

國立交通大學

機械工程學系

碩士論文

電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料
之疲勞特性研究

Fatigue Property Investigation on Electroplated Ni
and Ni-diamond Nanocomposite

指導老師：徐文祥 教授

學 生：葉昶志

中華民國 九十七年 六月

電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料
之疲勞特性研究

Fatigue Property Investigation on Electroplated Ni
and Ni-diamond Nanocomposite

研究生：葉昶志 Student：Chang-Jhih Yeh

指導教授：徐文祥 Advisor：Wensyang Hsu



A Thesis
Submitted to Institute of Mechanical Engineering
College of Engineering
National Chiao Tung University
in partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master
in
Mechanical Engineering

June 2008

Hsinchu, Taiwan, Republic of China

電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料 之疲勞特性研究

研究生：葉昶志

指導教授：徐文祥

國立交通大學機械工程學系 碩士班

摘要

本論文主要利用微機電製程技術及電鍍技術，製作電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料之懸臂樑結構，並採用微力試驗機搭配微探針頂推懸臂樑自由端的方式，對懸臂樑進行彎曲及疲勞試驗，以探討電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料之疲勞特性的差異。

在試片設計上，本論文於懸臂樑上增加一接觸孔設計，可方便微探針對位，及避免微探針與試片表面接觸時的滑動。此一接觸孔設計，為彎曲及疲勞試驗時因接觸滑動所引起的誤差，找到了一個簡易的解決方法。

在彎曲試驗中，以電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料所製成的長 130 μm 、厚 15 μm 懸臂樑結構，於試驗所得的 F- δ 圖，可得材料的比例限對應的位移分別為 18 μm 及 22 μm ，以作為疲勞試驗的最大位移量，且由電鍍鎳-鑽奈米複合材料製作而成之懸臂樑的剛性及楊氏係數略高於電鍍鎳，與前人的研究結果相符。

在疲勞試驗中，由試驗所得的 S-N 曲線可知，當材料受到相同比例的週期性位移負載時，如約 89% δ_{max} 時，電鍍鎳材料的疲勞壽命比電鍍鎳-鑽奈米複合材料高約 5 倍。而受相同位移負載時，例如 16 μm 時，電鍍鎳材料的疲勞壽命比電鍍鎳-鑽奈米複合材料高約 3 倍，利用奈米壓痕機量測得知的楊氏係數計算力量及應力，在受到相同的力量時，例如 50 mN 時，電鍍鎳材料的疲勞壽命比電鍍鎳-鑽奈米複合材料高約 3 倍，而受相同週期性應力也是。電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞比分別為 0.69 及 0.46。

Fatigue Property Investigation on Electroplated Ni and Ni-diamond Nanocomposite

Student : Chang-Jhih Yeh

Advisor : Wensyang Hsu

Department of Mechanical Engineering
National Chiao Tung University

Abstract

In this study, cantilever beams are fabricated by electroplated Ni and Ni-diamond nanocomposite. A MTS micro-force testing machine (Tytron 250) with a probe is adopted for bending test and fatigue test.

In the test beam design, a cantilever beam with a contact hole is included to improve the quality of the test data.

In the bending test, a load-displacement curve is obtained and the Ni-diamond nanocomposite is about 1.2 times the proportional limit of the pure electroplated nickel. In addition, the stiffness, as well as the Young's modulus, of Ni-diamond nanocomposite is higher than pure electroplated nickel, and this result is insistent with previously reported results.

In the fatigue test, the S-N curve is obtained. The Young's modulus of electroplated Ni and Ni-diamond nanocomposite are measured by the means of the nanoindentation test. In the same proportional loading of maximum displacement (ex. 89% δ_{\max}), the pure electroplated nickel is about 5 times the fatigue life of Ni-diamond nanocomposite. When the same displacement is applied (ex. 16 μm), the pure electroplated nickel is about 3 times the fatigue life of Ni-diamond nanocomposite. Similarly, when the same force is applied (ex. 50 mN), as well as the stress, the pure electroplated nickel is about 3 times the fatigue life of Ni-diamond nanocomposite. In addition, the endurance ratio of pure electroplated Ni and Ni-diamond nanocomposite are 0.69 and 0.46, respectively.

誌謝

兩年的時間真是咻一下的就過去了，在碩士班的日子裡，學到了很多，不但在微機電相關領域認識不少，更懂得團隊合作溝通的要領，能順利完成我的碩士論文，要感謝許多人。

首先要感謝我的指導教授徐文祥老師常能指出我的問題所在，使我能發現自己思慮不周的地方，學長鍾博(君煒)、楊大哥(涵評)、小白(駿偉)、Peanut(家聖)、Hook(毅家)、Jove(元德)、ggcone(家維)、qaz(仁宏)、pot(耕碩)，常常在我實驗上給我寶貴的意見與製程經驗上的傳授，讓我站在前人的經驗上繼續的往前，減少了很多摸索的力氣，以及一起奮鬥的同學 Lucker(岳剛)、smile(啟煥)、Magician(宗宏)、dsu(柏青)、Jay(志嘉)、okg(志良)、shingo(其論)、Rdjue(秉昆)、Jerous(志通)、wind(琪惇)，一起分享實驗的心情，有人在一起奮鬥的感覺讓我感到不孤單，而學弟胖虎(鎧宇)、大頭(軒宇)、Teru(皓宇)、小高(澤瑋)、小熊(淳旭)，在我實驗忙時，幫我分擔實驗室的事情，相當能幹，也陪著我休閒，減輕我煩躁的心情，還要感謝逢甲的瑜婷、彩哥、孟嵐、阿樂，你們真的很可靠，讓我有穩定的儀器可以使用，以及感謝居紫讓我在人生地不熟的台中有個可以棲身的地方，安穩的休息，精神保滿的面對每一天的實驗，最後還要感謝我的家人，在碩士班期間，我長時間不在家，每當我實驗不順或是疲累時，能給予我一個完全休息放鬆的地方，給予我精神上及生活上得支持，讓我好好的充電再出發，沒有這些人的幫助，我的碩士班生活不會這麼精彩，也才能順利的完成這階段的學位，謝謝你們。

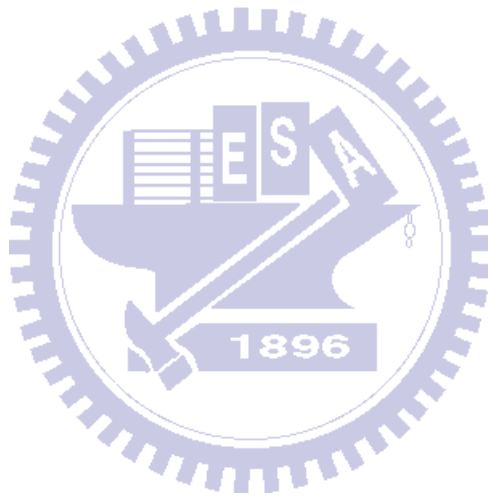
昶志 謹予 風城交大

目錄

中文摘要.....	I
英文摘要.....	II
誌謝.....	III
目錄.....	IV
表目錄.....	V
圖目錄.....	VI
第一章 緒論.....	1
1.1 研究動機.....	1
1.2 文獻回顧.....	2
1.2.1 電鍍鎳薄膜機械特性.....	2
1.2.2 鎳疲勞特性.....	4
1.2.3 電鍍鎳-鑽複合材料.....	6
1.3 研究目標.....	8
第二章 理論介紹.....	10
2.1 電鍍原理.....	10
2.1.1 電鍍操作條件.....	11
2.2 疲勞測試理論.....	12
第三章 實驗規劃.....	16
3.1 研究方法.....	16
3.2 量測部份.....	17
3.2.1 機台介紹.....	17
3.2.2 量測流程.....	18
3.3 試片設計與製作.....	21
第四章 量測與討論.....	27
4.1 量測結果.....	27
4.1.1 彎曲試驗.....	27
4.1.2 疲勞試驗.....	28
4.2 討論.....	33
第五章 總結與未來工作.....	36
5.1 總結.....	36
5.2 未來工作.....	37
參考文獻.....	38

表目錄

表 3-1 電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料之相關電鍍參數	26
表 5-1 疲勞試驗之結果	37



圖目錄

圖 1-1 微壓痕器示意圖	3
圖 1-2 “負荷-壓痕深度圖”	4
圖 1-3 Maekawa 等人提出之疲勞測試系統	6
圖 2-1 電鍍系統示意圖	11
圖 2-2 週期性變動應力圖	13
圖 2-3 R=0 的零-拉應力的應力循環圖	14
圖 2-4 疲勞測試的S-N曲線	15
圖 3-1 測試用懸臂樑結構	16
圖 3-2 實驗架設示意圖	18
圖 3-3 彎曲試驗示意圖	19
圖 3-4 探針與懸臂樑試片接觸CCD影像	19
圖 3-5 疲勞試驗示意圖	21
圖 3-6 初步設計懸臂樑試片	22
圖 3-7 初步設計測試後SEM圖	22
圖 3-8 初步設計彎曲測試之力量-位移圖	22
圖 3-9 改良設計懸臂樑試片	23
圖 3-10 改良設計測試後SEM圖	23
圖 3-11 改良設計彎曲測試之力量-位移圖	23
圖 3-12 懸臂樑結構製作流程圖	25
圖 3-13 懸臂樑結構SEM圖	25
圖 4-1 實驗量測架設圖	27
圖 4-2 彎曲測試之力量-位移關係圖	28
圖 4-3 以 $87\% \delta_{Ni-d,max}$ 為例之疲勞試驗圖	30
圖 4-4 電鍍鎳-鑽米複合材料試片發生疲勞破壞SEM圖	31
圖 4-5 電鍍鎳-鑽米複合材料試片未發生疲勞破壞SEM圖	31
圖 4-6 疲勞試驗結果之S-N曲線(y軸為 $\% \delta_{max}$)	32
圖 4-7 疲勞試驗結果之S-N曲線(y軸為Displacement)	32
圖 4-8 疲勞試驗結果之S-N曲線(y軸為Force)	33
圖 4-9 疲勞試驗結果之S-N曲線(y軸為Stress)	33
圖 4-10 電鍍鎳彎曲測試與疲勞測試SEM圖	34
圖 4-11 電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料疲勞破壞SEM圖	35

第一章緒論

1.1 研究動機

微機電系統(Micro-Electro-Mechanical Systems, MEMS)，是把機械微小化並與微電子系統整合，其微小化後，有著反應時間減短、耗損能量減少的特點，使得系統效率得以提昇，加上易於批次製造的優點，使得微機電系統在近年來受到重視，並且在各界被廣泛的研究。

微機電系統主要是利用半導體製造技術，搭配其他微加工技術，來製作出各式各樣的微元件，而微機電系統的設計要能夠產品化的話，微元件的可靠度(reliability)更是需要注意的，依現今的技術而言，要製造出內部完全無缺陷的元件，是非常困難的，而這些內部的缺陷，在微元件運作時，會受到溫度及應力的作用，會產生應力集中或缺陷擴張等現象，進而造成微元件的破壞；而材料方面，材料進入了微米尺度後，材料特性與巨觀尺度有所不同，此時可靠度的研究更顯得重要，為了使微元件的可靠度提昇，研究材料的疲勞(fatigue)特性，累積經驗，以便能更加精準的預測微元件的壽命(life time)，進而找尋最佳化的參數，使微元件更易產品化。

在本實驗室的先前研究中，發現在電鍍鎳中加入奈米鑽石粒子所製成的電鍍鎳-鑽奈米複合材料(Ni-diamond nanocomposite)，可改善電鍍鎳的電性和提升其熱膨脹係數(coefficient of thermal expansion,

CTE)。本論文將進一步研究電鍍鎳-鑽奈米複合材料於薄膜下的疲勞特性。

1.2 文獻回顧

1.2.1 電鍍鎳薄膜機械特性

電鍍鎳由 1842 年發展至今，不僅技術純熟且對其機制已有相當深入的探討。由於電鍍鎳穩定性高、耐蝕性佳，且具有高硬度、抗磨耗的良好機械特性，所以鎳是電鍍技術中應用最廣的材料，並相當適合做為微致動器結構之材料。

