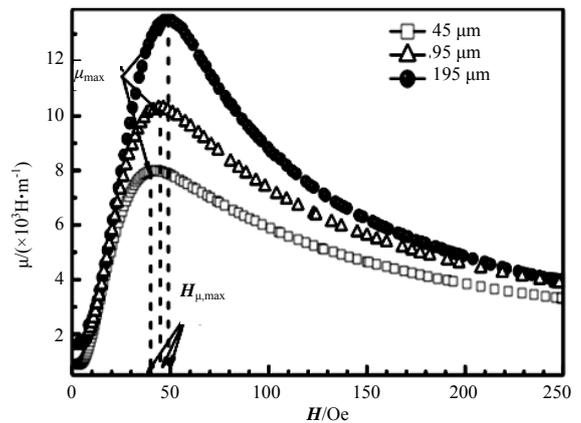


Fig.3 Relationship between μ and H of iron-nickel layers with different thickness

图 3 不同厚度的铁镍层的磁导率 μ 与磁场强度 H 的关系

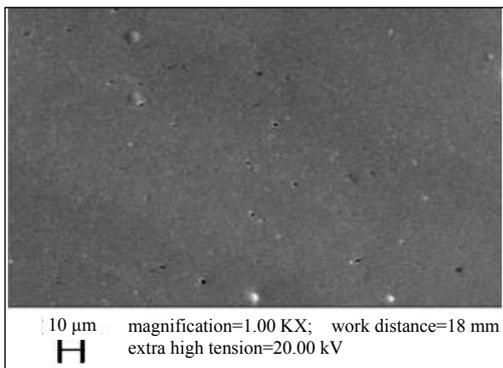


Fig.4 SEM of $50\text{ }\mu\text{m}$ samples
图 4 $50\text{ }\mu\text{m}$ 样品表面 SEM

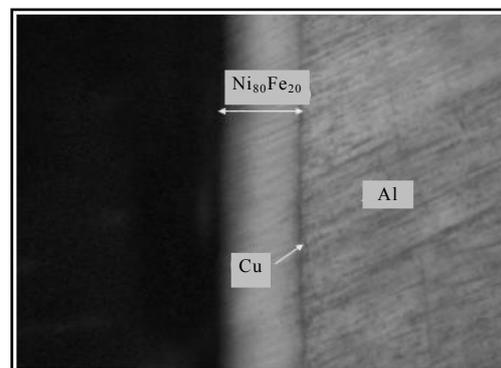


Fig.5 500-fold enlargement of cross-section optical microscopy
图 5 横截面放大 500 倍光学显微镜

电沉积的厚度可以通过电镀化学式计算出来,通过时间来控制每层的厚度,但由于实验误差的存在,实际厚度需要具体测量。将符合表 1 多层复合磁屏蔽薄膜各层厚度的样品,进行磁屏蔽效能测量实验。

2.3 薄膜厚度对屏蔽效能的影响

如图 6 所示,50 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能随磁场强度的增大而增大,在 16 Oe 的磁场强度范围内未达到最大值;100 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能随磁场强度的增大而增大,也未达到最大值;200 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能随磁场强度的增加先上升后下降,在 9.0 Oe 的磁场强度下屏蔽效能最大,达到 62 dB;在 4~16 Oe 磁场强度范围内,厚度越大,屏蔽效能越好,200 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能随磁场强度影响相对最大。

