

行政院國家科學委員會專題研究計畫成果報告

雷射 LIGA 製作角錐微陣列坡莫合金模仁之微結構與機械性質

The Microstructure and Mechanical Property of 3-D Pyramid Array Permalloy Mold Insert

Made by Excimer Laser LIGA Process

計畫編號：NSC90-2216-E009-047

執行期限：90 年 08 月 01 日至 91 年 07 月 31 日

主持人：涂肇嘉

國立交通大學材料科學及工程學系

計畫參與人員：葉翳民 黃敬任 國立交通大學材料科學及工程學系

一、中文摘要

本研究採用準分子雷射在聚合物上製作 3D 微陣列模型，再利用脈衝微電鑄製造 3D 微結構坡莫合金 (permalloy) 精密模仁。同時利用場發射掃描式電子顯微鏡，原子力顯微鏡及奈米壓痕硬度儀針對微模仁作表面形貌觀察，表面磨耗特性及微硬度量測。研究結果發現坡莫合金微觀摩擦係數為 0.20 ± 0.02 ，碎形維度值小於 2.02，奈米壓痕硬度為 5.87Gpa，推導楊氏係數為 329Gpa。另外，本研究以 Excimer Laser 製程配合脈衝微電鑄成功製作鎳鐵合金微流道陣列微模仁及半球狀透鏡陣列微模仁。

關鍵詞：Laser-LIGA、坡莫合金、模仁、碎形維度

Abstract

This study will devote to fabricate 3D Array structure by Laser LIGA technologies. A special designed pattern on polymer as a mold can be produced with excimer laser, subsequent micro-electroforming techniques fill the mold with metal and, after mold removal, final 3D Array mold insert can be obtained. The surface morphologies, roughness, fractal dimension and mechanical properties of the products will be examined by the FESEM, AFM and Nano-indentation facilities. In this study, micro-mold insert with a friction coefficient of 0.20 ± 0.02 , fractal dimension less than 2.02, hardness of 5.87Gpa, and Young's modulus of 329Gpa by SPM were filled completely.

Keywords: Laser-LIGA、permally、mold insert、fractal dimension

二、緣由與目的

準分子雷射光深刻模造法 (Excimer Laser -LIGA) 因性能接近同步輻射 X 光 LIGA，且設備價格相對便宜很多，故深具取代機會。準分子雷射的英文為 Excimer，為被激發的雙原子氣體 (Excited Dimer) 英文的前、後半部組成的。其原理即利用惰性氣體 (如 He, Ne, Ar, Kr 等) 原子與化學性質較活潑的鹵素 (如 F, Cl, Br 等)，相混合後以放電激發出高功率的紫外光 (Ultraviolet, UV)。由於準分子雷射之波長短，能量密度高，脈衝時間短，因此可瞬間將材料汽化剝離，以儘量減低熱效應之產生，因此十分有力於加工表面之精度/光滑度，以及降低次表面之損傷。目前準分子雷射已製造出小齒輪，微鏡片與微結構等小元件，以組合成具特殊功能的微機電系統 [1,2,3]。準分子雷射加工完成之模型需藉由微電鑄將其轉成金屬，以利大量翻模製造。簡言之，電鑄是利用電鍍之原理，選用適當之電化學參數使鍍層加厚，再剝離母模，成為一體成型之精密加工。而脈衝電鑄則是晚近的發展，隨著 MEMS 系統及 LIGA 製程的開發，數百微米至幾十釐米的鍍層需求日殷，故精密微電鑄的應用已不再受限於傳統的範疇，因此對電鑄件之精密度、平坦性、均厚性、低內應力、高深寬比及機械強度等要求均越趨嚴格，故最近利用脈衝電鑄法生產微結構產品已漸成各方研究之重點 [4-8]。本研究乃應用準分子雷射光取代同步輻射 X 光作為光刻曝光之光源來製作電鑄母模；並利用微電鑄法製作不同形狀、深寬比之 3-D 微結構。同時利用原子力顯微鏡及高解析度場發射掃描式電子顯微鏡來觀察微構件表面形貌、表面粗糙度及碎形維度。