元件微型化後，因為微元件有較大的表面體積比，所以材料表面微結構對薄膜材料的機械性質影響甚巨，因此材料在薄膜下的機械性質表現與塊材時有所不同，另外同一材料，也會因為製程參數的不同，而使材料微結構有所不同，而這些不同的微結構，也會影響機械性質的表現。而這些薄膜材料，因為不同的製程參數所形成不同的微結構及對應的機械特性，目前尚未被徹底的了解，且沒有較為齊全的資料可供查詢。因此在可標準化的材料製程與量測下，更進一步且大量的研究，建立這些薄膜材料特性的參考資料，是不可或缺的工作。

如要量測薄膜材料與微小體積材料的機械性質，奈米壓痕儀 (Nanoindenter) 是適合的量測工具，如圖 1-1 所示，壓痕試驗 (indentation test) 造成的變形很小，因此可應用於薄膜材料機械性質方

面的量測。奈米壓痕儀有壓痕器負荷加壓系統、壓痕深度感應系統加上圓形或錐形的奈米壓痕儀尖端，此儀器可以量測出試片的硬度及楊氏係數，奈米壓痕儀的尖端通常由鑽石所製成，在已知的下壓負荷下，對試片進行微壓痕測試，負荷在持續一段時間後移除，在試片上會留下殘留壓痕，在知道最大負荷及壓痕表面積的前提下，可推算出試片的硬度。奈米壓痕儀配備壓痕深度感測系統能在壓痕測試過程中獲得”負荷-壓痕深度圖(Load-Displacement Diagram)”，如圖 1-2所示，可推出試片的硬度、楊氏係數及其他機械性質。

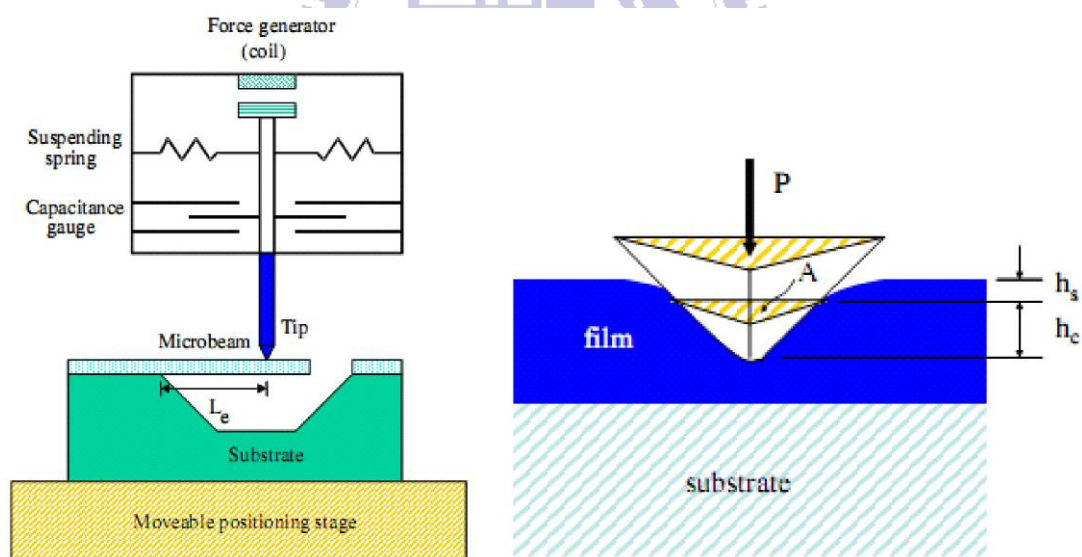


圖 1-1 微壓痕器示意圖

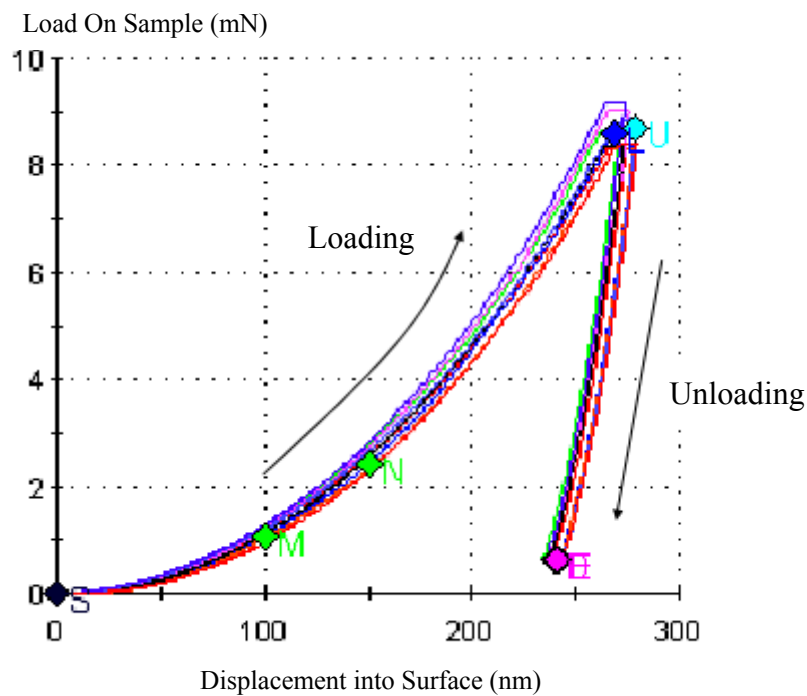


圖 1-2 “負荷-壓痕深度圖”

2005 年 Tsou 等人[1]利用奈米壓痕儀來研究電鍍鎳薄膜的楊氏係數與降伏強度，他們採用了兩種方式來量測楊氏係數，首先利用奈米壓痕儀對試片做彎曲試驗(bending test)，經由計算，得知電鍍鎳薄膜的楊氏係數在 179 GPa ~ 199 GPa(平均 191 GPa)這範圍內，而降伏強度則是 0.66 GPa ~ 1.12 GPa(平均 0.79 GPa)，接著使用奈米壓痕儀對試片做壓痕試驗(indentation test)，得到了電鍍鎳薄膜的楊氏係數為 205 ± 13 GPa。

1.2.2 鎳疲勞特性

材料的機械疲勞特性是微機電系統可靠度的重要指標之一。當知

道材料的機械疲勞特性後，便能預測微元件的壽命，這對於微機電系統的長遠研發與微型化，扮演非常重要的角色。一般來說，在微尺寸下，所謂的疲勞測試，即是將週期性負載(cyclic loads)施加於微懸臂測試樑(micro-cantilever test beam)結構的自由端上，使其固定端處承受變動應力(fluctuating stress)直至疲勞損壞產生為止。通常於微懸臂測試樑的固定端處會設計一凹痕(notch)，以提供應力集中並做為疲勞裂痕成長處。而微懸臂測試樑之疲勞損壞則可藉由其外觀、形變量(displacement)、剛性(stiffness)和自然共振頻率漂移來判定。此外，材料的機械疲勞特性則可由壽命週期(life cycle)、施加負載(applied load)、應力(stress)、應變(strain)或裂痕位置(locations of fracture)等參數來決定。

1999年，Maekawa等人[2]利用微機電製程技術中的聚焦離子束(focused ion beam)加工，製作一以無電極電鍍鎳(electroless plated Ni-P)為材料的懸臂樑測試試片，並以鑽石探針於懸臂樑的自由端施加負載，討論無電極電鍍鎳材料於週期性力量負載下的疲勞特性，如圖1-3所示。由其量測結果可知，厚度為12 μm的無電極電鍍鎳材料，其彎曲強度為60 mN，而在承受頻率為10 Hz的週期性彎曲負載下，無電極電鍍鎳材料的疲勞限(fatigue limit)為20 mN，其疲勞比(endurance ratio)=疲勞強度/彎曲強度=0.33。

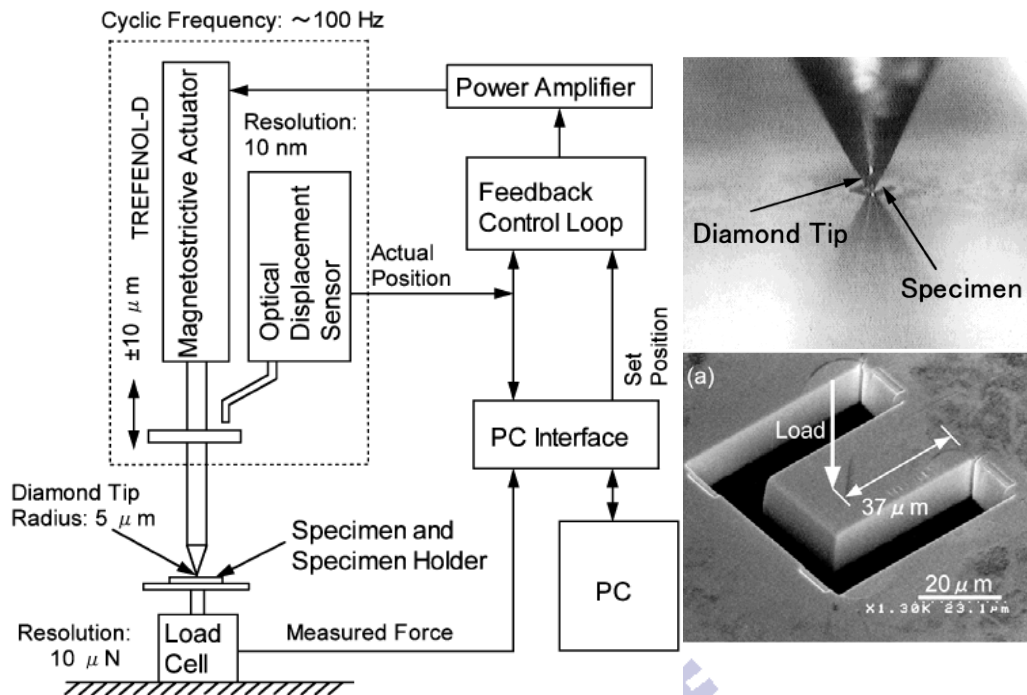


圖 1-3 Maekawa 等人提出之疲勞測試系統

2005 年，J.Aktaa 等人[3]利用微機電製程技術中的電鑄技術 (LIGA)，製作電鍍鎳的測試試片，把試片與基材分離後，使用自製的疲勞測試機，討論電鍍鎳材料於週期性負載下的疲勞特性，由其量測結果可知，厚度為 100 μm 的電鍍鎳材料，其拉伸強度為 863 MPa，當其受 200 Hz 週期性負載下，電鍍鎳材料的疲勞限為 187.5 MPa，其疲勞比約為 0.21。

1.2.3 電鍍鎳-鑽複合材料

複合材料是近幾年工業界及學術界一直在研究的一種頂尖材料，其結構是由兩種或兩種以上不同物理或化學性質的材料組合而成的一種多相固體材料。由於複合材料的機械性質通常能優於單一材

料，因此可改善單一材料的缺點，使其具有更廣泛的應用[4]。在複合材料中，通常有一相為連續相，稱為基材(matrix)；另一相為分散相，則稱為增強(reinforced)材料。

本研究所提之電鍍鎳-鑽奈米複合材料，即是以直流電鍍鎳(electrolytic nickel)為基材、奈米鑽石粉末(nano-diamond particles)為增強材料，由複合電鍍技術所製造而成：利用攪拌均勻且分散地奈米鑽石粉末混合於鎳電鍍液中，當鎳金屬離子在陰極進行電化學沈積時，陰極附近不帶電的奈米鑽石粉末，則會因為攪拌機械力機制、電泳機制或吸附機制，和鎳金屬共沈積於陰極表面[5-7]，然後沈積的鎳金屬會慢慢地包覆奈米鑽石粉末，形成金屬基複合材料(metal matrix composite, MMC)。

