



101年度奈米國家型計畫執行報告

奈米技術計量標準計畫（4/6）

（4年度）

全程計畫：自 98 年 1 月至 103 年 12 月止

本年度計畫：自 101 年 1 月至 101 年 12 月止

委託單位：經濟部標準檢驗局

執行單位：工業技術研究院

中華民國 101 年 12 月

【 期末報告摘要資料 】

科資中心編號	PG10101-0148			
計畫中文名稱	奈米技術計量標準計畫			
主管機關	經濟部標準檢驗局	計畫編號	101-1403-36-辛 01-00-00-00-24	
執行機構	財團法人工業技術研究院	審議編號	101-1403-05-辛06	
年度	101	全程期間	9801-10312	
本期經費	38,600仟元			
執行單位出資	0%			
經濟部標準檢驗局	委託(補助) 100%			
執行進度		預定進度	實際進度	落後比率(比較)
	當年	100%	100%	0%
	全程	55%	55%	0%
經費支用		預定支用經費	實際支用經費	支用比率
	當年	38,600仟元	38,599.26仟元	99.9%
	全程	258,424仟元	185,226.26仟元	71.67%
中文關鍵詞	奈米計量、奈米粒子、奈米薄膜計量、X 光量測技術、奈米標準			
英文關鍵詞	Nanometrology, Nanoparticle, Thin Film Metrology, X-Ray Technology, Nanotechnology Standard			
研究人員	中文姓名		英文姓名	
	傅尉恩		Wei-En Fu	
	何信佳		Hsin-Chia Ho	
	劉惠中		Huay-Chung Liou	
	姚斌誠		Bin-Cheng Yao	
研究成果中文摘要	<p>1. 奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項：</p> <p>(1) 奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質。 -完成奈米銀參考物質評估與各種物理與化學特性分析。標稱粒徑包括 20 nm、60 nm 以及 70 nm。其樣品粒徑分布分別為 2.1 %、1.4 % 與 1.4 %。並依據 ISO GUID34，進行生產管理、量測驗證與品質文件建立，未來樣品將可供國內外比對的標的，可以供應二級實驗室校正與生物等實驗工作。</p> <p>(2) 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術 -完成氣相粒子量測系統架設以及系統評估工作，建立一套可追溯標準系統，並於 2012 年 11 月 19 日完成系統查驗會議。本系統未來可以提供粒子計數器之偵測效率的校正服務。 校正項目：標準粒子計數器之偵測效率 (Detection efficiency of</p>			

Standard particle counter)

量測範圍：粒子粒徑介於50 nm~200 nm，濃度 10^3 cm^{-3} ~ 10^4 cm^{-3}

相對擴充不確定度：

	目標濃度 (cm^{-3})	偵測效率相對擴充 不確定度 (%)
50 nm	3200	2.3
100 nm	1000	2.2
100 nm	3200	2.4
100 nm	10000	2.3
200 nm	3200	2.4

信賴水準：95 %

涵蓋因子：2.0

(3) 奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

-完成補償靜電力不確定度評估，包含各項不確定度源之量測與評估。產出技術報告一篇，系統最小之標準量測不確定度為4.8 nN。完成微力量測系統部分元件之改良，包含新設計之平衡型撓性平台、鍍金電極與電容偵測電路等。撓性平台之設計導入電極質量平衡設計，並將其剛性由18.3 N/m降低為13.08 N/m。完成AFM Cantilever剛性量比對實驗，AFM Cantilever之剛性分別由靜電偵測與致動量測系統與天平所測得，兩者所得結果差異小於2%。

2. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項：

(1) 薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術建立。

-本年度發展利用原子力顯微鏡量測奈米級線寬量測技術，可提供線寬標準件之校正服務。參考國際標準組織(ISO)的“ISO/IEC Guide 98-3:2008”所述之方法，分析本量測技術各項誤差源及其對不確定度之影響，提供線寬標準件校正追溯服務。本量測技術經過評估後，其擴充不確定度表示如下，其中取95 %的信賴水準，涵蓋因子為2.14。

$$U = 2.14[1.67^2 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}}\right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L\right)^2 + X_2^2]^{1/2}$$

其中

X_1 ：線寬量測重複性

X_2 ：影像疊合誤差之標準不確定度

L：線寬

(2) 薄膜表面特徵量測標準技術建立。

-本年度已整合氣體流量設備與現有XRR量測技術，規劃並建立X-ray porosimetry量測技術，整體架構包括：主要的XRR Goniometer (X光

源管 (X-ray Tube)、高精度測角器 (High Resolution Goniometer)、光束平行準直器 (Parallel Plate Collimator)與偵測器 (Detector)與現有的快速退火裝置 (Domed Hot Stage for Four-Circle Goniometers : DHS 1100, Anton Paar)、組裝的氣體流量設備(MFC, 總流量為1,000 sccm)、外接GN2氣體做Carrier Gas、密閉式且具有Kapton-window之chamber (減少對X-ray吸收)、真空乾式pump及可監測氣體線性比例的光譜儀。

-完成一低介電(Low dielectric constant, Low-k)多孔性材料薄膜的孔隙率(Porosity, %)及孔徑尺寸分佈(Pore size distribution, 主要直徑尺寸約1.3 nm)分析研究。藉由氣體吸附/脫附的物理現象, NIST查核片#1的實驗結果 (reflectivity curve) 顯示試片至30%甲苯即飽和, 孔隙率約為38%~40%; 高斯函數的分佈結果, pore size主峰在1.2~1.3 nm (diameter); 將氣體吸附與脫附實驗結果比較, 則無明顯遲滯現象(Hysteresis loop), 表示試片內為獨立奈米孔隙分佈。

(3)奈米薄膜機電特性與化學性質標準技術建立。

-奈米拉伸量測系統測長能力修訂

測長能力: 涵蓋因子為 2.03, 位移區間的擴充不確定度如下:

$$4.1 \times 10^{-6} (1 \text{ nm} < \text{位移} < 50 \text{ mm})$$

-完成2012 VAMAS奈米壓痕國際比對(五種參考材料)

-完成薄膜破壞韌性量測基礎研究

-推動國內奈米壓痕量測規範制訂

3. 奈米國際量測與產品標準推動分項:

(1) 成立並主持IEC TC 113 WG3 一新技術規案(TS)提案 (奈米電子產品相關)計畫, 編號及名稱 IEC/TS 62844 "Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products".