三、實驗步驟

3.1 Laser 加工製程

本研究實驗流程如圖一所示，首先用英國 Exitech 7000 型準分子雷射加工機，對聚合物 PC(Polycarbonate)進行最佳加工參數(如脈衝能量，脈衝頻率，脈衝時間)調定。接著，利用設計好之圓孔、微流道陣列等金屬光罩，使用光罩投影法對試件進行加工，製作出微流道及半球狀高分子模型以供微電鑄成型之用。

3.2 坡莫合金微電鑄製程

本研究採用一般長方形掛鍍式電鍍槽，其鍍液配方見表一。電鑄程序首先必須將鍍槽、掛具及電極清洗乾淨，鍍件先鹼洗去油脂及酸洗活化後，以去離子水沖洗乾淨，接著稱重作為計算電鑄效率之用，然後設定電鑄條件；由於本研究採脈衝電流(Pulse current)方法施鍍，故操作參數設定極為重要，其電流密度、操作比率、斷電時間、PH 值、溫度都需調整至最佳化，故本研究先以田口實驗法找出最佳操作條件後再開始電鑄實驗。俟電鑄完成，將試件沖洗乾淨烘乾後秤重，加以記錄，並製作成各種觀察試件。

四、結果與討論

4.1 準分子雷射加工製程探討

雷射加工成品之解析度通常取決於準分子雷射之波長、物鏡之光學品質及被加工試件材料特性。由圖二及圖三之結果發現，對於深度較淺之微結構，其形狀之解析度及結構側壁垂直度良好，且表面粗糙度從高倍率場發射顯微鏡觀察亦無明顯加工條紋組織。惟在較深又窄之微結構方面，為求提高加工速率，故在脈衝能量及脈衝頻率加大下，因殘餘熱量不易被噴發之材料帶走，導致內壁粗糙度大幅提昇，再加上金屬光罩圓周加工精度不佳，加工試件內部出現明顯條紋組織，如圖四所示。

4.2 坡莫合金模仁組成控制

由於鎳鐵合金係屬於一種異常共沈積(或非規則共沈積)，其特點是電位較負的金屬反而優先沈積，相對於一般正常共沈積可依據合金各成分金屬在對應鍍液中

之平衡電極電位，即可推斷出在合金鍍層中各金屬含量有所不同，因此如何得到穩定的合金鍍層成分，需同時考慮鍍液之管理及電鑄條件之設定。在本研究中以 80Ni-20Fe 之坡莫合金作為研究目標，發現影響鍍層合金組成最主要的因素為鍍液中之鎳鐵離子比，要析出 20% 之鐵，鍍液中之鐵離子至少必須超過 2.2g/L，其次攪拌方式亦是重要影響因素，本實驗嘗試用陰極搖擺攪拌、機械式螺旋攪拌、空氣攪拌、自動溢流及不攪拌等方式，發現空氣攪拌及機械式螺旋攪拌可析出較多鐵元素。

在 pH 值方面，因 pH 值升高二價鐵離子易氧化成三價鐵離子導致鍍層內 $Fe(OH)_3$ 沈積增多，因此本實驗發現若 pH 值超過 2.7 則隨 pH 值增加，鍍成中之鐵成分有增加趨勢。在電流密度方面，發現隨電流密度增加鍍層中鐵含量稍微降低，但影響不大。在脈衝電流方面，降低操作比例(即較長的斷電時間)，或提高脈衝頻率可使鍍層內鐵含量增加，因為脈衝頻率增大後，陰極表面的微微觀陽極作用下降，使鐵的反溶降低。

4.3 微模仁奈米硬度量測

本研究利用奈米探針壓痕儀(nano-indentation probe, Hysitron Inc., Tribo-scope™)進行結構奈米硬度量測，其與一般傳統之微硬度機不同，微硬度機只能量測硬度，而奈米壓痕分析儀不但能分析硬度與獲得彈性係數，更重要的是它能即時(real time)在量測壓痕過程中，分析壓痕力與壓痕深度之關係，另外，一般壓痕儀利用光學顯微鏡觀測壓痕尺寸，當壓痕面積小時，誤差相當大，因奈米壓痕分析儀可以精確獲得壓痕曲線(壓橫力 VS. 壓痕深度)，不會有人為誤差，因此更能精確掌握微小結構的機械特性。本研究在坡莫合金微結構上，量測其奈米微硬度，結果其奈米壓痕硬度為 5.87Gpa，推導楊氏係數為 329Gpa。圖六所示為其奈米壓痕形狀。