2005年，Teh 等人[8]在鎳電鍍液中添加不同濃度的奈米鑽石粒子(平均粒徑~4 nm)，發現由於奈米鑽石粒子的添加，會降低電鍍鎳薄膜的殘留應力(趨向壓應力)。當奈米鑽石粒子濃度為 1 g/L 時，此時電鍍鎳-鑽複合材料鍍膜的殘留應力，由原先純鎳鍍膜的 26.6 MPa 降至 4 MPa；而當添加的奈米鑽石粒子濃度為 3 g/L 時，則電鍍鎳-鑽複合材料鍍膜的殘留應力已降至 2.7 MPa。

2006年，本實驗室 Tsai 等人[9]，發現在鎳電鍍液中添加奈米鑽石粒子(最大粒徑<500 nm)所形成的電鍍鎳-鑽奈米複合材料，和原先

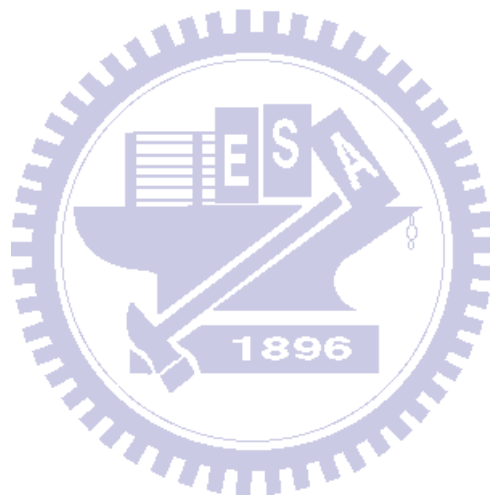
純電鍍鎳材料相比較，除了能提升材料的楊氏係數(Young's modulus, E)、硬度(hardness)和電阻率(resistivity)外，還可提升材料的熱膨脹係數。當奈米鑽石粒子濃度為 2 g/L 時，此時電鍍鎳-鑽奈米複合材料的熱膨脹係數由原先純電鍍鎳的 $23 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 提升至 $50 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ，約有兩倍的提升。且由電熱式微致動器的應用，同位移下，電鍍鎳-鑽奈米複合材料可降低致動器的操作功率，比純鎳的微致動器減少 73%，故電鍍鎳-鑽奈米複合材料相當適合做為微電熱致動器之結構。此外，因為奈米鑽石粒子嵌入於電鍍鎳金屬中，會增加電鍍鎳-鑽奈米複合材料的楊氏係數與密度之比(E/ρ)和共振頻率(resonant frequency)，故電鍍鎳-鑽奈米複合材料也非常適合射頻微機電元件(RF MEMS)。

1.3 研究目標

從前面的文獻回顧可以發現，對於電鍍鎳薄膜結構的疲勞特性，發表的文獻並不多，而且沒有較齊全量化的數據，而電鍍鎳-奈米複合材料的機械特性的研究也很少，而電鍍鎳-奈米複合材料的疲勞特性研究，則沒有搜尋到相關的文獻，因此電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞特性的研究是有其必要性的。

本論文的研究目標主要放在電鍍鎳-鑽奈米複合材料於薄膜下的

疲勞特性探討，利用微機電製程技術，製作懸臂樑，材料方面則另外採用純電鍍鎳來比較不同材料的疲勞特性，利用 MTS Tytron 250 微力試驗機來做相關的疲勞測試，透過 MTS 的 BTW (Basic Test ware) 軟體軟體，來擷取所需要的資料，分析疲勞特性，希望能夠描繪出疲勞特性的 S-N 曲線。



第二章理論介紹

2.1 電鍍原理

電鍍本來的目的是為了在物品表面依照需求鍍上不同的金屬層。

1. 給予物品金屬光澤外觀(如:金、銀的電鍍)。
2. 物品防銹(如鋅、鉻的電鍍)。
3. 提高物品磨耗性(如鉻的電鍍)。
4. 提高物品導電性(如金、銀、銅的電鍍)。
5. 提高物品的潤滑性(如鉛、錫的電鍍)。

而隨著微機電系統的發展，使得電鍍有了新的應用，微機電系統利用光阻以及電鍍製程來製造微元件及微結構，在已經定義好圖案的光阻層上，把金屬選擇性地電鍍在導電的電鍍種子層(seed layer)上，來形成所需要的微結構。

電鍍是一種電化學反應，將金屬物品浸於欲鍍金屬的離子溶液中，以金屬物件為陰極，另一端放置適當陽極，並通以直流電流，使金屬物件表面形成一層密著性極佳金屬薄膜的加工法，如圖 2-1所示。

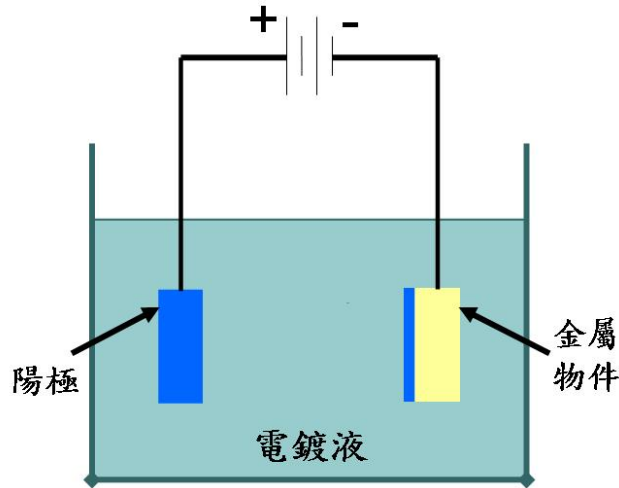


圖 2-1 電鍍系統示意圖

2.1.1 電鍍操作條件

影響電鍍層的條件有電流密度、鍍液溫度、攪拌方式、陽極種類等條件。

1. 電流密度：

電流密度會影響電鍍的速率、電鍍層的細密程度。一般來說，電流密度越大，電鍍速率越快，但電鍍層的會越粗糙，反之電流密度小，電鍍速率較慢，但電鍍層會比較細緻，若電流密度過大，超過極限電流密度，則電鍍層會有燒灼的現象產生，為了防止此現象產生，電流密度適當降低、攪拌、提高鍍液溫度、添加適當的 PH 值緩衝劑等方法都可減少此現象的產生。

2. 鍍液溫度：

鍍液溫度越高，電流效率越高，本論文電鍍系統的鍍液溫控都採

用直接把鍍槽置入恆溫槽中的方式來控制鍍液溫度。

3. 攪拌方式：

鍍液攪拌的方式有陰極移動攪拌、空氣攪拌及鍍液流動攪拌三種，其中陰極移動攪拌和空氣攪拌需要搭配電鍍系統的設計，而鍍液流動攪拌則是透過鍍液循環過濾系統，把鍍液在電鍍槽中循環的方式來達到攪拌的效果，本論文則採用空氣攪拌的方式。

4. 陽極種類

電鍍陽極分金屬或非金屬(如碳棒)，另外又可以分為可溶性陽極及不溶性陽極兩種。可溶性陽極因為電解作用使金屬離子擴散進入電鍍液中，補充金屬離子在陰極析出的量，而不溶性陽極則沒有補充金屬離子的效果，需要定時檢查及補充鍍液中金屬離子的含量。

2.2 疲勞測試理論

材料的疲勞特性是微系統可靠度的重要指標之一，當知道材料的疲勞特性時，便可以更準確的預測元件壽命，這對微機電系統的研究及發展會有不小的幫助。

一般來說，當材料受到比極限強度(ultimate strength)還小的外加應力時，就不會破壞，這從拉伸試驗可知，但如果是可動元件在運轉時，結構所受的應力並不是保持一個定值，而是呈現週期性的變化

的，這個週期性的應力，雖然小於材料的極限強度(ultimate strength)，甚至比降伏強度(yield strength)還小，卻依然造成結構破壞，這種因為週期性變化應力所產生破壞的現象就稱之為疲勞。

一般疲勞測試的作法，是施予結構週期性的負載，使其結構承受低於材料極限強度(ultimate strength)，甚至低於材料降伏強度(yield strength)的週期性變動應力，如圖 2-2所示，直到結構中有缺陷產生、缺陷擴張，最後發生疲勞破壞為止。

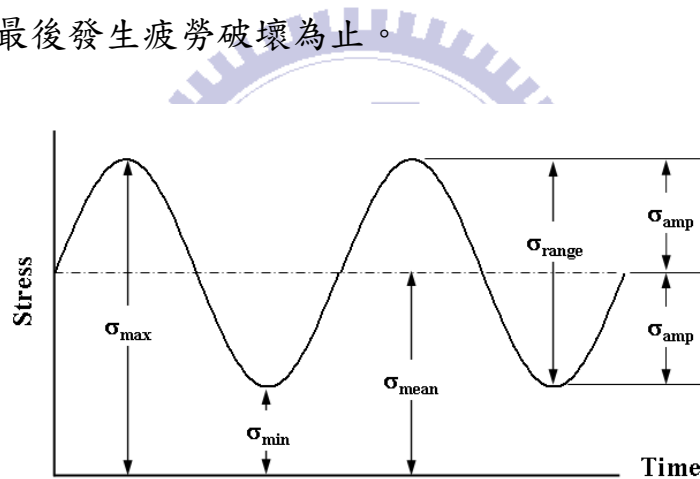


圖 2-2 週期性變動應力圖

其中 σ_{\max} = 最大應力

σ_{\min} = 最小應力

$$\sigma_{range} = \sigma_{\max} - \sigma_{\min} = \text{應力範圍} \quad \sigma_{amp} = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} = \text{應力振幅}$$

$$\sigma_{mean} = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2} = \text{平均應力} \quad R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} = \text{應力載荷比}$$

在應力控制的部份，在很多實際的情況下，並無法使用平均應力 (σ_{mean}) 為零的完全返復應力 (completely reversed) 週期來做測試，而平均應力對材料的行為有影響，其中應力載荷比 $R=-1$ 表示完全返復

應力， $R=0$ 表示零-拉應力， $R=1$ 是固定負載，如圖 2-3所示。

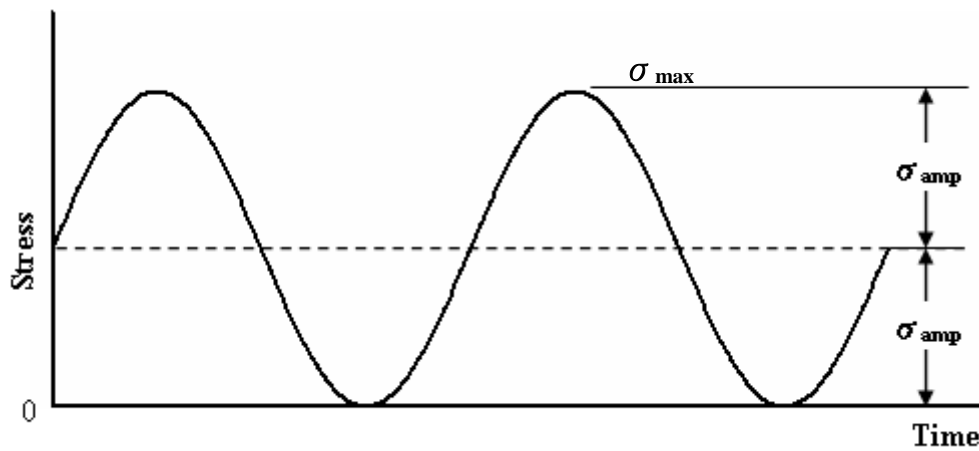


圖 2-3 $R=0$ 的零-拉應力的應力循環圖

疲勞壽命的定義是指結構受到週期性應力時，達到結構破壞時所需的週期數，圖 2-4為疲勞曲線的S-N曲線，一般用S-N曲線描述結構的疲勞壽命，當循環應力較接近材料降伏強度時，容易產生循環塑性應變而導致破壞，這時的疲勞壽命較短，循環應力週期數(N)低於 10^3 次，稱為低週疲勞(low cycle fatigue)，低週疲勞時，以塑性應變為主導作用，因此又稱為塑性疲勞或應變控制疲勞，而當循環應力較小的時候，疲勞壽命較長，循環應力週期數(N)高於 10^3 次，稱為高週疲勞(high cycle fatigue)，此時彈性應力為主導作用，所以又稱彈性疲勞或是應力控制疲勞，另外當循環應力低於某一應力值時，結構可承受無限次應力循環，卻不會發生破壞的情形，這應力值的最大值稱為疲勞限(fatigue limit)。

