

第四章、研究方法

本論文主要探討異向性導電膠與黏晶膠兩種不同的高分子封裝膠材的各項機械性質。透過塊狀材料的結構，我們可以了解兩種膠材本身的機械性質受到應變率、溫度與溼度的影響；透過膠材接合基板與銅箔，製成組合材料的結構，我們可以了解膠材在實際的接合之後，隨著高溫高溼老化、高溫老化、環境溫度高低、以及接合條件的不同，引起接合撥離強度所發生的變化。

4.1 試片製作

透過拉伸試驗可以獲得材料的基本機械性質，試片一般可以區分成塊狀材料、組合材料以及 thin strip specimen 三大類型。每一種試片都有其特定的製程和施力架構，在實驗的數據的適用性與相關性質的建立上都有個別的優缺點。例如熱力疲勞試驗時，塊狀材料具有較佳的準確性，且已建立標準的測試系統；組合材料則具有接近真實封裝接合的外型尺寸與微結構，其獲得的結果甚至可供可靠度分析之用；而 thin strip 則主要設計來解決塊狀材料在尺寸上明顯的不相符，與組合材料在結構上應力應變分佈不均的問題[24]。

本論文主要透過塊狀材料來了解材料的強度與勁度等方面的機械性質；透過組合材料來模擬膠材在實際使用的時候，各種不同接著條件、老化環境、以及環境溫度對膠材接著能力的影響。

4.1.1 薄膜塊狀試片製作

以下就兩種不同的實驗材料，分別敘述相關的研究方法：

（一）黏晶材料：

a. 試片材料：

製作試片所使用的材料是由 Loctite 公司出品的黏晶膠，型號是 QMI536HT，膠材裡面樹脂的成分為 BMI，填充料為氮化硼（Boron Nitride）。由產品的規格知道，熱傳導係數是 $0.9\text{W/M}^{\circ}\text{C}$ ，彈性係數是 0.76GPa ，固化需要的溫度是 150°C ，固化需要的時間是 15 分鐘。

b. 試片製作：

首先，將黏晶膠均勻的塗佈在兩塊同樣大小的鐵弗龍（Teflon）板上，因為鐵弗龍具有不受任何化學藥品作用、耐磨損、並具有很光滑的表面，在很寬廣的溫度範圍（ $-270^{\circ}\text{C}\sim 385^{\circ}\text{C}$ ）仍保有其物理性能，且能在超過 260°C 高溫下連續使用，因此來當做試片挾持用並不會有與材料脫離不易之問題產生。黏晶膠塗佈完成後，在其中一塊鐵弗龍板的前後平行的放置兩片薄填隙片（stiff shim），薄填隙片的厚度大約是 0.1mm ，可以用來固定黏晶膠的厚度。

上面步驟完成後，便可以放進烤箱（chamber）進行前固化（pre-curing）的作業。前固化的方式是先將黏晶膠放置在烤箱內，以 150°C 的溫度預烤兩分鐘左右，再取出觀察黏晶膠表面是否由開始由液狀轉變成黏稠狀，如果黏稠程度不夠，則繼續放入烤箱預烤。直到達到適度的黏稠程度時，便可以將烤箱內的兩片鐵弗龍板上面的黏晶膠互相接合，接合時必需施加少許壓力將多餘的黏晶材料擠出，以確保黏晶材料能在兩片薄填隙片之間具有均勻的厚度，並將黏晶膠裡面的氣泡擠出，以確保黏晶膠固化後的薄膜材料分佈具有均勻性，而不會產生孔洞。

再來的步驟便是將前固化完成的黏晶膠再放回烤爐，來進行固化（curing）的程式。由黏晶膠的規格書查知，QMI536HT 的固化條件是在 150°C 下烘烤 15 分鐘。依據這樣的方式，便可以烘烤出完全固化的黏晶材料。

之後便是從兩片鐵弗龍板間，用刀片將黏晶膠小心的取下。用筆刀裁切成長 20mm，寬 5mm 的實驗試片，筆刀劃過的試片邊緣會比較粗糙，必須在用研磨機做些許的磨平，以避免粗糙面造成應力集中的現象。最後在黏晶膠薄膜的前後各黏接上兩片的夾持片（end tap）以方便微拉力機夾持黏晶膠薄膜試片，並減少在夾持部位的應力集中現象，使破裂面能位在薄膜試片的中間部分。夾持片的材料以鋁片為主，因為鋁片可以承受高溫的環境下進行實驗而不溶化。圖(4.1)是試片的尺寸圖，圖(4.2)是試片完成後的樣品圖。圖(4.3)是製作試片所使用的 Loctite 公司出品的 QMI536HT 產品圖。