(2) 奈米標準諮議會(TNSC):

a) 第一工作組(TWA1)進行三件標準案:

1. 出版階段: 出版編號TNS A001001 '奈米技術-奈米體的術語與定義-奈米顆粒 奈米纖維及奈米板' (為ISO/TS 27687

Nanotechnologies —Terminology and definitions for nanoobjects— Nanoparticle, nanofibre and nanoplat之中文化草案)

2. 諮詢階段(enquiry stage):中文化草案 "ISO/TS 80004-3:2010 — Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects

3. 新工作提案(NWIP): 中文化草案 ISO/TS 80004-1:2010 Nanotechnologies -- Vocabulary -- Part 1: core terms

b) 第二工作組(TWA2)進行一件標準案:

1. 新工作提案(NWIP): 奈米壓痕量測標準

c) 舉辦二場奈米標準諮議會(TNSC)會議、四場工作組(TWAs)會議

	<p>(3) 標準組織參與運作 協調專家參加ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS國際奈米標準會議共7人次，參與約50項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。</p>																		
<p>英文摘要</p>	<p>1. Measurement Standards for Nanoparticle/Nanowire Sizes and Functional Properties :</p> <p>(1) The assessment of nanosilver reference material (RM) is achieved, which is included the analysis of variant physical and chemical properties. The nominal particle sizes are 20 nm, 60 nm and 70 nm. The RMs' size distribution are 2.1%, 1.4% and 1.4%, respectively. Based on ISO GUID34, we completed production management, verification of measurement and quality documents. These RMs will be available as the subject for the international comparison, and also can supply for the calibration of secondary laboratory and biological experiments.</p> <p>(2) Measurement Standards for Ambient Suspended Nanoparticles and Specific Surface Area:</p> <p>- The calibration system is designed and assembled by CMS, including a FCAE, a DMA and a CPC. The calibration system belongs to nanoparticle size calibration system (D26).</p> <p>The uncertainty analysis of measurement results is based on ISO/IEC Guide 98-3:2008. The uncertainty sources from the measurement instruments and process are considered and evaluated. The obtained results show that the existing measuring system provides the following calibration capability:</p> <p>Calibration item: Detection efficiency of Standards aerosol particle counter</p> <p>Measuring range: particle number concentration from 10^3 cm^{-3} to 10^4 cm^{-3} with particle size of 50 nm~200 nm</p> <p>Relative Expanded uncertainty:</p> <table border="1" data-bbox="440 1536 1430 1877"> <thead> <tr> <th>size</th> <th>Concentration (cm^{-3})</th> <th>Relative expanded uncertainty of detection efficiency (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>50 nm</td> <td>3200</td> <td>2.3</td> </tr> <tr> <td>100 nm</td> <td>1000</td> <td>2.2</td> </tr> <tr> <td>100 nm</td> <td>3200</td> <td>2.4</td> </tr> <tr> <td>100 nm</td> <td>10000</td> <td>2.3</td> </tr> <tr> <td>200 nm</td> <td>3200</td> <td>2.4</td> </tr> </tbody> </table> <p>Confidence level: 95 % Coverage factor: 2.0</p> <p>(3) Nanoparticle/Nanowire Functional Properties Measurement</p>	size	Concentration (cm^{-3})	Relative expanded uncertainty of detection efficiency (%)	50 nm	3200	2.3	100 nm	1000	2.2	100 nm	3200	2.4	100 nm	10000	2.3	200 nm	3200	2.4
size	Concentration (cm^{-3})	Relative expanded uncertainty of detection efficiency (%)																	
50 nm	3200	2.3																	
100 nm	1000	2.2																	
100 nm	3200	2.4																	
100 nm	10000	2.3																	
200 nm	3200	2.4																	

Standards:(Force measurement below 200 microNewton with measurement uncertainty smaller than 5 nN) :

The uncertainty estimation for the electrostatic compensation force was carried out, which includes the measurement/evaluation of every relevant parameters. The minimum of the combined standard uncertainty is estimated to be 4.8 nN. The old aluminum flexure stage was replaced by a newly designed Cu-Be flexure stage, in which counter weight balance mechanism was integrated into the flexure stage. The stiffness was reduced from 18.3 N/m to 13.08 N/m. The force measurement system was partly upgraded. The new gold-plated electrodes were installed with the new configuration to allow multiple sensing degrees of freedom. The measurement of the AFM cantilever's stiffness was performed using both the electrostatic sensing & actuating force measurement system and the balance. The difference between the results obtained by two system is less than 2%.

2. Measurement Standards for Thin Film :

(1)Thin Film Surface CD Measurements and Characterization

-Developing the measuring technique of linewidth was carried out. The influential factors of linewidth on this measurement technique will be identified to estimate the uncertainty of the system according to the ISO "ISO/IEC Guide 98-3:2008", hereinafter called the ISO GUM.

The uncertainties with coverage factor level of 2.14 and confidence level of 95 % are calculated as follows:

$$U = 2.14 \left[1.67^2 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}} \right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L \right)^2 + X_2^2 \right]^{1/2}$$

With

X_1 : Repeatability of linewidth

X_2 : Uncertainty of stitching error

L : Linewidth

(2)Thin Film Surface Geometric Metrology

-Integrated the present X-ray reflectivity and the newly built mass flow controller system. The X-ray porosimetry measurement techniques were developed, including a XRR high resolution goniometer, a X-ray tube, a parallel plate collimeter, a detector, a rapid heating plate (Anton

Paar DHS 1100), a mass flow controller (1000 sccm in total), GN2 carrier gas, a sealed chamber with X-ray Kapton windows, a pump and a spectrometer to monitor the vapor ratio.

-The measurements of low-k porous thin films in structure characterization were performed. Two key parameters, porosity(%) and pore size distribution(most size population falls in the diameter of ~1.3 nm in diameter), were derived for characterizing the NIST checking sample #1. Due to vapor adsorption and desorption phenomenon, the reflectivity curves exhibit reversible results in critical angles(representing film density) as vapor ratio changes, in which as a result, the porosity(38%~ 40%) is obtained when films reach the saturation status(30% toluene). Adsorption/desorption density curves were then curve fitted based on Gauss function in order to get the pore size distribution. After the equation was derived and replaced pore sizes to vapor ratio from Kelvin's equation, the pore size distribution was obtained and the main pore size was indicated as a main peak of 1.2 nm~ 1.3 nm(diameter). From the hysteresis loop between adsorption/desorption density curves, the film indicates individually distributed nano pores.