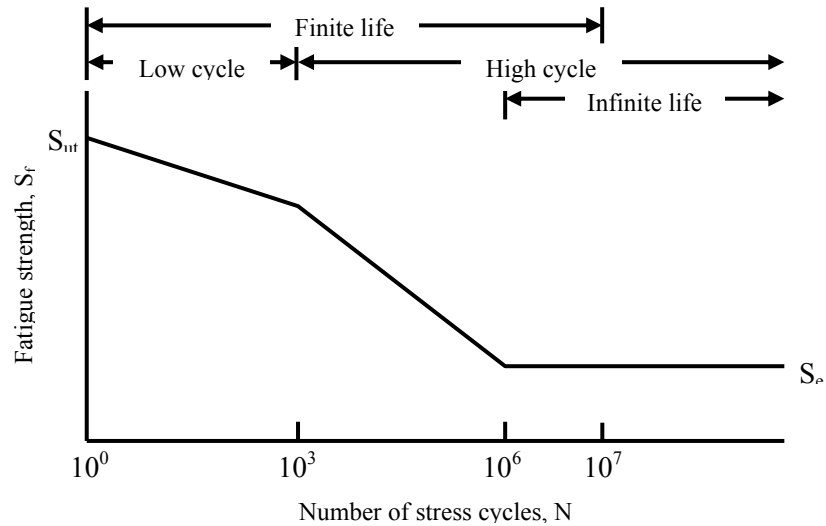


圖 2-4 疲勞測試的 S-N 曲線

材料疲勞斷裂的過程可以區分為三個時期：

1. 裂縫產生期(crack initiation period)：

由於材料內部的差排(dislocations)因為返復的剪應力而移動到試片表面，累積成小凹口，再擴大成裂縫。

2. 裂縫傳播期(crack propagation period)：

返復的拉應力使形成的裂縫慢慢的擴大。

3. 最後斷裂期(final rupture)：

試片所殘留的截面積不再足夠承受最大拉應力而快速的斷裂。

第三章實驗規劃

3.1 研究方法

本論文利用微機電面型微加工技術、體型微加工技術結合電鑄技術，製作懸臂樑，如圖 3-1所示，材料方面，使用電鍍鎳材料和電鍍鎳-鑽奈米複合材料。

一般在做疲勞試驗時，通常有兩種方法，一是給予週期性的力量，使試片受到週期性的變動應力，直到試片產生疲勞破壞為止；另一種是施予週期性的位移，使試片受到週期性的變動應變，直到試片產生疲勞破壞為止，由於利用控制力量來進行疲勞試驗，對力回饋系統的要求較高，因此本論文將採用控制位移的方式來進行疲勞試驗。

在進行疲勞測試前需先進行彎曲試驗，量測到電鍍鎳材料和電鍍鎳-鑽奈米複合材料之受力與形變關係，找尋材料的比例限 (Proportional limit)所相對應的位移量。由比例限所相對應位移量，即可決定疲勞測試所需討論的最大位移量。接著進行疲勞試驗則是以控制位移量變化，以決定懸臂樑所承受的變動應變，來討論懸臂樑的疲勞壽命。

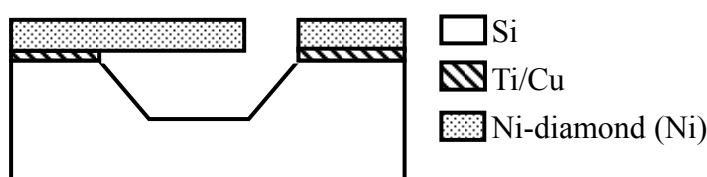


圖 3-1 測試用懸臂樑結構

3.2 量測部份

3.2.1 機台介紹

本實驗是利用 MTS Tytron 250 微力試驗機(由逢甲大學微機電實驗室提供)來作彎曲及疲勞試驗，此微拉伸試驗機為一閉迴路系統，基本性能下：

1. 負載力量範圍：1 mN~250 N
2. 位移範圍：0.1 μm ~ 100 mm
3. 最大頻率：50 Hz
4. Load cell：有 5 N 及 250 N 兩種，本實驗採用 5 N(量測精度 1 mN)
5. Displacement gage：位移精度 0.1 μm

此機台可分為右側傳動軸(actuator)及左側夾具固定座(fixture)兩部份，施加負載用的探針，利用探針座安裝於傳動軸上，左側固定座部份主要設計兩中介板，作為 X-Y 平台、力感測器及試片夾持座的連結，試片固定在試片夾持座上。配合不同的夾具及參數設定，可作彎曲、拉伸及疲勞等測試，而整個機台是放置在光學防震桌上，以避免量測時因為人為的走動，造成的實驗誤差，實驗架設示意圖如下圖。

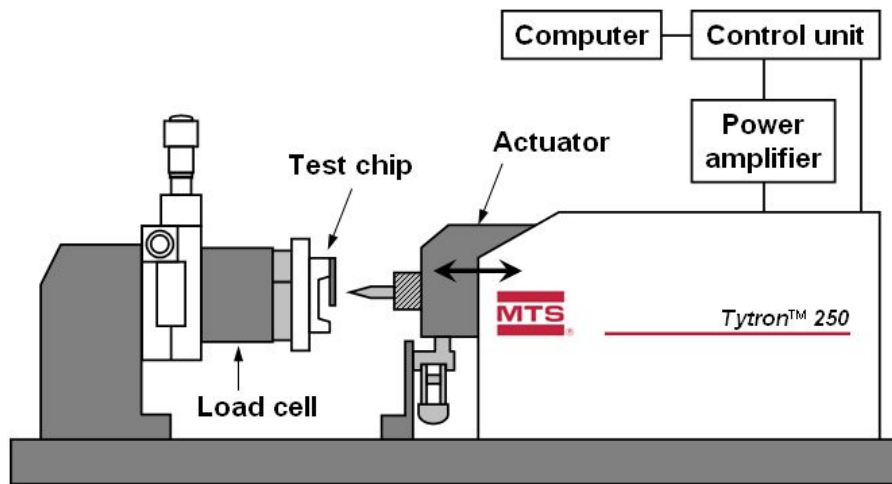


圖 3-2 實驗架設示意圖

3.2.2 量測流程

3.2.2.1 彎曲試驗

本實驗中的彎曲試驗部份，是把懸臂樑試片固定在試片夾持座上，探針利用探針座固定在微拉力試驗機的傳動軸上，利用儀器中的 BTW (Basic Test ware) 軟體，設定方向為水平軸方向，控制模式採用位移模式(displacement mode)，實驗形式為單向型式(monotonic)，利用 CCD 來對準，使探針施力於為懸臂樑表面上，其接觸點位於懸臂樑的中心線上，並利用力感測器的數值，來判斷探針是否接觸試片，以定義位移的原點，如圖 3-3 所示。圖 3-4 為探針與懸臂樑試片接觸 CCD 影像。

在每位移停留 30 秒，並擷取 30 秒內的力量及探針位移變化，30 秒後再將探針往前移動，反覆這樣的動作，實驗過程中，藉由力感測器、位移感測器來擷取實驗中的力量、位移及時間，並透過控制盒傳

回電腦，有了力量及位移等數據，就可以做出力量對位移 (Force-displacement) 的關係圖，並由力量-位移圖中的斜率變化超過 5%，定義材料的比例限，再以此比例限作為疲勞測試時的 δ_{\max} 最大位移負載。

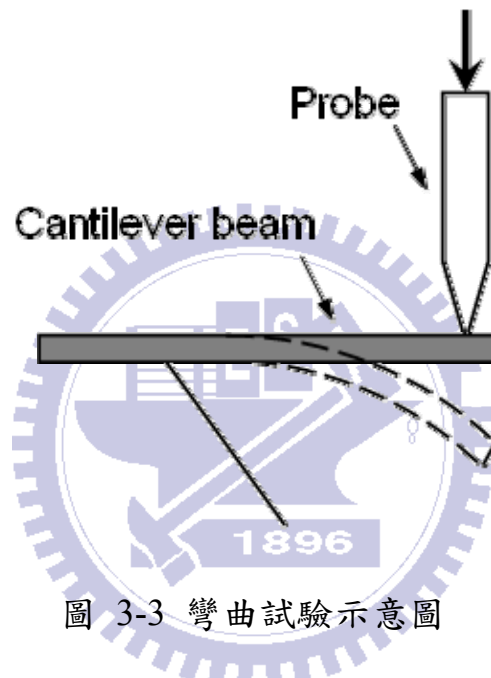


圖 3-3 彎曲試驗示意圖

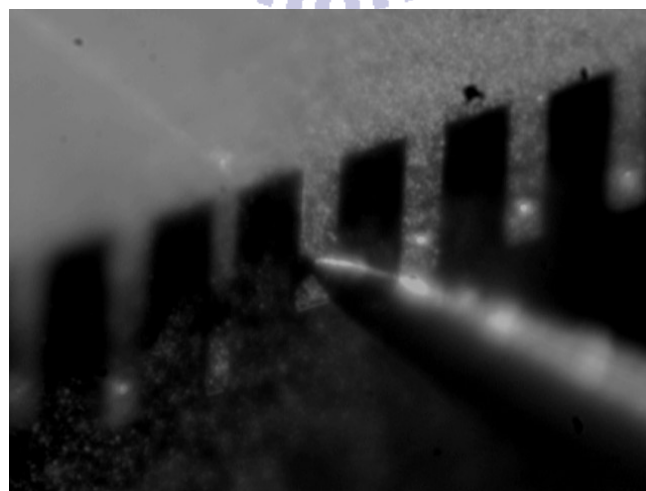


圖 3-4 探針與懸臂樑試片接觸 CCD 影像

3.2.2.2 疲勞試驗

疲勞試驗的部份，試驗架設與彎曲試驗一樣，也是利用 BTW 軟體，設定方向為水平軸向，控制模式同為位移控制模式，不同的是實驗形式為循環模式(cyclic)，實驗波形採用正弦波(Sine Tapered)，其中振幅則是根據彎曲試驗中所得最大位移負載(δ_{\max})，在進行疲勞測試時，因為機台的限制，週期性位移的振幅的最小變動量為 $1\mu\text{m}$ ，因此位移負載以 $2\mu\text{m}$ 為間隔，最大不超過 δ_{\max} 。

藉由力感測器、位移感測器來擷取實驗中的力量、位移及時間，並透過控制盒傳回電腦，取樣頻率為 160 Hz，再從得到的數據去分析，從力量變化來判斷材料是否發生疲勞破壞，會有下列狀況

1. 力量在某一時間趨近於零，表示試片在這時間斷裂了，紀錄此時的力量及時間。
2. 力量一直都維持定值，沒有改變，當循環次數到達 10^6 次時，即視為沒有疲勞現象產生(20 Hz 估計約需 13.9 小時)。