（二）異向性導電膠膜：

a. 試片材料：

由於異方性導電膠膜在市面上的索取不易，因此由工研院材料所提供本身所開發的異方性導電膠。工研院材料所在異方性導電膠膜已有多年的研究發展經驗，對於異方性導電膠膜在組成成分，材料特性等各方面有深入的瞭解。也因為工研院材料所的異方性導電膠膜尚未推到市場，因此方便提供作為學術研究的材料，因此便與工研院材料所合作共同進行異向性導電膠膜的研發工作。

薄膜試片共有四種不同的材料，分別是不摻著無機粉體 SiO_2 的異向性導電膠膜（ACF）、不含導電粉體與不含無機粉體 SiO_2 的純膠材（NCF）、含無機粉體 SiO_2 重量百分比 10% 的異向性導電膠膜（ACF-10% SiO_2 ）以及含無機粉體 SiO_2 重量百分比 20% 的異向性導電膠膜（ACF-20% SiO_2 ）。添加導電粉體主要的用途在於減少異向性導電膠膜與晶片間熱膨脹係數之間的差異，並減少因熱膨脹所造成的熱應力，讓異向性導電膠膜與晶片間因應力集中所產生的脫層現象減輕。

材料成分方面，異方性導電膠膜的導電粉體直徑大小約 $5.3\mu\text{m}$ ，成分是單純的鎳粉外面再包覆一層絕緣層，濃度為 8 vol%，所添加的無機粉體成分是 SiO_2 ，大小約 $0.6\mu\text{m}$ ，形狀是表面光滑的球狀體，binder 的材料為環氧樹脂系統，玻璃轉換溫度大約 130°C ，屬於熱固性樹脂材料，可運用於 pitch 為 $60\sim 70\mu\text{m}$ 的購裝材料上。圖(4.4)是異向性導電膠膜組成的成分種類；圖(4.5)是導電粉體的結構形狀；圖(4.6)是異向性導電膠接著後結構體側面圖。

b. 試片製作：

製作的方式是在工研院材料所以 180°C 的烤爐內烘烤 30 分鐘，並經由 DSC (Differential Scanning Carorimetry) 測試膠材，確定已到達完全固化 (fully curing) 的狀況。每次烘烤可以製成一片大約 A4 紙張大小，厚度約 $25\mu\text{m}$ 的薄膜純材料，並由厚度規的測量可以確定材料的厚度非常均勻。

將方形薄膜試片取下之後，可以利用筆刀裁切成長 20mm 寬 5mm 的方形試片，並在試片的兩端加上夾持片，便可以進行靜態的薄膜拉伸測試。圖(4.7)是不含任何添加物的純膠材薄膜試片製作完成的樣品圖。

4.1.2 黏著組合試片製作

本實驗選擇四種不同的異向性導電膠膜材料 (ACF、NCF、ACF-10% SiO_2 以及 ACF-20% SiO_2) 黏著於 ITO 玻璃與銅片薄膜之間，藉此可以模擬異向性導電膠膜實際應用在液晶顯示器背光軟板時，異向性導電膠膜與 ITO 玻璃和軟板上金屬電路之間黏著的情況，並討論黏著試片受各種實驗條件的影響，破壞機制的變化。以下就黏著組合材料的各部分材料分別做介紹，並說明試片製作的各項流程。

a. 試片材料：

黏著的組合試片可以分成三個部分，分別是 ITO 玻璃、銅片薄膜、以及四種不同的異向性導電膠膜。ITO 玻璃長與寬各是 50mm，厚度是 0.7mm，ITO 玻璃的其中一面鍍有 ITO 導電層，導電層是均勻的分佈的，上面沒有任何的佈線；異向性導電膠膜的四種材料由工研院材料所自行研發製作，規格與薄膜試片介紹部分相同；銅片薄膜部分主要採用日本製銅片薄膜捲，可分成粗面部分與亮面部分，一般銅片用於膠材接合之時，為了提高銅片的接著強度，會選擇以粗面銅作為和膠材的接著面，故本實驗選擇以粗面銅做為接著面。ITO 玻璃的接著面部分則選擇鍍有 ITO 導電層的部分做黏接，藉此模擬真實運用上 ITO 導電層與銅片導電層接合的強度變化。