(3)Thin Film Functional Properties Measurement and Characterization

-Modified the displacement measurement of nano- tensile testing system
Displacement measurement:

The values of expanded uncertainty are listed as follows with coverage factor of 2.03.

$$4.1 \times 10^{-6} \text{ m} (1 \text{ nm} < \text{Displacement} < 50 \text{ mm})$$

-Participate the VAMAS international comparison on nanoindentation with five reference materials.

-Preliminary study on the measurement of fracture toughness for thin films

-To promote and develop the measurement standard for nanoindentation method.

3. International Standards for Nano-Measurements and Nano-Products :

(1) to establish and chair a new IEC TC 113 WG3 new working item (nano product related) program: IEC / TS 62844 " Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products".

(2) Taiwan Nano Standard Council (TNSC):

a) Technical Working Area 1(TWA1) worked on three standard items:

1. Publication stage: publication Number TNS A001001, traditional Chinese version of ISO / TS 27687 "Nanotechnologies-Terminology and definitions for nanoobjects-Nanoparticle, nanofibre and nanoplat"

2. Inquiry stage: traditional Chinese version of "ISO / TS 80004-3:2010 - Nanotechnologies - Vocabulary - Part 3: Carbon nano-objects"
 3. new work proposal (NWIP): traditional Chinese version of ISO / TS 80004-1:2010 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 1: core terms
- b) Technical Working Area 2 (TWA2) worked on one standard items:
1. new work proposal (NWIP): " Nano-indentation measurement standard "
- c) 2 Taiwan Nano Standards Council (TNSC) and 4 technical working group meetings meetings were hold.
- (3) standards organizations participation
- To coordinate the 7 experts participation of a total of 4 international standard meetings, including ISO TC 229, IEC TC 113 and VAMAS, participating in the discussion of about 50 draft standards.

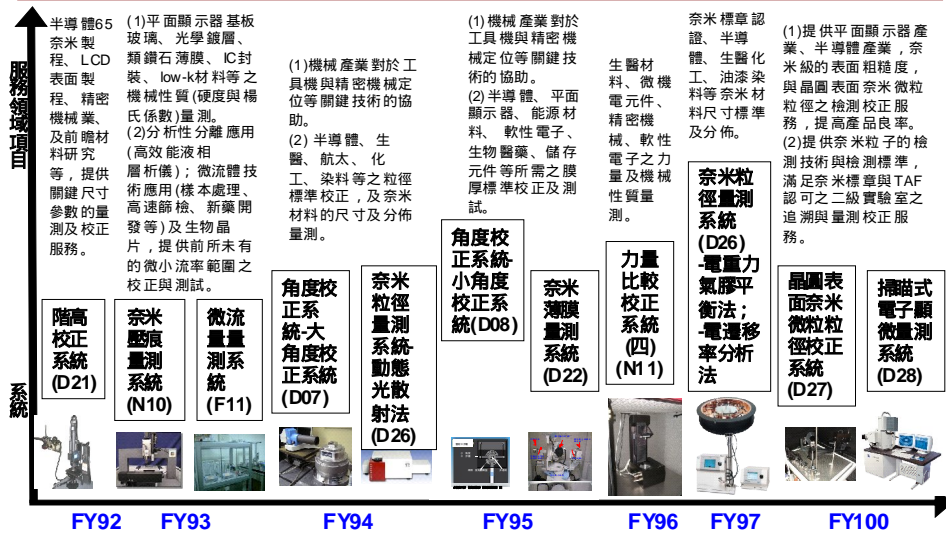
本計畫執行成果之實質影響與重要性：

(一)經濟效益

1. 建立我國在奈米技術的發展上所需之量測標準與關鍵技術，建置與維持國家最高之奈米計量標準的完整追溯體系。本計畫已建立之十套國家標準系統(如圖一)，每年約可提供 200 件/250 萬元的校正服務(由國家度量衡標準實驗室運作計畫統一繳庫)，一般咸認以二級實驗室之數量(全國認證基金會目前所認可之實驗室超過一千家)作為乘數來評估一級校正之衍生效益，依此計算本計畫在經濟效益上的擴散效益，每年可達 25 億元以上。

圖一 FY92-100 已建立之十套國家標準系統

重要客戶：台積電、聯電、中華映管、華邦電、南亞科技、瀚宇、華映、統寶、凌巨、華邦、育鼎、茂德、安捷倫、傑克電機、巨研科技、友嘉、南港輪胎、中國砂輪、科榮科技、清華大學、中興大學、成功大學、金工中心、工研院奈米中心&電光所&顯示中心&無線辨識科技中心&機械所，超過1,200件校正服務。