經由分析過後的數據，可以得到試片產生疲勞現象時的力量及時間，把時間乘上頻率 20 Hz 就是循環數，進而畫出 S-N 曲線，以做疲勞壽命的差異與比較。

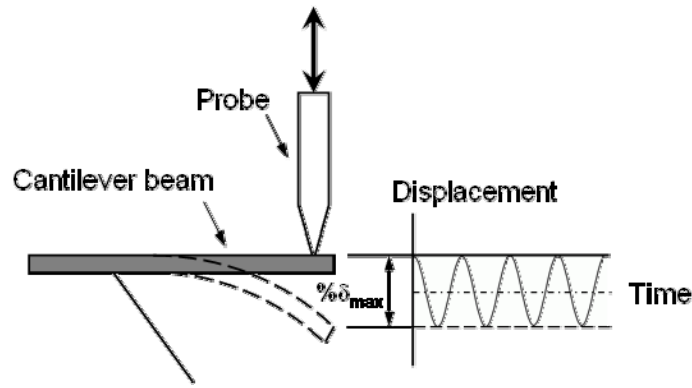


圖 3-5 疲勞試驗示意圖

3.3 試片設計與製作

本實驗將應用機電面型微加工技術、體型微加工技術結合電鑄技術，在四吋晶圓上製作一懸臂樑結構，圖 3-6為初步設計的試片，其尺寸方面，長度 L 為 $130\ \mu\text{m}$ 、寬度 w 為 $50\ \mu\text{m}$ 、厚度 t 為 $15\ \mu\text{m}$ ，然而此設計在實際量測時卻會產生嚴重的滑針現象，如圖 3-7所示，產生嚴重的量測誤差，在進行過彎曲試驗後，得到的數據所繪製的力量-位移圖如圖 3-8。因此我們增加了一個接觸孔(contact hole)的設計，如圖 3-9所示，尺寸方面，長度 L 為 $130\ \mu\text{m}$ 、寬度 w 為 $50\ \mu\text{m}$ 、厚度 t 為 $15\ \mu\text{m}$ 、接觸孔的直徑為 $20\ \mu\text{m}$ ，用以提供探針良好的定位，使探針在實驗時不會滑動，如圖 3-10所示，能夠有效的增加彎曲試驗的重現性，彎曲試驗後的結果如圖 3-11。

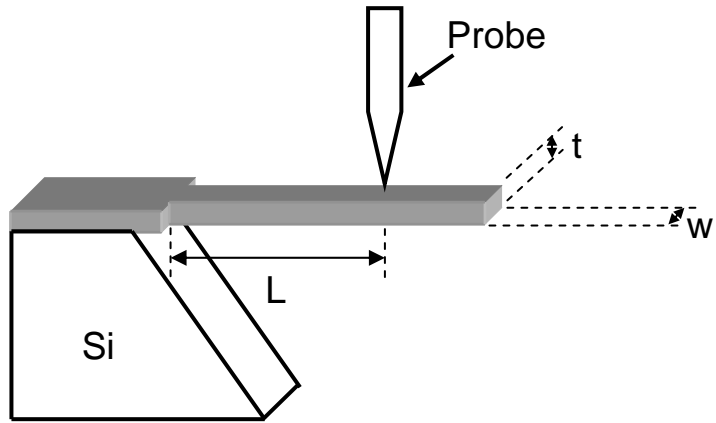


圖 3-6 初步設計懸臂樑試片

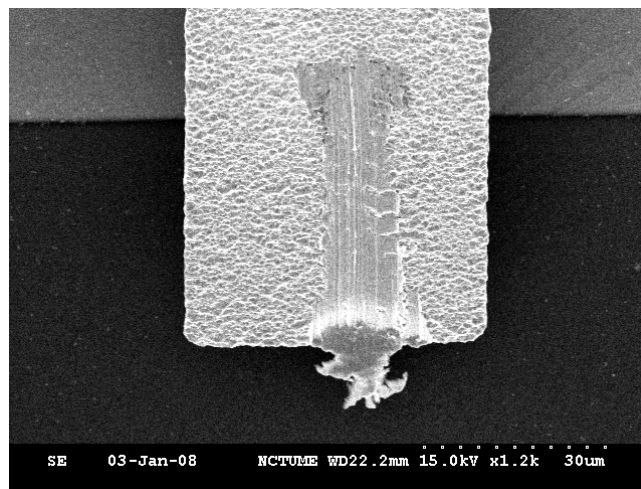


圖 3-7 初步設計測試後 SEM 圖

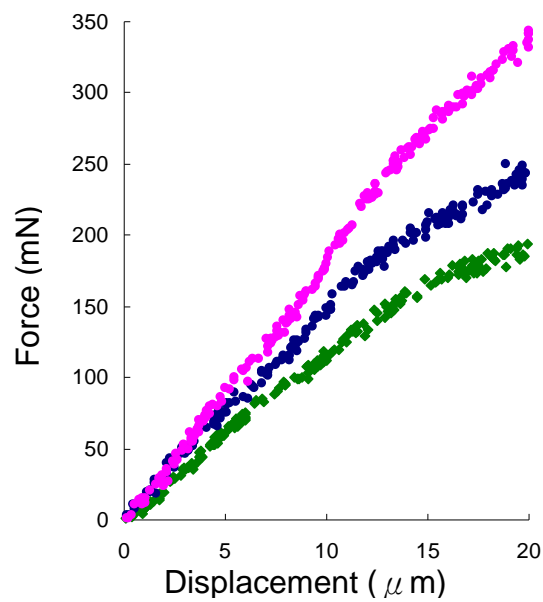


圖 3-8 初步設計彎曲測試之力量-位移圖

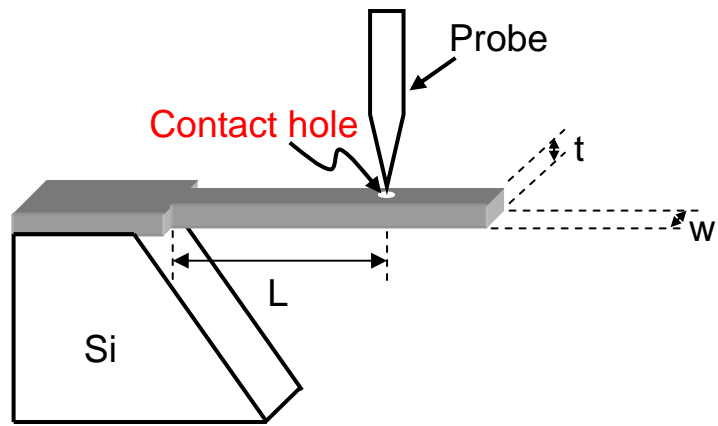


圖 3-9 改良設計懸臂樑試片

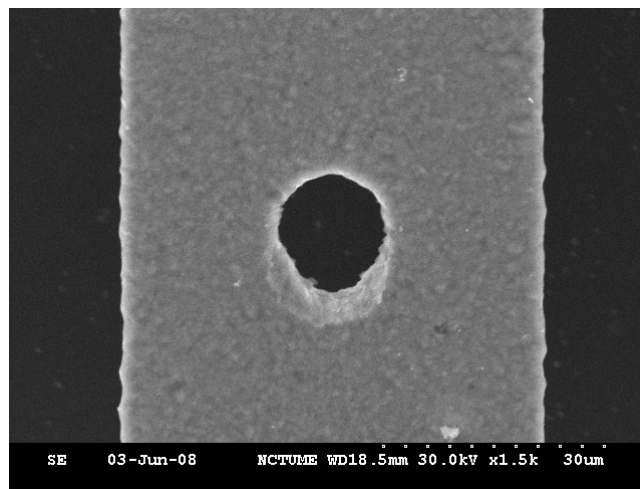


圖 3-10 改良設計測試後 SEM 圖

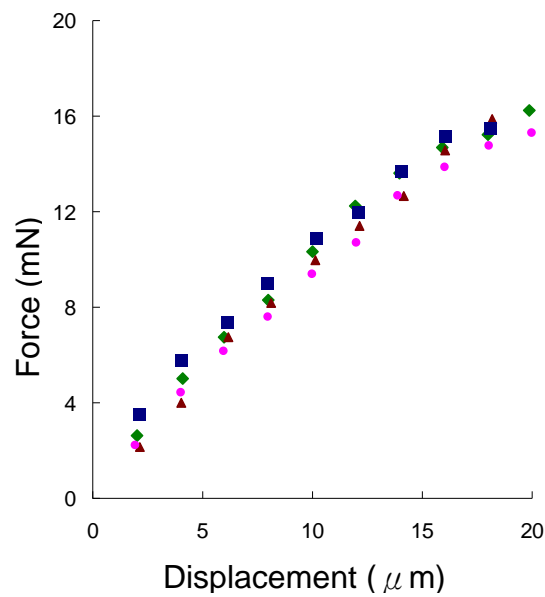


圖 3-11 改良設計彎曲測試之力量-位移圖

懸臂樑測試試片的製作流程如圖 3-12所示，首先先清洗晶圓，去除晶圓表面的有機物、金屬氧化物、異物、鹼性灰子及表面氧化層，接著於矽晶片上濺鍍 200 Å 的鈦及 1000 Å 的銅，分別作為黏著層及電鍍種子層(圖 3-12 a)。接著旋塗 20 μm 的 AZP-4620 正光阻並進行曝光顯影，以作為懸臂樑結構的電鍍模(圖 3-12 b)。利用電鍍的方式，沈積厚度 15 μm 的電鍍鎳或電鍍鎳-鑽奈米複合材料，以作為懸臂樑結構之材料(圖 3-12 c)，其中電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料的相關電鍍參數列於表 3-1。接著利用丙酮去除光阻電鍍模，並用氨水加雙氧水及 BOE 蝕刻劑去除電鍍種子層和黏著層。最後用氫氧化鉀(KOH)以濕蝕刻方式，去除懸臂樑結構下方的矽基材，以釋放懸臂樑結構(圖 3-12 d)，以便後續量測時讓懸臂樑可以有更大的空間可供測試，從圖 3-13 可以看到製作完成的試片，從圖中可看出，因為線寬較大的關係，所以看起來都滿平整的，而底部掏空的部份，在圖中可看出蝕刻深度是足夠量測時所需要的深度的。