b. 試片製作：

試片的製作首先是清洗 ITO 玻璃表面，為了確定黏著表面是乾淨無雜質的，於是用下列六個步驟來清洗玻璃表面，清洗玻璃的步驟主要由 ITO 玻璃的供應廠商提供，分述如下：

- (a) 將玻璃放置到肥皂水中，以超音波洗淨器清洗五分鐘。
- (b) 將玻璃放置到清水中，以超音波洗淨器清洗五分鐘。
- (c) 將玻璃放置到 DI-water 中，以超音波洗淨器清洗五分鐘。
- (d) 換新的 DI-water，將玻璃放置其中，以超音波洗淨器清洗十分鐘。
- (e) 玻璃清洗完成後，使用噴槍將玻璃表片的水滴去除。
- (f) 放置到 100°C 的高溫烤爐，烘烤十分鐘後取出，放置室溫下冷卻。

玻璃清洗完後，使用乾淨的試紙將每片玻璃包住，以減少灰塵或其他雜質附著於表面上，以上便完成了玻璃試片的製備。

異向性導電膠膜的製備由工研院材料所將四種不同的異向性導電膠膜塗佈於塑膠薄膜上，並置於溫度 0°C 的環境下保存。每次使用

異向性導電薄膜需從 0°C 冰箱中取出，並置於室溫下回溫十分鐘，才可以用來接合於玻璃表面。

銅片薄膜的製備則是由整捲銅片中取下其中一片長寬各約 50mm 的銅片薄膜，即完成銅片的製備。

黏接銅片薄膜與 ITO 玻璃的組合試片是以工研院自行設計的接合機台進行接合。首先以真空吸筏吸住 ITO 玻璃，以確定玻璃可以準確對應到接合頭，之後在 ITO 玻璃上鍍有 ITO 導電層的面放置一塊大小與接合頭相近（約 30mm x 3mm）的異向性導電膠膜，選擇一個適當的接合參數之後，接合頭便可以進行預接合（pre-bonding），預接合完成後，將異向性導電膠膜上層的塑膠層撕離，並將銅片薄膜的粗糙面對準 ITO 玻璃面的異向性導電膠膜後，接合頭便可以進行主要接合（final-bonding），主要接合完成後，黏著組合試片的製作便完成了，黏著後的異向性導電。異向性導電膠膜的接合過程如圖(4.8)所示。製作完成的試片如圖(4.9)所示。

4.2 儀器設備

本實驗使用微拉伸測試機在各種應變率與溫度之下進行塊狀材料的微拉伸測試，並在各種的溫度與接合條件下進行撥離強度的測試，同時也測量異向性導電膠膜在可靠度測試之後材料撥離強度的變化。本論文研究計劃所使用的儀器主要如下：

1. Instron-8848 微拉伸試驗機 (Micro Testing System)
2. 溫度與溼度控制箱 (Environmental Chamber)
3. 微氣動式夾頭 (Micro Pneumatic Grips)
4. 可變換夾面夾頭 (Versa Grips)
5. 桌上型恆溫恆濕測試機

6. 熱風循環烘箱 (Oven)
7. 掃描式電子顯微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM)
8. 正立式金相顯微鏡 (Metallurgical Microscopes)
9. 工研院自行研發之異向性導電膠接合機 (Bonding Machine)
10. 研磨拋光機
11. 超音波洗淨器

4.2.1 Instron-8848 微拉伸試驗機

Instron-8848 微拉伸試驗機用於微小材料試片拉伸測試，考慮到不同材料試片性質及測試條件的影響，微拉伸試驗機可做垂直和水平配置來進行試驗。由 Fasktrack 8800 控制器、Merlin 測試軟體和 Instron-8848 微拉伸試驗機所構成的測試系統，除了可做一般的軸向拉伸測試(tensile test)、壓縮測試(compression test)以及疲勞測試(Fatigue Test)外，配合其他不同夾具可做彎曲測試(bending test)，設備示意圖如圖(4.10)所示；以下為此系統的主要架構和性能描述：