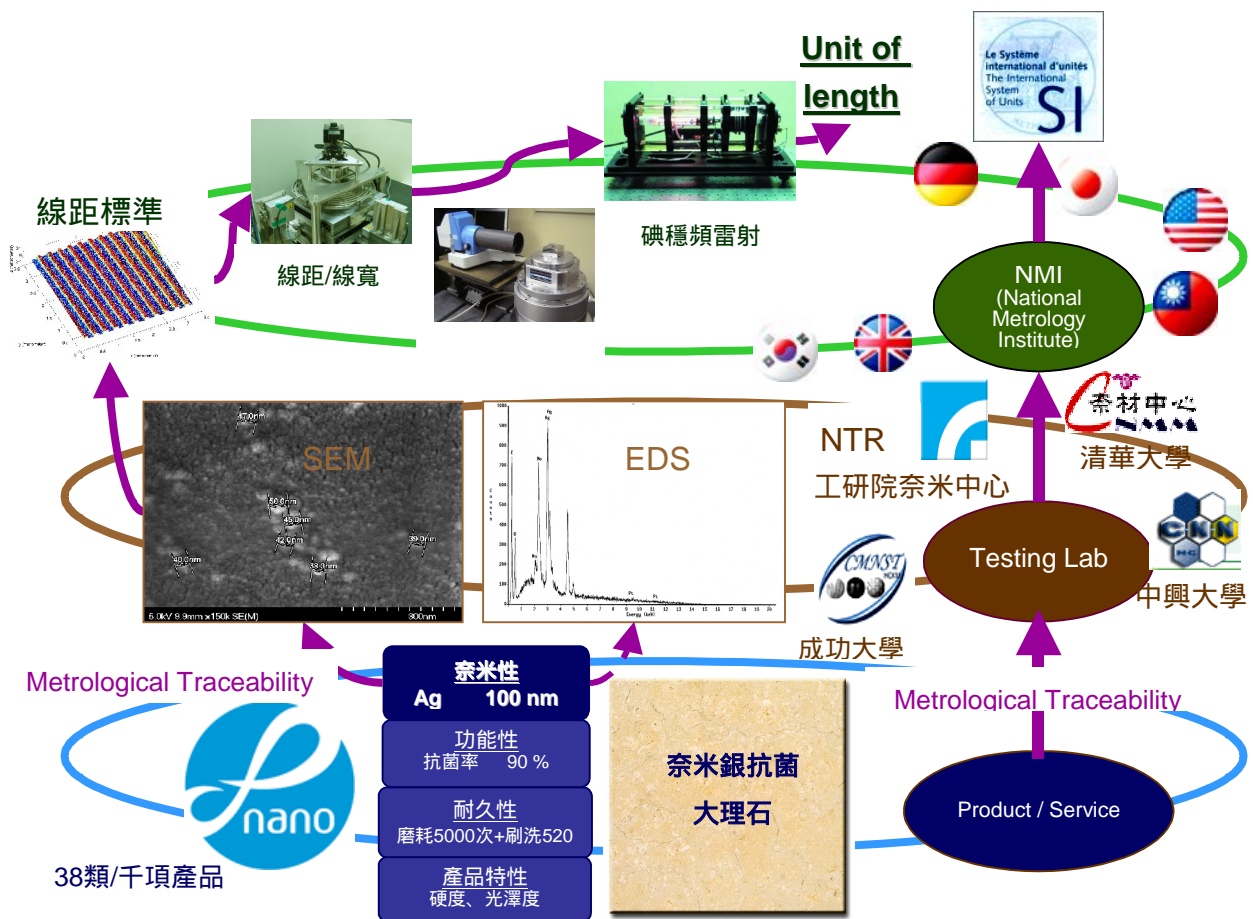


(1) 實例：階高(step-height)標準校正服務，協助半導體產業晶片製程設計、物料採購及生產製程品管。在薄膜(metal)、黃光及蝕刻三段製程中都會先檢測電性是否符合設計，若不在可接受範圍內，將再針對此處進行 step-height 檢測，因差異將影響元件或產品電性，造成產品如 CPU 速度不對(高度愈高電阻愈小)，每案客戶的設計規格中可容忍的誤差為±10%。效益估算以台積電為例：100 年至 11 月營收為 NT387,679M/year；參考 BIPM (國際度量衡局)的評估模式：一級校正服務之效益佔產值之 1%，據此估算服務此公司之貢獻度達 NT3,876.79M/year，若降低二個數量級(order)保守估算仍有 NT38M/year，而台積電 90 奈米、65 奈米、40 奈米製程佔營收之 62.5% (分別為 9%、27%、26.5%)，則估計本系統對該公司之貢獻度可達 NT24M/year。

2. 本計畫所建置之檢測追溯技術與量測系統，具以協助經濟部工業局推動奈米產品驗證制度(奈米標章)，提供產品驗證時奈米尺度之驗證依據。

(1)實例：建置粉體粒徑標準量測系統，作為我國奈米粉體粒徑量測最高標準，提供奈米標章認可實驗室檢測廠商產品之追溯依據(如圖二)。目前取得認可之奈米標章的產品超過九百項，生產認可產品約可提高產品價格 10%~20%，並可提昇公司形象與產業競爭力。粗估通過認可之奈米產品，每年總產值可達數億元以上。

圖二 協助推動奈米標章及建立完整標準追溯鏈



(二)社會效益

1.本計畫所研發之計量技術與追溯評估技術，已成功移轉至學術單位，實質提升實驗品質與學術實力。

(1)實例：成功大學 - Nanoindentation, DLS, Contact Angle；清華大學 - AFM；中興大學 - DLS；龍華科技大學 - AFM。

(2)舉辦能力試驗：DLS(成功大學、中興大學、美梭公司)

2.協助政府權責機關，共同研擬奈米技術在安全問題與健康問題上之解決對策。

(1)實例：衛生署 - 執行建構含奈米成分化粧品之管理規範(FY101)、奈米產品檢驗人才教育訓練暨實務訓練計畫-奈米藥品、醫療器材及化粧品檢驗及實驗室人員訓練機制之研究(FY100)、奈米檢驗及製造廠人才教育訓練暨實務訓練-奈米藥品、醫療器材及化粧品檢驗及實驗室稽查人員訓練機制之研究(FY99)、奈米檢驗及製造廠查核人員奈米技術能力提升及實務輔導(FY98)、建構奈米化藥品之奈米檢測方法與安全性評估機制(FY98)；勞研所 - 奈米作業場所調查與粒徑濃度測定(FY97)。

(三)國際影響：

1.推動奈米計量與標準之國際調和工作，積極參與國際標準活動，研究實力深獲國際肯定，並與國際奈米研究機構，建立完整而堅強的聯盟關係。

(1)實例一：97年5月20日完成與凡爾賽先進材料與標準計畫(VAMAS: The Versailles Project on Advanced Materials and Standards)簽訂合作備忘錄(MOU)，加入 Steering Committee 成為正式會員。

(2)實例二：97年10月28日與日本物質材料研究機構(NIMS: National Institute for Materials Science, Japan)簽訂合作備忘錄(MOU)，針對 Nanotechnology-driven advanced materials metrology research, X-ray physics and its industrial metrology applications, Nanoscale material characterizations 等方向進行合作。

(3)實例三：98年2月26日歐洲標準參考物質中心 IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements)邀請本計畫參加 30 nm Silica 奈米粒子量測能力試驗。以動態光散射法(DLS)量測的比對結果被接受，受邀成為 IRMM 的合作伙伴，接受 IRMM 委託測試其開發的奈米粒子驗證參考物質。99年3月接受 IRMM 委託以 DLS, TEM/SEM 量測 2 個二氧化矽奈米粒子 FD100 及 FD304。