因此,在选择用于磁屏蔽的铁磁材料时,不仅要考虑材料磁导率和厚度,而且必须综合考虑它们将被使用的磁场强度环境。

2.4 高温处理对屏蔽效能的影响

磁屏蔽在高温环境下使用较多,为模拟高温环境对多层复合磁屏蔽薄膜屏蔽效能的影响,将上述制备的样品进行高温处理,图 7 为不同的温度处理下,CSE 与 H 的关系。50 μm 的磁屏蔽薄膜经过温度处理后,屏蔽效能依然随磁场强度的增加而上升。在 6~16 Oe 之间,经过温度处理的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能下降了 1~3 dB,这是因为样品经过热胀冷缩后,较薄的铁磁薄膜结构会受到一定的影响,从而影响了屏蔽效能,且 50 $^{\circ}\text{C}$ 和 100 $^{\circ}\text{C}$ 对屏蔽效能的影响相差无几;100 μm 的磁屏蔽薄膜经过 50 $^{\circ}\text{C}$ 高温处理后,屏蔽效能反而上升,这可能是因为 50 $^{\circ}\text{C}$ 高温使得薄膜中的杂质挥发,薄膜进一步均匀化,屏蔽效能提高;当处理温度变成 100 $^{\circ}\text{C}$ 时,屏蔽效能与未处理时的屏蔽效能相差不大;200 μm 的磁屏蔽薄膜经过 50 $^{\circ}\text{C}$ 温度处理后,屏蔽效能随磁场强度的增加而上升,在 13 Oe 之后,屏蔽效能反而优于未高温处理时的屏蔽效能;200 μm 的磁屏蔽薄膜经过 100 $^{\circ}\text{C}$ 温度处理后,屏蔽效能趋势依然随磁场强度先上升后趋于稳定,屏蔽效能先大幅下降,后随磁场强度的增大,下降幅度降低。

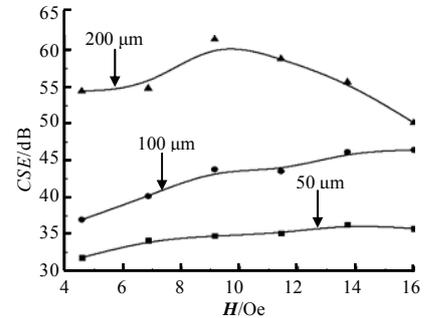


Fig.6 Relation between CSE and H of magnetic shielding films with different thickness
图 6 不同厚度的磁屏蔽薄膜的 CSE 与 H 的关系

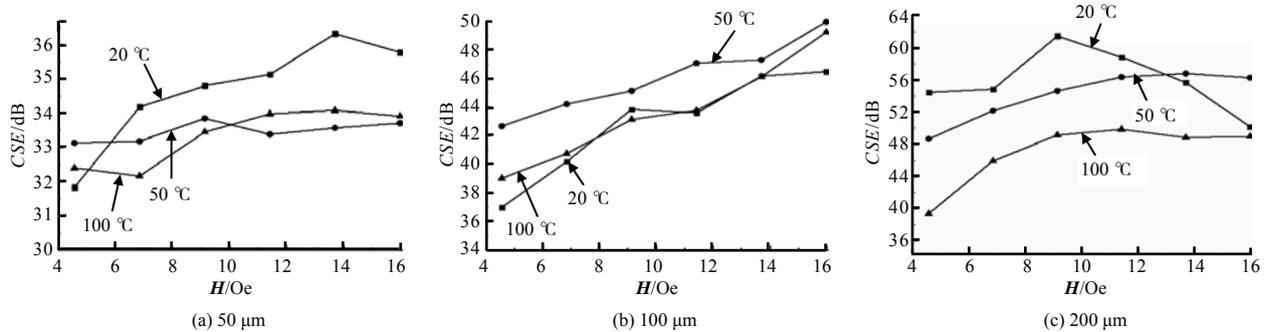


Fig.7 Relation between CSE and H of magnetic shielding films after high temperature treatment
图 7 不同温度处理后的磁屏蔽薄膜的 CSE 与 H 的关系

该实验结果表明,对于 50 μm 的多层复合磁屏蔽薄膜,50 $^{\circ}\text{C}$ 高温会影响其屏蔽效能;对于 100 μm 的磁屏蔽薄膜,50 $^{\circ}\text{C}$ 的高温会使其屏蔽效能增加;对于 200 μm 磁屏蔽薄膜,在 13 Oe 以上的磁场中,50 $^{\circ}\text{C}$ 的高温也会使其屏蔽效能增加;100 $^{\circ}\text{C}$ 的温度会使所有厚度的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能降低。

3 结论

通过电沉积法制备了多层复合磁屏蔽薄膜,在 4~16 Oe 磁场中,厚度越大,薄膜屏蔽效果越好。50 μm 和 100 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能随磁场强度的增大而增大;200 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能则是先增大后下降,在 9.0 Oe 的磁场强度下屏蔽效能最大,达到 62 dB。100 $^{\circ}\text{C}$ 的温度会使所有厚度的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能降低;200 μm 的磁屏蔽薄膜的屏蔽效能随温度影响变化最大,最大降幅达 14 dB。

参考文献:

- [1] SCHULZ R B,PLANTZ V C,BRUSH D R. Shielding theory and practice[J]. IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility, 1988,30(3):187-201.