主要架構：

- 1.可調角度負載架 (Load frame)
- 2.制動器 (Actuator)
- 3.荷重元 (Load cell)
- 4.夾具 (Grip/Fixture)
- 5.Fasttrack 8800 控制器 (Controller)
- 6.電腦 (Computer)

工作效能：

- 1.位移控制 / 量測精確度 / 解析度
 - (a)行程範圍：軸向行程 $\pm 100\text{mm}$

(b)量測精確度： $\pm 0.1\%$ 之設定速度

(c)位移控制解析度： $\pm 0.05 \mu m$

2.負載控制 / 量測精確度 / 解析度

(a)負載範圍： $\pm 1Kg$ 、 $\pm 100Kg$

(b) 1Kg 荷重元 - 精確度： $0.05g$ 解析度： $0.004g$

100Kg 荷重元 - 精確度： $5g$ 解析度： $0.4g$

4.2.2 溫度和溼度控制箱

為觀察材料在不同溫度、溼度等環境條件下的機械性質變化，於夾頭間外掛一溫度和溼度控制箱以進行不同環境下的測試；本系統之溫度和溼度控制箱主要係由本實驗室郭家泰學長設計，溫度控制方面，高溫氣體係由一熱阻線圈加熱烤箱內部空氣後排出，低溫氣體係以壓縮機壓縮之氣體導入盛有液態氮之鋼瓶，擠出已揮發的液態氮氣體來達到目的，如此可控制的溫度範圍為 $-70^{\circ}C \sim 1200^{\circ}C$ ，但考慮到試片夾頭最高容許工作溫度，最高溫度設定為 $250^{\circ}C$ ；溼度方面的控制係以加熱蒸留水產生水蒸氣導入控制箱的方式來模擬之。

4.2.3 微氣動式夾頭

此微氣動式夾頭由輕質材料製成，每個夾具重量僅 $45 mg$ ，使慣性(inertia)的效應減至最小，適用於低負載容量的荷重元之疲勞測試，且此夾具的設計適用於微小的試件如薄膜(film)，纖維(fiber)等試件的測試。

4.2.4 可變換夾面夾頭

此夾頭可平行作用於微氣動式夾頭，可由調整夾面角度來得到適當的夾面，夾頭寬度亦可增加至 $100mm$ ，以適合於其他複雜之試片。

4.2.5 桌上型恆溫恆濕測試機

本機器之機型為 TTH-AIT，溫度控制範圍在 $0^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ ，溼度控制範圍在 20%RH~98%RH。本機器包括四部分：加熱系統（電熱器）、冷卻系統（壓縮機）、機械系統、以及控制系統。可依其需要單獨控制溫度與單獨控制溼度，或者是溫度及溼度同時控制。由於原本儀器之溼度感應器損壞，故更換新的濕球感應器。在實驗中利用乾、濕球的溫度差異來控制溫度與溼度。

4.2.6 熱風循環烘箱

溫度範圍是 $40^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 、以及 300°C ，機器的解析度為 0.1°C ，溫度控制是由 PID 自動控制，並由 LED 數字顯示，烘箱內附計時器，最長的計時時間為 99 小時 59 分，由進口的多段程式型溫度表做定時的功能，烘箱主要材質是內不繡鋼外鐵製烤漆。

4.2.7 掃描式電子顯微鏡

掃描式電子顯微鏡可對不同材料如生物、金屬、陶瓷、薄膜等顯微影像，或是做破壞面、金相表面觀察檢測；本實驗所使用之高分子材料為非導體，在使用 SEM 做斷面觀察時，需先做濺鍍(Au / Pt)處理使其導電，濺鍍時間多寡依實際情形而定。

4.2.8 正立式金相顯微鏡

內含上下光源，並有內藏式多組濾光片，可加裝 CCTV 與電腦連線做影像處理，並具有 lock 裝置，以鎖定載物台上限位置，避免鏡頭與物體碰撞，最大放大倍率可達一千倍，目鏡放大倍率固定為十倍，物鏡的放大倍率依鏡頭而定，最大可達一百倍，最小是四倍。