(4)實例四：97年11月與台大粒子實驗室共同參加美國 NIST 主辦的 Nano-TiO₂ 比表面積量測能力試驗。

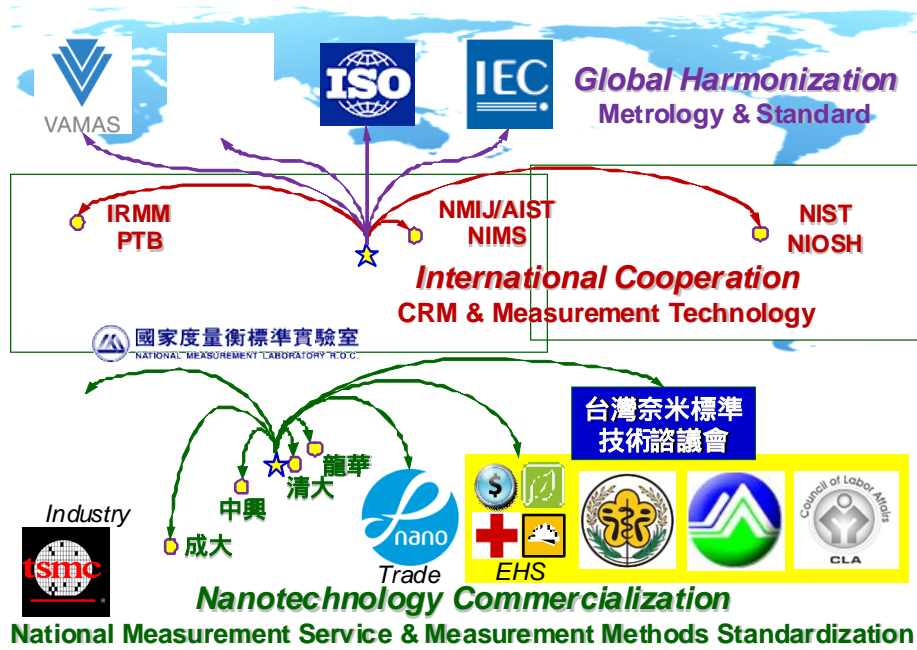
(5)實例五：99年接受 IRMM 委託，以 DLS 及 EM 量測二氧化矽奈米粒子 ERM-FD304 及 ERM-FD100。

(6)實例六：2010.11 APMP-TCL 與 WGMM 大會，決議由國家度量衡標準實驗室，擔任 2011-2012 國際奈米粒子比對(APMP TCL / WGMM Supplementary comparison on Nanoparticle Size)之 Pilot Lab、NMIJ 擔任 Co-pilot Lab。

2.透過國際合作共同解決全球之奈米 EHS 議題。

(1)實例：97年8月27日與美國國家職業安全衛生研究所(NIOSH: National Institute for Occupational Safety and Health, USA)簽訂合作意願書(LOI)，內容為「Collaborating on a project to coordinate development of reference materials for engineered nanoparticles」。

圖三 計畫之社會效益與國際影響



報告頁數	
使用語言	中文
全文處理方式	可立即對外提供參考

報 告 內 容

目 錄

壹、年度活動紀要	1
貳、前言	2
參、計畫變更說明	3
肆、執行績效檢討	
一、與計畫符合情形	
(一)進度與計畫符合情形	4
(二)目標達成情形	5
(三)配合計畫與措施	20
二、資源運用情形	
(一)人力運用情形	21
(二)設備購置與利用情形	21
(三)經費運用情形	22
三、人力培訓情形	24
伍、成果說明與檢討	
一、奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫	31
二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫	83
三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫	119
四、成果與推廣	139
陸、結論與建議	145
附件	
附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單	151
附件二、國外出差人員一覽表	151
附件三、專利成果統計一覽表	153
附件四、論文一覽表	154
附件五、研究報告一覽表	158
附件六、研討會/成果發表會/說明會一覽表	160
附件七、研究成果統計表	161
附件八、中英文對照表	162
附件九、參考文獻索引	165
附件十、期末審查意見回覆	168

壹、年度活動紀要

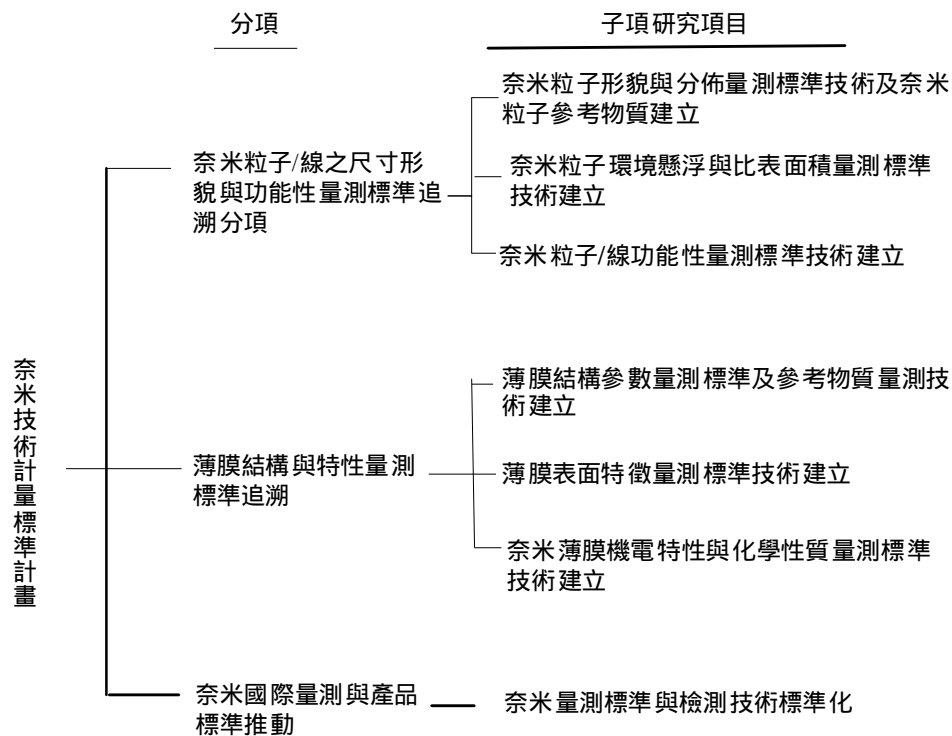
時間	大事紀要
100/12/26	Fy101 奈米技術計量標準計畫議價，本計畫以 38,600 仟元決標。
100/12/29	舉行 FY100 奈米技術計量標準計畫期末實地查證會議，由周俊榮組長主持。
101/01/05	國家型計畫辦公室召開奈米國家型科技計畫-部會署額度協調會。
101/01/20	依議價金額 38,600 千元，進行計畫簽約。
101/02/09	Fy102 奈米技術計量標準計畫綱要計畫審查會於標檢局第一會議室舉行。
101/02/23	于台北國科會 2F 第 6、7 會議室，奈米國家型計畫辦公室召開奈米國家型科技計畫 100 年績效評估審查會議(第一次部會協商會議)。
101/03/27	于交通大學交映樓 4F 404 室，國家型計畫辦公室召開 101 年度第二次部會協商會議。
101/03/27	于交通大學交映樓 7 樓 710 室，國家型計畫辦公室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
101/05/15	國科會企劃處于科技大樓 2 樓第 5 會議室，舉行 102 年度奈米國家型科技計畫綱要計畫初審暨 100 年度綱要計畫績效評估複評會議，計畫進行 20 分鐘簡報。
101/05/22	于新竹舉辦奈米粒徑量測技術研討會，計有學員 32 名。
101/05/29	于「台北國科會」科技大樓 2F 會議室 5，國家型計畫辦公室召開 101 年度第三次部會協商會議。
101/05/29	于「台北國科會」科技大樓 2F 會議室 3，國家型計畫辦公室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
101/06/04	于新竹舉辦奈米壓痕量測技術研討會，計有學員 27 名。
101/07/04	辦理「奈米計量標準技術論壇-以奈米粒子檢測標準與技術提升產業及民生發展」，計有產官學研代表 7 人與會。
101/07/17	于交通大學交映樓 4F 404 室，國家型計畫辦公室召開 101 年度第四次部會協商會議。
101/07/17	于交通大學交映樓 7F 710 室，國家型計畫辦公室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
101/07/19	召開奈米標準技術諮議會(Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC)101 年第 1 次會議。
101/08/09	于台中舉辦「奈米薄膜量測技術研討會」、「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，計有學員 60 名。
101/08/23	完成計畫期中書審。
101/09/18	于交通大學交映樓 4F 404 室，國家型計畫辦公室召開 101 年度第五次部