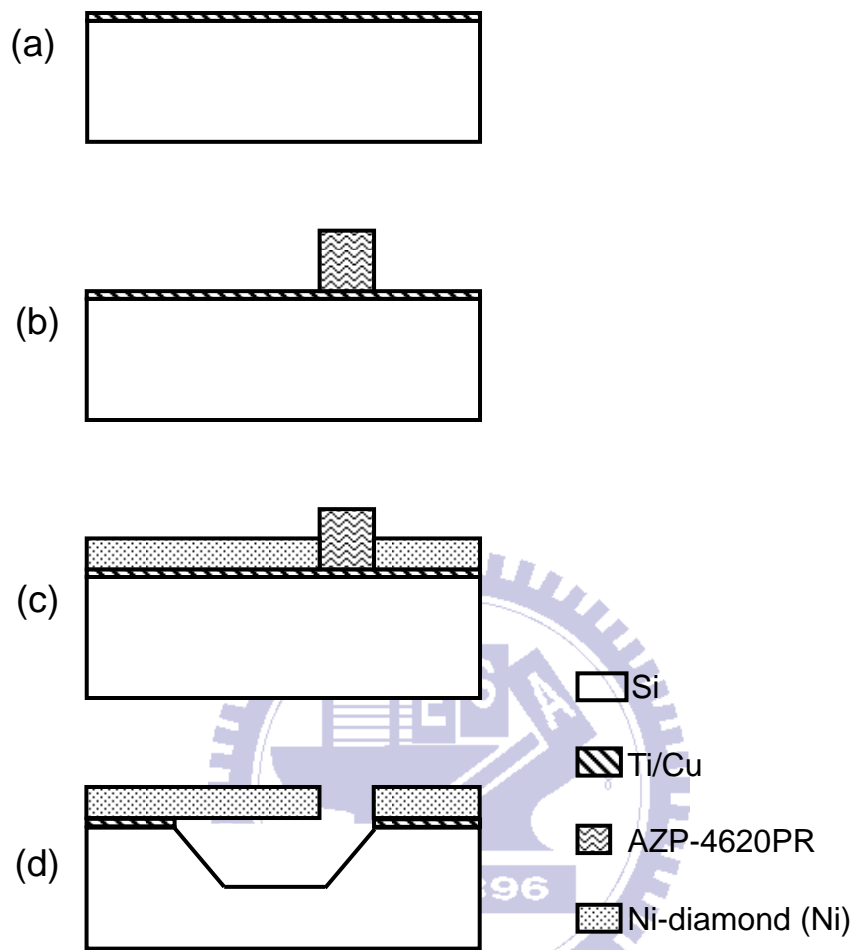


圖 3-12 懸臂樑結構製作流程圖

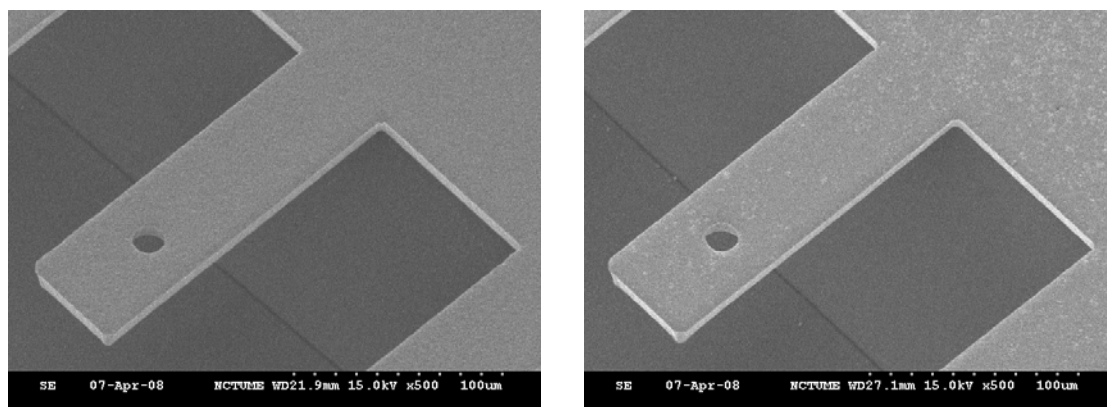


圖 3-13 懸臂樑結構 SEM 圖

表 3-1 電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料之相關電鍍參數

電鍍鎳

鍍液組成

胺基磺酸鎳 (g/L)	400
氯化鎳 (g/L)	5
硼酸 (g/L)	40
溼潤劑 (c.c.)	5
pH	4.1~4.3
電流密度 (mA/cm ²)	10
電鍍溫度 (°C)	50

電鍍鎳-鑽奈米複合材料

鍍液組成

胺基磺酸鎳 (g/L)	400
氯化鎳 (g/L)	5
硼酸 (g/L)	40
溼潤劑 (c.c.)	5
奈米鑽石顆粒 (g/L)	2
奈米鑽石顆粒直徑 (nm)	<500 (平均粒徑 350nm)
pH	4.1~4.3
電流密度 (mA/cm ²)	10
電鍍溫度 (°C)	50

第四章量測與討論

4.1 量測結果

4.1.1 彎曲試驗

逢甲微機電實驗室量測，量測時的架設如下圖，

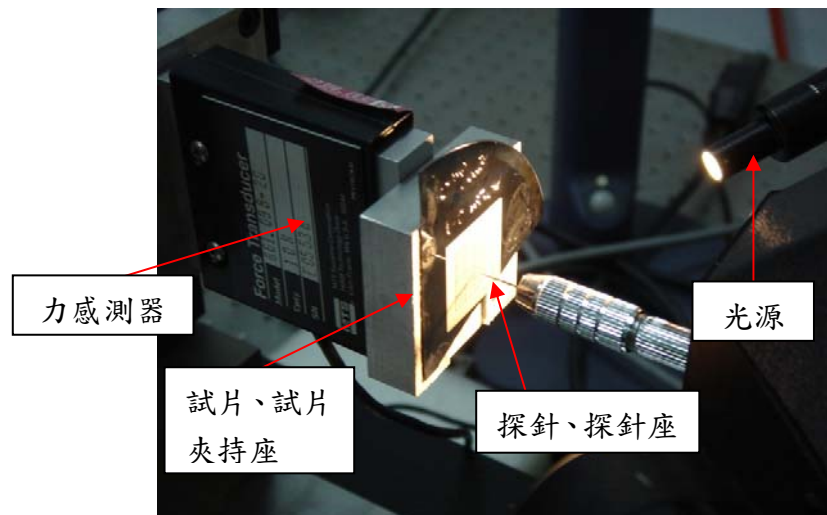


圖 4-1 實驗量測架設圖

彎曲試驗的量測結果，力量對位移關係圖如圖 4-2 所示，從圖可知，電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料試片的比例限分別為 $18\ \mu\text{m}$ 及 $22\ \mu\text{m}$ ，因此在後面的疲勞測試中，電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料之最大位移負載分別為 $18\ \mu\text{m}$ 及 $22\ \mu\text{m}$ 。

而從力量-位移關係圖中，也可得知電鍍鎳-鑽奈米複合材料的剛性(Stiffness)是略優於電鍍鎳的，而從懸臂樑基本公式(4-1 式)，整理後為(4-2)式，可看出在同樣的幾何形狀下，剛性是和楊氏係數成正比的，這和 2006 年本實驗室的先前研究，添加了奈米鑽石顆粒後，會提昇材料的楊氏係數的現象是相符合的。

$$\delta(L) = \frac{FL^3}{3EI} = \frac{4FL^3}{Ewt^3} \quad (4-1)$$

$$E = \frac{4L^3}{wt^3} \times \frac{F}{\delta(L)} = \text{幾何參數} \times \text{剛性} \quad (4-2)$$

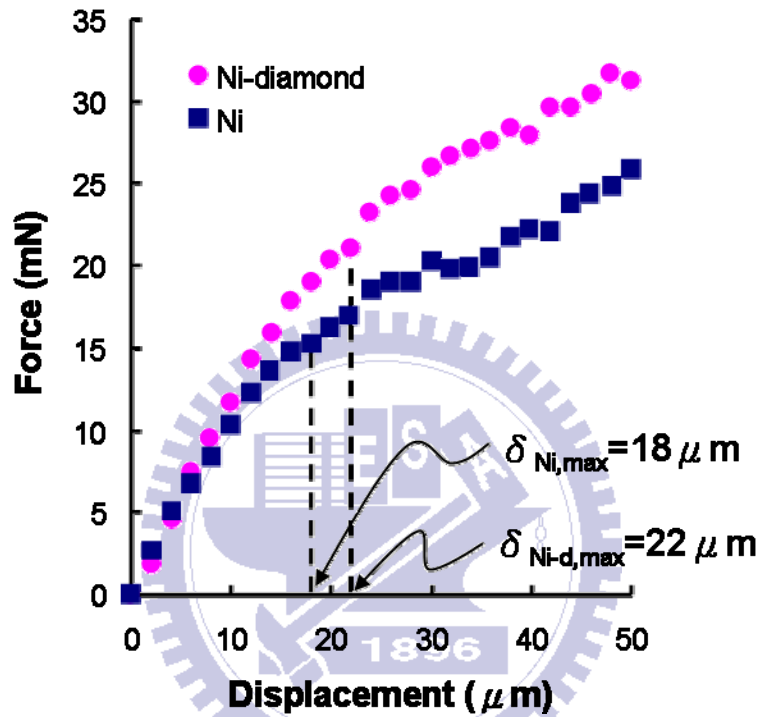


圖 4-2 彎曲測試之力量-位移關係圖

4.1.2 疲勞試驗

利用外加 20 Hz 的 sin 波位移負載，以 2 μm 為間隔，位移負載最大不超過從彎曲測試中得到的最大位移負載，以偵測力量變化的方式判斷材料是否發生破壞，如圖 4-3，可看出循環次數到 23365 次時，力量趨近於零，此時即視為試片發生了疲勞破壞，試驗後，利用 SEM 拍攝試片破壞情形，如圖 4-4 所示，而當循環數大於 10⁶ 次後，偵測到的力量依然沒有下降，即視為沒有疲勞破壞發生，如圖 4-5 所示，可

從圖上看到並沒有明顯的裂縫產生。分別對電鍍鎳及電鍍鎳鑽奈米複合材料，做了一系列的疲勞測試，討論個別的疲勞特性，並繪製出S-N曲線。受相同比例位移負載時的S-N曲線如圖 4-6所示，由於機台的在疲勞測試時，振幅的最小變動量為 $1\ \mu\text{m}$ ，從圖中可知，可知電鍍鎳的疲勞限在 $69\%\delta_{\text{Ni,max}}$ 到 $77\%\delta_{\text{Ni,max}}$ 之間，而電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞限在 $46\%\delta_{\text{Ni-d,max}}$ 到 $53\%\delta_{\text{Ni-d,max}}$ 之間，在相同比例的位移負載下，電鍍鎳的疲勞壽命是高於電鍍鎳-鑽奈米複合材料的，例如在 89% 時，電鍍鎳的疲勞壽命約為電鍍鎳-鑽奈米複合材料的 5 倍。而比較受相同位移負載時，所繪製的S-N曲線圖如圖 4-7所示，可得到電鍍鎳的疲勞限在 $12\ \mu\text{m}$ 到 $14\ \mu\text{m}$ 之間，而電鍍鎳-鑽奈米複合材料則在 $10\ \mu\text{m}$ 到 $12\ \mu\text{m}$ 之間，在相同位移負載下，電鍍鎳的疲勞壽命是高於電鍍鎳-鑽奈米複合材料的，例如在 $16\ \mu\text{m}$ 時，電鍍鎳的疲勞壽命約為電鍍鎳-鑽奈米複合材料的 3 倍。再利用奈米壓痕機分別量測電鍍鎳及電鍍鎳鑽奈米複合材料之楊氏係數，得到電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料的楊氏係數分別為 156.7 GPa 及 164.0 GPa，在根據(4-3)式可得到以力量(應力)為y軸之S-N曲線圖，如圖 4-8及圖 4-9所示，從圖中可看出電鍍鎳的疲勞限在 40 mN(2.6 GPa)到 44 mN(2.8 GPa)之間，而電鍍鎳-鑽奈米複合材料則在 33 mN(2.2 GPa)到 39 mN(2.5 GPa)之間，在相同力量(應力)負載下，電鍍鎳的疲勞壽命是高於電鍍鎳-鑽奈