4.2.9 工研院自行設計之異向性導電膠膜接合機

由於工業用異向性導電膠膜接合機非常昂貴，工研院材料所委託國內廠商貞亮有限公司研發接合機。機台主要可以分為五部份，分別是接合頭、加熱器、接合頭位置控制系統、CCD 螢幕監控對位系統、以及人機控制介面。接合頭可以控制的接合溫度範圍在 25°C 到 600°C 之間，接合時間最高可達 100 秒，接合壓力最大可達 1 公斤重，人機介面控制系統最多可以輸入 15 筆不同的接合條件。設備如圖(4.11)所示。

4.2.10 研磨拋光機

不繡鋼雙迴轉盤，耐磨持久，並具有精密的迴轉平衡度，不會因施力過大而產生偏擺的現象，共有兩個轉盤，轉盤直徑是 200mm，研磨速度控制範圍在 0~600rpm，轉盤馬力可達 300 瓦，並有兩個沖水冷卻系統。設備如圖(4.12)所示。

4.2.11 超音波洗淨器

內部材質是進口不繡鋼材質，可耐酸鹼，本機台沒有加熱器，震盪最高頻率可達 43KHz，可定時震盪 0~99 秒，水槽體積是 10.8L。設備如圖(4.13)所示。

4.3 測試方法

本研究測試的試片主要有兩大類型，分別是薄膜塊狀試片以及膠材與玻璃和銅片薄膜接合後的組合試片，測試的方式主要是薄膜塊狀試片的軸向靜態拉伸，以及接合試片撥離強度的測試，最後對試片的破壞面以掃描式電子顯微鏡觀察之，並配合前面的拉伸與撥離試驗探

討其破壞面的破壞模式以其破壞機制。每組實驗在同樣的測試條件下均至少有六個以上的測試，整體的數據的離散性不大，所得到的數據經過處理後，除去離散性比較大的數值，每項實驗的測試至少完成三個以上有效的試片數據。薄膜塊狀試片實驗流程如圖(4.14)，黏著組合試片實驗流程如圖(4.15)，各別的實驗過程如下：

4.3.1 薄膜塊狀試片測試

(一) 黏晶材料

由於黏晶膠在固化後的玻璃轉換溫度大約在 140°C ，為了避免膠材在溫度超過玻璃轉換溫度而發生軟化的現象，所以選擇玻璃轉換溫度以下的四個溫度分別進行靜態拉伸的實驗，這四個溫度分別是 25°C 、 75°C 、 100°C 及 125°C 。此外，為了瞭解黏彈性材料受時間因素所造成的影響，因此選取了四個不同的應變率作為實驗條件，分別是 10^{-2} 、 10^{-3} 、 10^{-4} 及 10^{-5} mm/mm/sec 。綜合四種溫度與四種應變率，共可組合出十六種不同的實驗條件。靜態拉伸測試可以瞭解材料的彈性模數、破壞強度、以及破壞應變。由破壞強度的大小。

(二) 異向性導電膠膜

此部份實驗方法與黏晶膠相同。異方性導電膠的玻璃轉換溫度為 130°C ，因此實驗溫度的選取和黏晶膠相同，各是 25°C 、 75°C 、 100°C 及 125°C ，由於對異向性導電膠膜主要的探討在於膠材本身對溫度的敏感性，因此拉伸的應變率這部分固定於 10^{-4} mm/mm/sec 。此外，在異向性導電膠膜的材料部分，我們同樣選取四種不同的異向性導電膠膜（ACF、NCF、ACF-10% SiO_2 、以及 ACF-20% SiO_2 ），透過四種不同材料的比較，我們可以了解導電粒子以及無機粉體添加物對材料機械性質的影響。

另外，我們亦將異向性導電膠膜的薄膜試片放置於 85°C/85%RH 高溫高濕以及 70°C 高溫下進行老化測試，分別於 24、48、以及 72 小時後將試片取出，放置於室溫下一段時間後，在室溫中以應變率 10^{-4} mm/mm/sec 進行測試，藉此了解材料本體是否會因老化測試發生劣化的情形。