- [2] TARASOV V A,KOMKOV M A,ROMANENKOV V A,et al. Theory and practice for the manufacture of a composite thermal heat shield for a space ship[J]. 4th International Conference on Advanced Composites and Materials Technologies for Arduous Applications(ACMTAA). Wrexham,UK:IOP, 2016:012015.
- [3] BASYIGIT I B,CAGLAR M F,HELHEL S. Magnetic shielding effectiveness and simulation analysis of metallic enclosures with apertures[C]// 2015 9th International Conference on Electrical and Electronics Engineering(ELECO). Bursa,Turkey: IEEE, 2015.
- [4] HOFER R R,GOEBEL D M,MIKELLIDES I G,et al. Magnetic shielding of a laboratory Hall thruster.II.experiments[J]. Journal of Applied Physics, 2014,115(4):721-731.
- [5] HUANG D R,DOW W H,YAO P C,et al. Electromagnetic shielding properties of amorphous alloy shields for cathode ray tubes[J]. Journal of Applied Physics, 1985,57(8):3517-3519.
- [6] WEYAND K,YI Z,BOUSACK H. Compound material for electromagnetic shielding in electrical and cryoelectrical applications[C]// Proceeding of Conference on Precision Electromagnetic Measurements Digest. Boulder,CO,USA:IEEE, 1994.
- [7] 李巧燕,王保国,马通边,等. 低频高性能屏蔽装置的设计[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2016,14(4):591-595. (LI Qiaoyan,WANG Baoguo,MA Tongbian,et al. Design of shielding device with low-frequency and high-performance[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2016,14(4):591-595.)
- [8] 胡叶青,林春生,周建军. 多层圆柱壳屏蔽体的径向静磁屏蔽效能分析[J]. 武汉理工大学学报(交通科学与工程版), 2012,36(6):1306-1309. (HU Yeqing,LIN Chunsheng,ZHOU Jianjun. Analysis of magneto-static shielding effectiveness of the double-layer spherical enclosure[J]. Journal of Wuhan University of Technology(Transportation Science and Engineering Edition), 2012,36(6):1306-1309.)
- [9] 张晚英,施乐,张杰峰,等. 多层圆柱形磁屏蔽体磁屏蔽特性研究[J]. 湖南大学学报(自然科学版), 2017,44(8):84-90. (ZHANG Wanying,SHI Le,ZHANG Jiefeng,et al. Research of magnetic shielding efficiency of multilayer cylindrical shield[J]. Journal of Hunan University(Natural Science Edition), 2017,44(8):84-90.)
- [10] FAGNARD J F,DIRICKX M,AUSLOOS M,et al. Magnetic shielding properties of high- T_c superconducting hollow cylinders: model combining experimental data for axial and transverse magnetic field configurations[J]. Superconductor Science and Technology, 2009,22(10):105002.
- [11] GOZZELINO L,MINETTI B,GERBALDO R,et al. Local magnetic investigations of bulk samples for magnetic shielding applications[J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2011,21(3):3146-3149.
- [12] ZHANG Xian,ZHANG Pengcheng,YANG Qingxin,et al. Magnetic shielding design and analysis for wireless charging coupler of electric vehicles based on finite element method[J]. Transactions of China Electrotechnical Society, 2016,31(1):71-79.
- [13] VOVROSH J,VOULAZERIS G,PETROV P,et al. Additive manufacturing of magnetic shielding and ultra-high vacuum flange for cold atom sensors[R]. Scientific Reports, 2018.
- [14] MASUZAWA M,TERASHIMA A,TSUCHIYA K,et al. Magnetic shielding for superconducting RF cavities[J]. Superconductor Science and Technology, 2017,30(3):034009.
- [15] MARINS J A,SOARES B G,BARUD H S,et al. Flexible magnetic membranes based on bacterial cellulose and its evaluation as electromagnetic interference shielding material[J]. Materials Science & Engineering C, 2013,33(7):3994-4001.