時間	大事紀要
	會協商會議。
101/09/18	于交通大學交映樓 7F 710 室，國家型計畫辦公室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
101/09/20	于台南舉辦奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會，計有學員 19 名。
101/09/21	于台南舉辦奈米薄膜量測技術研討會，計有學員 21 名。
101/10/02	於經濟部標準檢驗局會議室，舉辦奈米薄膜標準技術論壇論壇，計有產官學研代表 7 人與會。
101/10/03	FY102 奈米技術計量標準計畫細部計畫審查會於標檢局第二會議室舉行
101/10/03-05	本計畫參展於台北世貿，舉行 Taiwan Nano 2012(台灣奈米科技展)之「標準檢驗局館」，計 3 個攤位展出奈米薄膜與粉體計量標準。
101/11/19	召開系統查驗會議，完成奈米粒徑量測系統 (D26) - 奈米粒子濃度量測查驗。
101/11/20	召開系統查驗會議，完成線距校正系統 (D19) - 線寬校正查驗。
101/12/25	召開計畫期末實地查證。

貳、前言

「奈米技術計量標準計畫」之目的為建立具良好追溯性的奈米標準與計量技術，發展以原子或分子為基礎的計量標準，並配合奈米國家型科技計畫開發奈米計量技術，以為我國長期產業及經濟發展奠基。本年度執行重心，奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項 3 個研究項目(奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質；奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立；奈米粒子/線功能性量測標準技術建立)；薄膜結構與特性量測標準追溯分項 3 個研究項目(薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術建立、薄膜表面特徵量測標準技術建立、奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立)；奈米國際量測與產品標準推動分項 1 個研究項目(奈米量測標準與檢測技術標準化工作)。

本年度計畫架構如下：



參、計畫變更說明：以 101.9.4 工研量字第 1010013488 號函，辦理(1)專利獲證費用結餘流用為軟體採購。(2)ISO 下半年會議延至 102 年 3 月舉辦，將該出國案取消，流用至業務費使用。(3)原出國參加研討會，變更為參加 Asia Pacific Metrology Programme (APMP) 年度會議。並獲標檢局以 101.9.20 經標四字第 10100117920 號函同意備查。

肆、執行績效檢討

一、與計畫符合情形

(一)進度與計畫符合情形

預定進度 —— 實際進度

進度 工作項目	101年											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
A. 奈米粒子 / 線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項												
• 奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質建立												
- 奈米粒子參考物質研製技術						A1					A2	
						*					*	
• 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立												
- 奈米粒子環境懸浮量測技術							A3				A4	
							*				*	
• 奈米粒子 / 線功能性量測標準技術建立												
- 奈米粒子/線機械性質追溯及量測技術					A5			A6			A7	
					*			*			*	
B. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項												
• 薄膜結構參數量測標準及參考物質標準技術建立												
- 量測crystal lattice 技術-晶格階高(Lattice step-height)量測技術建立測						B1			B2		B3	
						*			*		*	
• 薄膜表面特徵量測標準技術建立												
- 多孔性材料薄膜厚度量測技術				B4							B5	
				*							*	

進度 工作項目	月份	101年											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
• 奈米薄膜機電/化學特性量測標準技術建立 - 薄膜拉伸量測技術							B6			B7		B8	
							*			*		*	
C. 奈米國際量測與產品標準推動分項 • 奈米諮議會/秘書處運作													C1
													*
• 奈米量測標準與檢測技術標準化							C2						C3
							*						*
進度百分比%		25 %			45 %			75 %			100 %		

(二)目標達成情形

1.奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
(一) 奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質建立 - 奈米粒子參考物質建立及驗證方法：Ag, 20 nm-30 nm 以下, CV 小於 10%。	<ul style="list-style-type: none"> ● 1月進行樣本分裝,並整理上年度初步結果撰寫論文投稿台灣奈米會刊。初步規劃後續工作與查核點。 ● 2月與國衛院陳仁焜博士與遠東科大蔣瑞光老師洽談奈米銀今年工作事項與合作內容。遠東將配合製作最佳化粒徑與各種不同形貌之粒子,量測中心將進行物理與化學參數量測,提供國衛院進行生物研究與分析。投稿台灣奈米會刊論文已接受。採購工業用奈米銀粒子。(查核點 A1 對應工作) ● 3月 完成工業用標準奈米銀的原料購置。完成蔣瑞光老師進行奈米銀製作工作委 	達成目標。