4.3.2 黏著組合試片測試

接著組合材料主要進行的測試是撥離強度的測試，透過 90 度角的撥離測試，我們可以了解試片的接著強度。機器的撥離拉伸速率為 6mm/min，測試時將試片由銅片薄膜把異向性導電膠膜完全撥離開 ITO 玻璃表面，直到所有膠材完全由 ITO 玻璃面脫離才結束測試，測試的實際情況如圖(4.16)與圖(4.17)所示，測試的示意圖如圖(4.18)所示。異向性導電膠的靜態拉伸試驗應該遵守表(4.1)的規格，才算是合格的膠膜。各項的測試條件如下所述：

(一) 接著條件測試

本研究選擇五種不同的接著條件，分述如下：

	Pre-bonding			Final-bonding		
	壓力(kgf)	溫度(°C)	時間(sec)	壓力(kgf)	溫度(°C)	時間(sec)
1	0.15	150	5	0.25	240	60
2	0.15	150	5	0.25	240	100
3	0.15	150	5	0.25	260	30
4	0.15	150	5	0.25	260	60
5	0.15	150	5	0.25	260	90

並選用四種不同的異向性導電膠膜來比較，藉以了解接合的三項參數（接合壓力、接合溫度、以及接合時間）對接著強度的影響，並

可以比較不同材料之間，因添加無機粉體或是導電粒子，對膠材黏著情形的影響。同時選出一個最適當的接著條件，用以進行高溫環境、85°C/85%RH 高溫高濕老化、以及 70°C 高溫老化測試。

此外，也選用市場上供應的 3M 公司製造的異向性導電膠膜做測試。因為 3M 公司的異向性導電膠膜以開發完全，故我們已知此產品的接著條件，實驗中我們改變接著壓力，選用五種不同的接著壓力，不變動接著溫度與接著時間，藉以了解接著壓力對接著後接著強度的影響狀況。以下是 3M 公司異向性導電膠膜的接著條件。

	Pre-bonding			Final-bonding		
	壓力(kgf)	溫度(°C)	時間(sec)	壓力(kgf)	溫度(°C)	時間(sec)
1	0.10	120	3	0.05	240	20
2	0.10	120	3	0.10	240	20
3	0.10	120	3	0.15	240	20
4	0.10	120	3	0.25	240	20
5	0.10	120	3	0.50	240	20

(二) 高溫環境測試

為了解試片在各種溫度條件下，接著能力受環境溫度的影響，故選擇四種不同的溫度測試環境，進行接著組合試片的撥離強度測試，溫度分別是 25°C、75°C、100°C、以及 125°C，並仍然選擇四種不同的異向性導電膠膜材料，可以比較不同無機粉體濃度與導電粒子對溫度的敏感性。為確定接著組合試片在四種溫度條件下均已完全受熱，因此實驗進行時，均將試片放置在各個溫度下一個半小時，待試片完全受熱後，將試片取出，並在同樣的溫度環境下進行撥離強度的測試

(二) 可靠性測試

異向性導電膠的可靠度測試應該遵守表(4.2)的規格。如果在溫溼度條件更高或是老化時間更長的情況下，造成低於此規格太多的情況，則表示此環境條件太過嚴苛，不宜用於作為測試規範；如果異向性導電膠材在規格中測試後，仍可符合規格的要求，則可確定此材料為合格之異向性導電膠膜。

a. 高溫高濕老化

本研究選用業界通用的 $85^{\circ}\text{C}/85\%\text{RH}$ 作為高溫高濕老化的測試條件，並選擇 24、48、72、120、250、500、1000 小時作為測試觀察的時間點，藉此可以方便觀察試片在剛進恆溫恆濕箱早期比較劇烈的變化，並可以了解試片是否能通過 1000 小時的測試。在恆溫恆濕箱放置到了固定的時間後，將試片放於室溫中一段時間，之後在室溫下進行撥離強度的測試。

b. 高溫老化

本研究選用的高溫老化溫度為 70°C ，因現行液晶面板廠對異向性導電膠膜的測試方法是以在 70°C 下經過 1000 小時，異向性導電膠膜沒有發生劇烈的損害為標準，表(4.3)為現行液晶面板廠對異向性導電膠膜之可靠度測試規格。觀察試片的時間點和高溫高濕測試的條件相同，一樣是選擇 24、48、72、120、250、500、1000 小時作為測試觀察的時間點，測試時同樣將試片放於室溫下一段時間，之後在室溫下到微拉力機進行撥離強度的測試。