米複合材料的，例如在 50 mN(3.3 GPa)時，電鍍鎳的疲勞壽命約為電鍍鎳-鑽奈米複合材料的 3 倍。而電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞比分別約為 0.69 及 0.46，和前人的研究中Ni-P的疲勞比 0.43、LIGA Ni為 0.21 相比，本論文的疲勞比稍高，推測原因是因為在彎曲試驗時，從力量-位移關係圖中，無法得知確切的彎曲強度對應的位移，因此本論文的疲勞比算法為疲勞限/比例限，而一般情況下比例限對應的位移是低於彎曲強度對應的位移的，導致本實驗的疲勞比計算的結果較高。

$$F = \frac{3EI\delta(L)}{L^3} = \frac{Ewt^3\delta(L)}{4L^3} \quad (4-3)$$

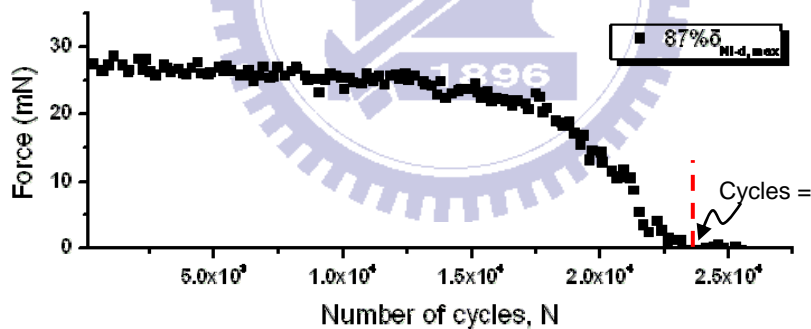


圖 4-3 以 $87\% \delta_{Ni-d,max}$ 為例之疲勞試驗圖

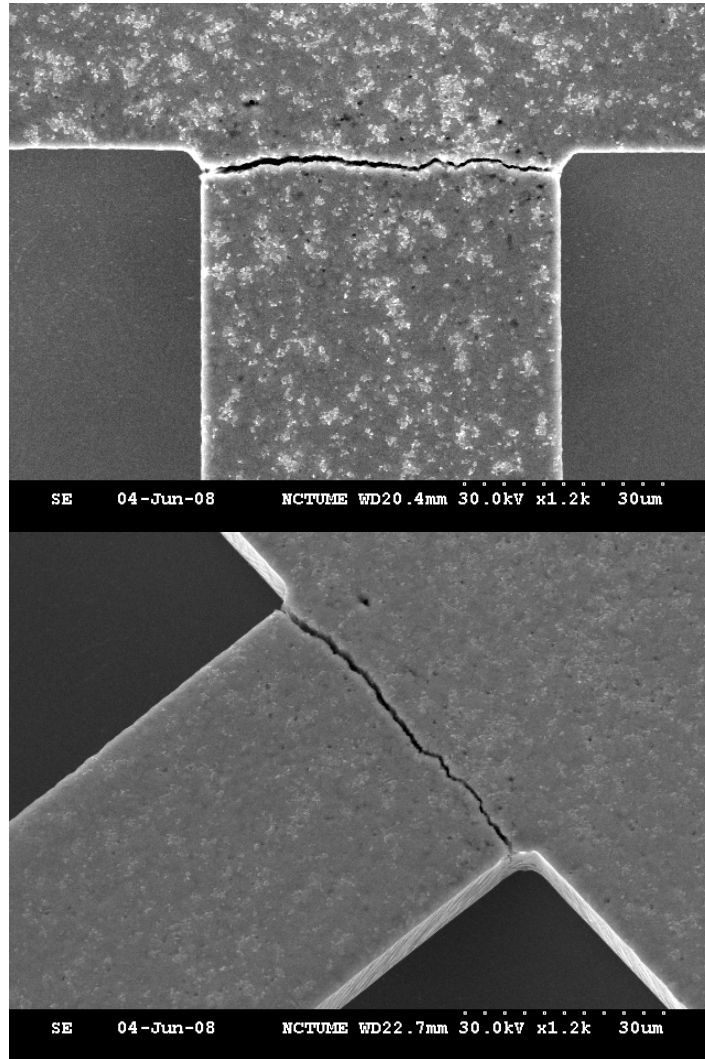


圖 4-4 電鍍鎳-鑽石複合材料試片發生疲勞破壞 SEM 圖

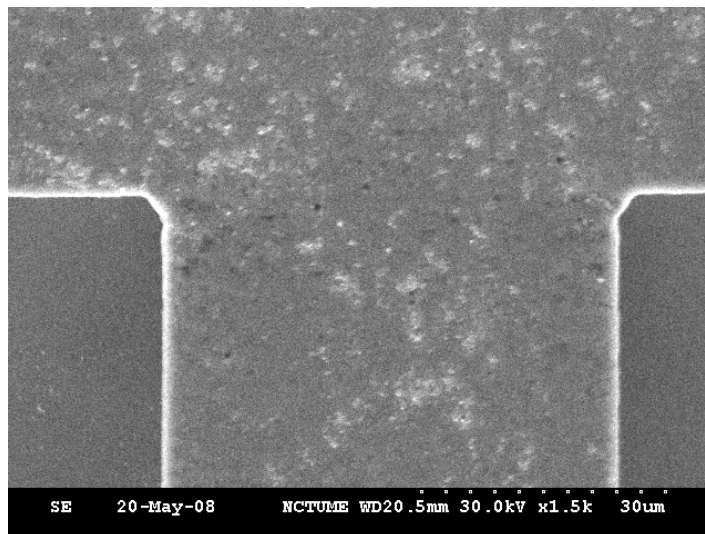


圖 4-5 電鍍鎳-鑽石複合材料試片未發生疲勞破壞 SEM 圖

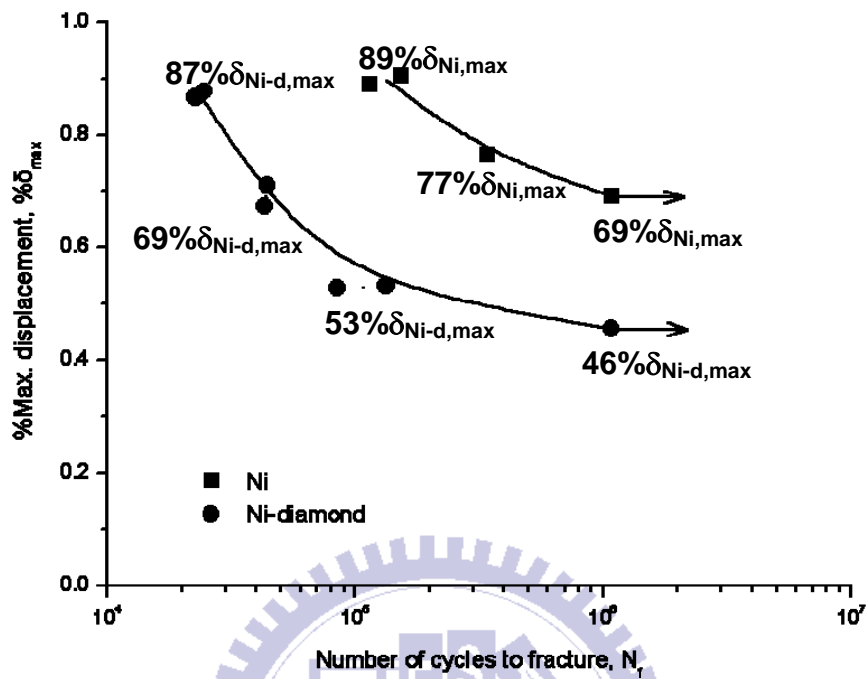


圖 4-6 疲勞試驗結果之 S-N 曲線(y 軸為 $\% \delta_{max}$)

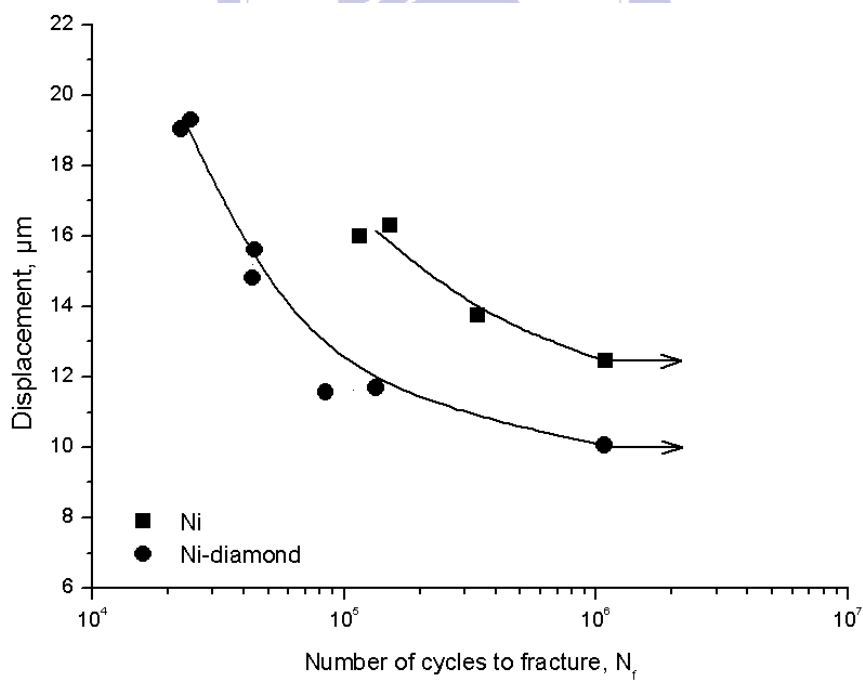


圖 4-7 疲勞試驗結果之 S-N 曲線(y 軸為 Displacement)

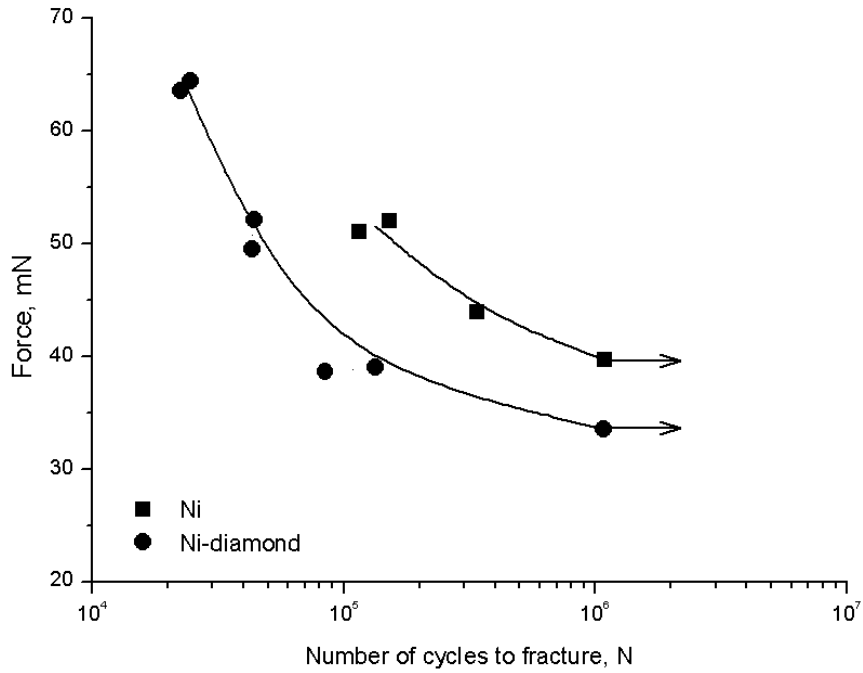


圖 4-8 疲勞試驗結果之 S-N 曲線(y 軸為 Force)

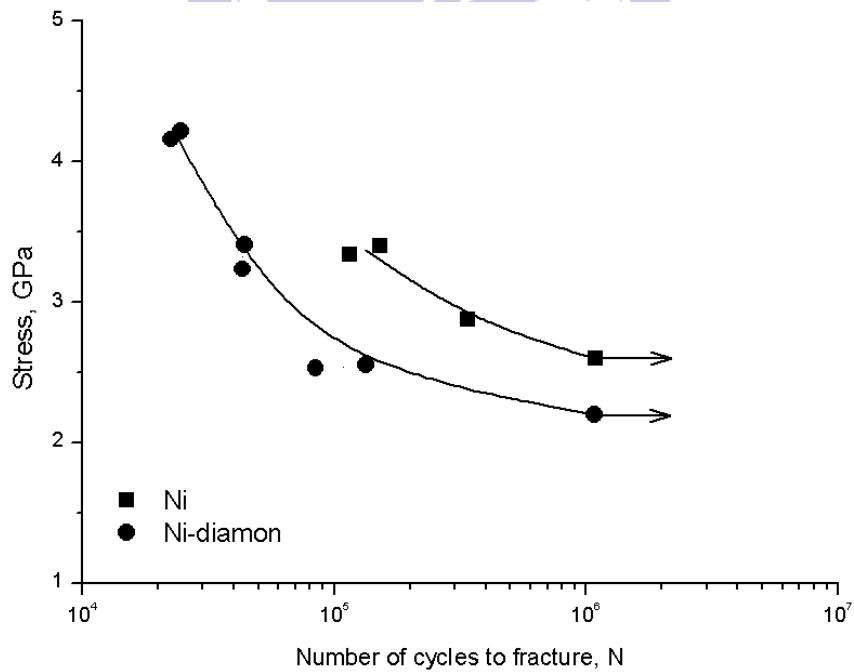
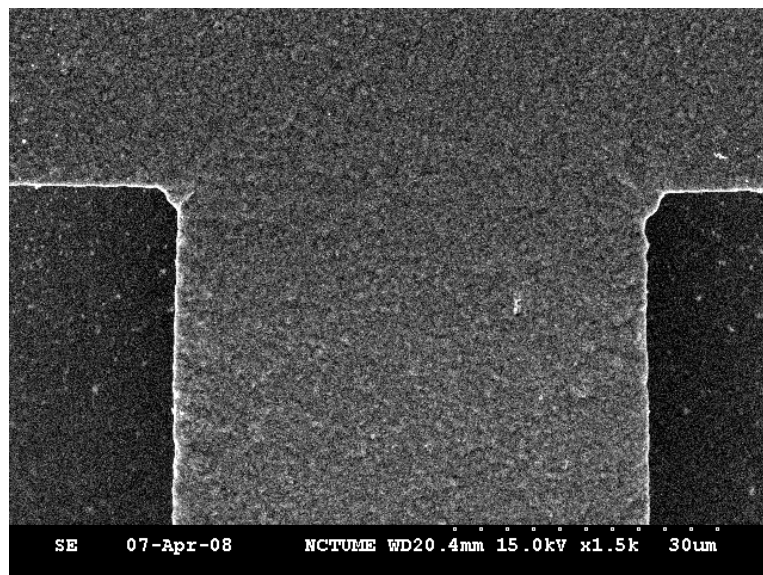