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>託。完成台灣奈米會刊以及量測資訊投稿，共兩篇。(查核點 A1 對應工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 4 月完成生物相容(biocompatible)奈米銀製作，請國衛院進行 LAL test，確認製程與原料無污染，並且以 SEM 與 DLS 確認粒子品質，發現均一性仍須改善，已委請遠東大學再製新的批次。校正用奈米銀已完成採購，並以 DLS 確認與驗收完成。完成生產驗證參考物質規劃書，並委託 DLS 與 SEM 與 AFM 等測試工作。(查核點 A1 對應工作) ● 5 月生物相容(biocompatible)奈米銀，國衛院進行 LAL test 發現 starch 會出現本身會與測試的 agent 反應，造成無法釐清是干擾或是真的內毒素汙染，目前嚐試第二種方法 LAL 濁度動力法釐清澱粉濃度對於 LAL 凝膠法干擾的影響。校正用奈米銀已完成 DLS 與 SEM 與 pH 與導電度等量測工作。成分與 Zeta 正進行中。DLS 完成樣本均一性測試工作，長期與短期穩定性測試持續進行中。(查核點 A1 對應工作) ● 6 月生物相容(biocompatible)奈米銀，國衛院進行 LAL 濁度動力法發現仍無法辨識，目前請樂斯科生物科技協助，換以新的試劑進行。遠東大學配置新的奈米銀製程參數，並以 DLS 與 SEM 測試樣品。校正用奈米銀已完成 DLS 與 SEM 與 pH 與導電度等量測工作。完成成分與 Zeta 分析工作。DLS 完成樣本均一性測試工作與短期穩定性測試。長期穩定性持續進行中，並撰寫驗證分析報告中。(查核點 A1，A2 對應工作) ● 7 月 投稿 101 年中國材料科學學會年會”以動態光散射法分析奈米銀參考物質之製 	

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>作”。投稿台灣奈米會刊”奈米粒子計量技術發展與標準粒子介紹”。生物相容 (biocompatible)奈米銀，國衛院請樂斯科生物科技協助，換以新的試劑進行，完成 LAL 測試通過，確認新的澱粉無污染，可進行後續配置工作。</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 8 月確定新的澱粉無毒，完成新配置的奈米銀，進行 DLS 及 SEM 測試。送新一批奈米銀至國衛院進行 LAL 測試。 ● 9 月完成校正用奈米銀特性分析報告，包含成分、導電度與介達電位等。生物相容性製作之材料以測試無污染，並將新一批材料以 SEM 與 DLS 測試等分析完成，進行 LAL 測試。(查核點 A2 對應工作) ● 10 月進行標準品不確定度評估報告與穩定度分析報告撰寫。(查核點 A2 對應工作) ● 投稿 2012 第九屆海峽兩岸計量學術研討會”線距標準量測系統評估-掃描式電子顯微”。 ● 11 月 12 日 NIM 參訪者高思田等三人參觀奈米相關實驗室。 ● 11 月以動態光散射法、ICPMAS、SEM 與酸鹼度分析儀等分析，完成奈米銀特性分析報告等。(查核點 A2 對應工作) ● 12 月完成均一性分析與繼續長期穩定性查核工作。 	
<p>(二)奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立 - 濃度校正系統建立 (10^3 至 10^4) 個 /c.c. \pm (5 % ~10 %)) 。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ● 1 月研讀相關標準草案，並將與中央大學蕭大智老師討論初步量測結果與後續改善工作。 ● 2 月與 NMIJ 聯繫客座活動。委託中央大學設計系統部分元件完成，開始進行系統量測與評估動作。(查核點 A3 對應工作) 	<p>達成目標。</p>

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<ul style="list-style-type: none"> ● 3 月份確認 TSI 3068B Aerosol Electrometer 的電錶輸入電流源之接點。電流校正需求：四個點：± 0.5 pA 與 ± 1 pA，$U(k)=5$ fA。(查核點 A3 對應工作) ● 4 月以電壓源與標準電阻(1T)完成電流測試系統初步測試。電量校正過程發現接觸點不穩定，設計 probe(4.10)委託加工。並採購.流量控制閥，流量顯示/控制模組，flow gauge，氣膠電中和模組，electrometer。(查核點 A3 對應工作) ● 5 月邀請中央大學蕭大智老師演講與分享氣膠量測技術。氣膠電流計電流校正探針已製作並測試完成。架設質流控制器並撰寫系統控制程式，初步測試系統效能。BET 實驗室初步規劃設置於 67 管 120 實驗室，進行電路配線與環境施工。(查核點 A3 對應工作) ● 6 月份完成系統之電流計及流量計校正。(查核點 A3 對應工作) ● 7 月 粒子濃度氣流及電流中和模組設備到貨，輻射測試通過。進行功能性測試。濃度校正系統，完成高濃度與低濃度測試。細部管件型號與序號確認與採買。計算增加壓力計對不確定度之影響，在有加入壓力修正項的情況下 CPC 效率為 0.979 不確定度為 2.32 %，若是沒有加入壓力修正項的情況下 CPC 效率約為 0.982，不確定度約為 2.35 %。BET 設備到貨，實驗室線路配置完成。(查核點 A3 對應工作) ● 8 月濃度系統建置完成；高濃度 11000 cm^{-3} PSL 溶液測試完成；系統評估數據收集；系統精進所需之雙通道溫度計、雙通道絕對壓力計採購完成。(查核點 A4 對應工作) ● 9 月完成系統初步評估，包括電流計線性 	

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>度、粒子平均帶電價數與流量等，濃度 10^3 不確定度約 3%，10^4 不確定度約 1.6%。 投稿中國機械工程師協會乙篇（查核點 A4 對應工作）</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 9 月 19 日 參加 2012 年環境奈米科技論壇，題目 ” 奈米計量在環境、健康和安全的發展趨勢 ”。 ● 10 月完成濃度校正系統不確定度評估與系統查核數據。進行不確定度評估報告與標準程序撰寫。（查核點 A4 對應工作） ● 11 月 13 日參加 2012 兩岸計量學術研討會，接受邀請演講發表 ” 氣膠奈米粒子濃度量測技術研究 ”。 ● 11 月進行系統審查會議，明年提供校正服務。（查核點 A4 對應工作） ● 12 月進行系統長期穩定性與查核工作。 	
<p>(三) 奈米粒子 / 線功能性量測標準技術建立</p> <p>- 完成力量量測範圍(1 to 100) μN 之力量量測不確定度評估及 AFM 探針剛性量測內部比對實驗。。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ● 1-2 月完成微力機構紅寶石探針接觸設計及機構、並準備探針校正光學對位機構、及進行投稿與專題撰寫。（查核點 A5 對應工作） ● 3 月組裝微力電極，干涉儀校正機構、組裝探針 3 維機構及測試程式撰寫。（查核點 A5 對應工作） ● 4 月進行力量評估工作、修改真空罩及配件，包括:(1)使雷射光容易從腔體外打入。(2)較容易調干涉儀光束。(3)隔絕雷射光熱源。（查核點 A5 對應工作） ● 5 月修改真空罩並發包製作、完成探針掃描、並進行原子力探針固定機構設計、完成靜電力偵測與致動力補償不確定度評估研究報告。（查核點 A5 對應工作） ● 6 月進行原子力探針固定機構製作。（查核 	<p>達成目標。</p>