4.4 表面性質分析

為了解脈衝坡莫合金微模仁表面性質，本研究先作一般傳統環對塊滑動式磨耗實驗，選用對磨上試件是經熱處理，硬度為 HRC60 的 SKD11 模具鋼，荷重

9.8kgf。試驗結果，平均摩擦係數約為 0.5，另外利用原子力顯微鏡作表面微觀摩擦係數及摩擦力試驗，結果如圖七所示，其所得摩擦係數約為 0.2，判斷應為試件尺寸效應所致。由於 LIGA 製程最終需作模造生產，因此模仁之耐磨耗性及表面性質十分重要。除微硬度會影響磨耗特性外，表面粗糙度亦是重要因素。由於表面粗糙度小於 10nm 時表面過於光平，SEM 會看不到影像，因此本研究利用 AFM 對微構件進行表面粗糙度觀察，脈衝電鑄鎳鐵合金可得極平坦表面，粗糙度 Ra 平均值小於 10nm。一般傳統加工表面性質習慣以 Ra, Rmax 等粗糙度加以描述，然由於微機電系統內微構件（微組件）之表面積與體積比較傳統巨觀加工試件要大得多，因此使用碎形維度法則具有更精確描述表面形貌之特性。圖八及圖九即根據採用脈衝微電鑄所得之鎳鐵坡莫合金模仁加以分析所得。

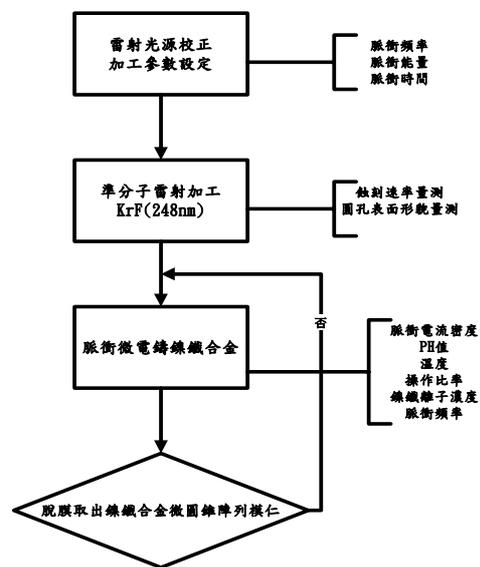
五、計畫成果自評

本計畫主要目的是要探討 Laser-LIGA 製作 3D 微模仁之製程最佳化操作條件及坡莫合金微模仁之表面性質，研究結果符合計畫內容，獲得良好之成果。

六、參考文獻

1. H.lowe,and W.ehrfeldt,proceedings of 38th int. Sc. Coll. Ilmenau,FRG,1994.
2. Ehrfeld,et al.,Ncu. Instr. Meth. Phys. Res, A303, 1995
3. H.Kuck, et., al., SPIE, 2440, 1995.
4. K.C.Chan , N.S.Qu , “ Surface Roughening in Pulse Current and Pulse Reverse Current Electroforming of Nickel “ , Surface and Coating Technology , Vol:91 Issue: 3 May 20, 1997.
5. K.C.Chan , N.S.Qu , “Quantitative Texture Analysis in Pulse Reverse Current Electroforming of Nickel “ , Surface and Coatings Technology , 99 , pp.69-73 , 1998 .
- 6.H.Ren, E.Gerhard, “Design and fabrication of a current-pulse-excited bistable magnetic microactuator“ , Sensors and Actuators, A: Physical v58 n3 pp.259-264 Mar 1997.

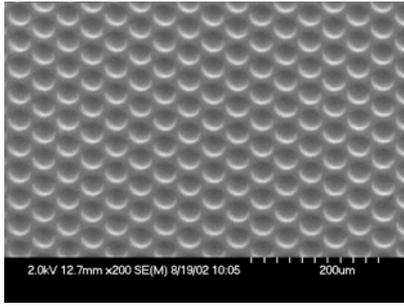
7. S.K.Ghosh, A.K.Grover, G.K.Dey, M.K. Totlani, “ Nanocrystalline Ni-Cu alloy plating by pulse electrolysis“ , Surface and Coatings Technology 126 p 48-63,1 2000.
8. Varadarajan, Lee Desikan , Y.Charles , Krishnamoorthy, Ahila , Duquette, David J., Gill, William N. “Tertiary current distribution model for the pulse plating of copper into high aspect ratio sub-0.25 µm trenches “,Journal of the Electrochemical Society 147 , pp. 3382-3392, Sep 2000.