圖 4-9 疲勞試驗結果之 S-N 曲線(y 軸為 Stress)

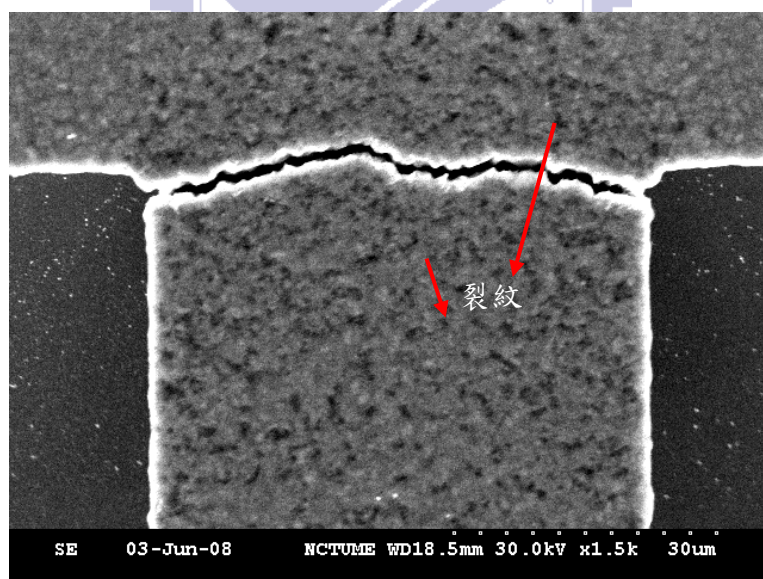
4.2 討論

圖 4-10為電鍍鎳材料經過彎曲試驗及疲勞試驗後拍攝的SEM圖，從

圖中可見疲勞試驗的SEM圖，在試片根部附近有明顯的裂紋，是電鍍
鎳試片在疲勞試驗的過程中，因為週期性負載所造成的滑移現象。



(a)Ni bending test

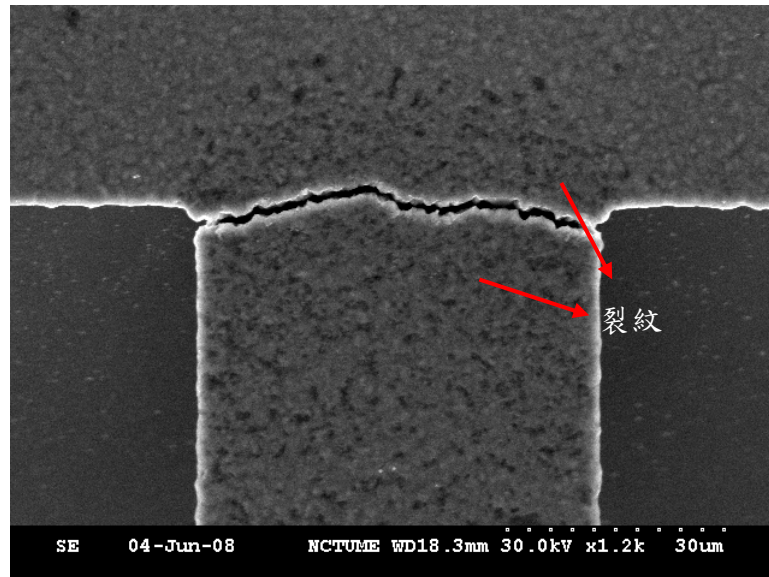


(a)Ni fatigue test

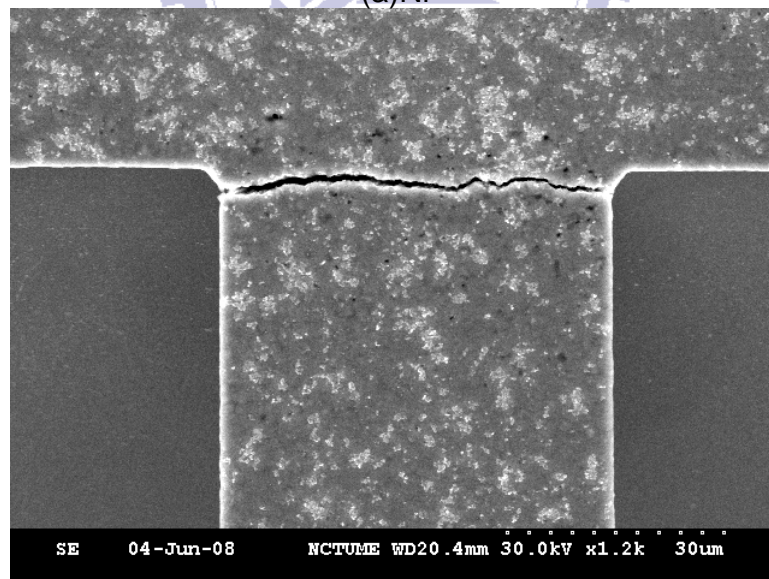
圖 4-10 電鍍鎳彎曲測試與疲勞測試 SEM 圖

圖 4-11為電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料經過疲勞試驗後，有發生
疲勞破壞的試片SEM圖，從圖中可見電鍍鎳試片在破壞處附近有明顯
的裂紋，是電鍍鎳試片在疲勞試驗的過程中，因為週期性負載所造成

的滑移現象，而這裂紋在電鍍鎳-鑽奈米複合材料試片上並沒有明顯看見，推測是因為加入了奈米鑽石顆粒，使得結構內部缺陷增加，並使裂縫比較容易傳播、連接在一起，導致裂紋分佈區域較小。



(a)Ni



(b)Ni-diamond

圖 4-11 電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料疲勞破壞 SEM 圖

第五章總結與未來工作

5.1 總結

在試片的設計上，本論文增加了接觸孔的設計，可以有效的減少因為滑針所造成的實驗誤差，增加彎曲試驗的重現性，及數據的可信度，而在製作方面，利用 SEM 及表面粗度量測儀(ET4000)觀察，懸臂樑的尺寸外觀大致符合要求。

從彎曲試驗中，可看出電鍍鎳-鑽奈米複合材料的剛性及比例限都略大於電鍍鎳，從懸臂樑的受力的的位移變化公式，可知在一樣的幾何形狀下，楊氏係數與剛性是成正比的，因此電鍍鎳-鑽奈米複合材料的剛性略大於電鍍鎳，這表示電鍍鎳-鑽奈米複合材料的楊氏係數比電鍍鎳大，這與前人的研究結果有相同的實驗結果。

從疲勞試驗中，可以看到，電鍍鎳試片在斷裂處出現了彎曲試驗沒有出現的裂紋，這是由於週期性負載所造成的晶界滑移，而此裂紋在電鍍鎳-鑽奈米複合材料上卻沒有明顯看到，推測是因為加了奈米鑽石顆粒，減少了晶界滑移的現象，所以在電鍍鎳-鑽奈米複合材料上並沒有看到此類裂紋；而從S-N曲線上，根據不同的比較方式可得如表 5-1所示；而電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞比分別約為 0.69 及 0.46。

表 5-1 疲勞試驗之結果

比較條件	疲勞限		負載情形，電鍍鎳之疲勞壽命為電鍍鎳-鑽奈米複合材料的幾倍
	Ni	Ni-d	
比例	69% $\delta_{Ni,max}$	46% $\delta_{Ni-d,max}$	89% δ_{max} ，5 倍
位移負載	~76% $\delta_{Ni,max}$	~53% $\delta_{Ni-d,max}$	
位移負載	12 μm ~14 μm	10 μm ~12 μm	16 μm ，3 倍
力量負載	40 mN~44 mN	33 mN~39 mN	50 mN，3 倍
應力負載	2.6 GPa~2.8 GPa	2.2 GPa~2.5 GPa	3.3 GPa，3 倍

希望藉由這份研究，可以提供未來研究上所需，藉由此研究所量測到的電鍍鎳及電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞特性，可減少未來重新量測材料參數的時間，並能準確的預測微元件的疲勞壽命，增加微元件的可靠度。

5.2 未來工作

從本研究的結果來看，電鍍鎳-鑽奈米複合材料，雖然在機械特性上有所提昇，但其疲勞壽命，卻下降許多，然而在電鍍鎳-鑽奈米複合材料的製作上，可調整的參數有加入鑽石顆粒濃度及加入鑽石粒徑大小，這些都有可能影響電鍍鎳-鑽奈米複合材料的疲勞特性表現，在未來可針對這兩個參數去作調整，以期找到一個更好之參數，使得電鍍鎳-鑽奈米複合材料之疲勞特性能夠接近電鍍鎳，而又保持原先提昇的機械特性。

參考文獻

- [1] C. Tsou¹, C. Hsu, W. Fang, T.S. Lai, and H.C. Li, “Characterization of the bending creep behavior for electroplating nickel microbeam,” *Proceedings of International Electronic Packaging Technology*, 2005
- [2] S. Maekawa, K. Takashima, M. Shimojo, Y. Higo, S. Sugiura, B. Pfister and M.V. Swain, “Fatigue tests of Ni–P amorphous alloy microcantilever beams,” *Japanese Journal of Applied Physics*, 38, pp. 7194-7198, 1999
- [3] J. Aktaa, J.Th. Reszat, M. Walter, K. Bade, K.J. Hemker “High cycle fatigue and fracture behavior of LIGA Nickel,” *Scripta Materialia*, 52, pp. 1217-1221, 2005
- [4] R.M. Jones, *Mechanics of Composite Materials*, Scripta Book Co., 1975
- [5] N. Guglielmi, “Kinetics of the deposition of inert particles from electrolytic baths,” *Journal of the Electrochemical Society*, **119**, pp. 1009-1012, 1972
- [6] J. Zahavi and J. Hazan, “Electrodeposited nickel composites containing diamond particles,” *Plating and Surface Finishing*, **70**, pp. 57-61, 1983
- [7] E.C. Lee and J.W. Choi, “A study on the mechanism of formation of electrocodeposited Ni-diamond coatings”, *Surface and Coating Technology*, **148**, pp. 234-240, 2001
- [8] K-S Teh, Y-T Cheng and L. Lin, “MEMS fabrication based on nickel-nanocomposite: film deposition and characterization,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **15**, pp. 2205-2215, 2005
- [9] L-N Tsai, G-R Shen, Y-T Cheng and W. Hsu, “Performance improvement of an electrothermal microactuator fabricated using Ni-diamond nanocomposite,” *Journal of Microelectromechanical System*, **15**, pp. 149-158, 2006