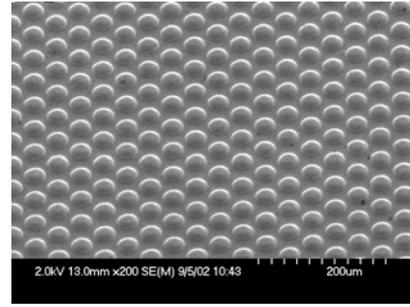
圖一、Laser LIGA 實驗流程圖

鎳鐵合金鍍液	硫酸鎳	200g/L
	硫酸鐵	8g/L
	氯化鐵	5g/L
	硼酸	25g/L
	糖精	3g/L
	界面活性劑	5ml/L
	表面張力	27mN/m
	溫度	50-65℃
	PH 值	2.8-4.2
	電流密度	0.1-8 ASD

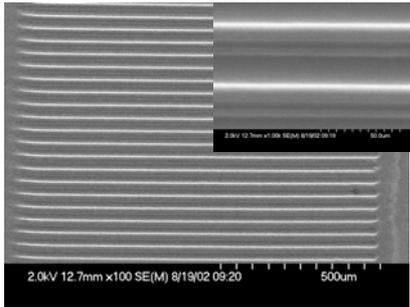
表一、鎳鐵合金電鑄液配方及操作條件



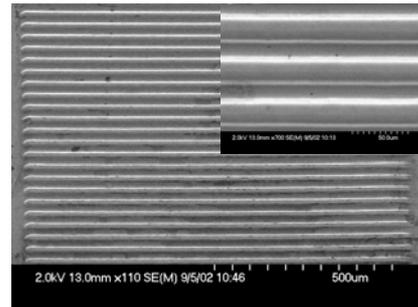
圖二、準分子雷射加工半球狀透鏡陣列模型



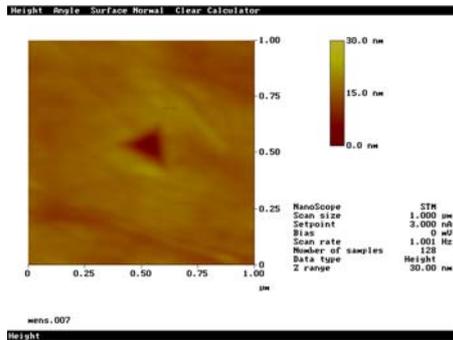
圖三、圖二模型之坡莫合金電鑄模仁



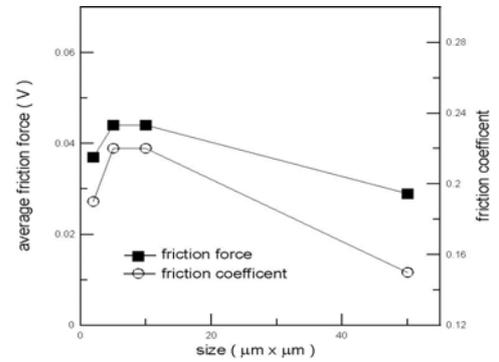
圖四、準分子雷射加工微流道陣列模型



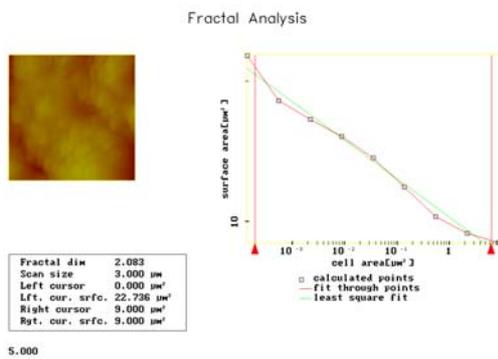
圖五、圖四模型之坡莫合金電鑄模仁



圖六、坡莫合金模仁奈米硬度壓痕



圖七、坡莫合金模仁表面摩擦特性分析圖



圖八、坡莫合金模仁 AFM 碎形維度分析



圖九、碎形尺度與掃描面積關係圖