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>點 A6 對應工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 7 月 真空罩製作安裝, 完成 tip 夾具製作。(查核點 A6 對應工作) ● 8 月 完成 AFM 探針施力訊號與位移擷取機構。(查核點 A6 對應工作) ● 9 月 完成 IMEKO 投稿發表 2 篇, 微力校正機構: 撓性結構 探針座 黃金電極等。(查核點 A7 對應工作) ● 10 月 探針影像放大機構準備。(查核點 A7 對應工作) ● 11 月 完成與天平式 AFM 探針剛性量測系統之探針剛性比對實驗。(查核點 A7 對應工作) ● 12 月 設計以 CCD 監控探針對準位移機構。提昇測試效率。 	

2. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
<p>(一) 薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術建立</p> <p>1. 晶格階高(Lattice step-height)量測技術建立(階高為 0.3 nm~100 nm)。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ● 1 月完成新購 AFM(Bruker-icon)與雷射干涉儀採購程序作業, 及申請輸出許可證作業。(查核點 B1 及 B2 對應工作) ● 5 月完成 AFM 功能測試。(查核點 B1 及 B2 對應工作) ● 6 月完成 AFM 機台驗收及量測能力分析(技術報告)(含 Z 軸, 階高為 1 nm~10 μm)。(查核點 B1 及 B2 對應工作) ● 7 月針對薄膜做奈米刮痕試驗, 並完成側向力之量測。 ● 9 月比較 AFM 不同量測模式執行石墨烯階高量測, 並將掃描參數最佳化。 ● 11 月執行石墨烯階高量測分析, 經實際量 	<p>達成目標。</p>

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
<p>2. 線寬量測系統量測不確定度評估與驗證，量測範圍 50 nm 到 1 μm，量測不確定度 $0.06 \times W+2$ nm (W:線寬)</p>	<p>測可得到石墨烯原子單層及雙層高度值，分別為 0.34 與 0.68 nm，與文獻相同。</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 1 月完成新購 AFM(Bruker-icon)與雷射干涉儀採購程序作業，及申請輸出許可證作業。(查核點 B1 及 B2 對應工作) ● 2 月完成採購 AFM 探針形貌特性測試樣品、並進行探針與樣品量測時，幾何交互作用理論模型分析。(查核點 B2 對應工作) ● (1) 4 月 AFM 線寬影像疊合技術學術委託案，完成相關公開招標準程序，委由台大陳亮嘉老師執行。(2) 新購 AFM (BRUKER /ICON)於 4/16 到貨，完成零組件初步功能測試正常。(查核點 B2 對應工作) ● 5 月完成 AFM 功能測試。(查核點 B1 及 B2 對應工作) ● 6 月完成 AFM 機台驗收及量測能力分析(技術報告)(含 Z 軸)。(查核點 B1 及 B2 對應工作) ● 7 月 (1)AFM 探針形貌特性測試樣品已完成 TEM 試片製作與分析，以用來定義其特徵尺寸。(2)完成擷取 Pitch 1 μm、線寬約 50 nm 測試片數據，作為疊合測試數據。(3)針對薄膜做奈米刮痕試驗，並完成側向力之量測。(查核點 B2 對應工作) ● 8 月掃描探針形貌特性測試樣品並初步重建針形。投稿 ASPE 2012 Annual Meeting in San Diego 獲接受發表 ” AFM LINEWIDTH MEASUREMENT EMPLOYING 3-D IMAGE REGISTRATION ON MULTI-VIEW SCANS “。(查核點 B2 對應工作) ● 9 月(1)執行線寬量測之探針磨耗及針形評 	<p>達成目標。</p>

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>估。(2)完成 50 nm 線寬量測系統量測不確定度評估報告初稿(查核點)。(3)投稿中國機械工程學會，題目為”探討原子力顯微鏡於不同接觸力下奈米粒子變形量與理論探討”。(查核點 B2 對應工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 10 月(1)完成 50 nm 線寬量測系統操作程序初版撰寫。(查核點)(2)針對線寬疊合處理後之量測值與 SEM 量測值做比較，另用 SEM 量測掃描過後之探針針形以評估量測不確定度。(查核點 B3 對應工作) ● 11 月完成線寬校正系統負責人訓練及系統查驗。(查核點 B3 對應工作) ● 12 月完成結案報告。 	
<p>(二)薄膜表面特徵量測標準技術建立</p> <p>1. 多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置(mass flow system) (流量大小為 20000 sccm N₂)。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ● 1 月針對薄膜應力研究分析, 4-point bending system (piezo 放大器及 piezo 載台) 安裝測試。(查核點 B4 對應工作) ● 2 月進行 (1)氣體流量裝置系統尺寸丈量(包括密閉式 chamber 及管線設計)並委託製作。(2) 4 point bending system 之電壓放大器架設測試完成, 樣品載台再修改以符合並達到壓電材料發揮的作用。(3) 拜訪交大呂志鵬教授的 lab visit 以瞭解 4 point bending system 並洽談合作事宜。(查核點 B4 對應工作) ● 3 月進行 (1) XRP 氣體流量裝置細部規劃 (chamber 及加購真空計) (2) 4-point-bending 系統零件加購及組裝並完成測試。(查核點 B4 對應工作) ● 4 月完成 XRR 量測多孔性薄膜硬體架構設計與委製(1) XRP 氣體流量裝置完成 (Chamber, MFC, Bubbler, Mixer)並請購甲苯 	<p>達成目標。</p>

計 畫 目 標	目 標 達 成 程 度	差異檢討
	<p>(Toluene) (2) 委託奈米中心廠務製作 Pump 排氣裝置及 GN2 進氣裝置(4/06 開出請購單,並於 4/19 全部完成)。(3) 4-point-bending 系統(加購扭力起子 Torque driver,使四點施力一致)做 Psi-stress (Polycrystal films)隨電壓上升產生應力的量測分析。(查核點 B4 對應工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 5月進行 (1) XRP 氣體流量裝置及整體架構完成,並測試密閉式 chamber 以完成測試。(2) 4-point-bending 結合熱電材料 Residual stress 之變化。(查核點 B5 對應工作) ● 6月針對薄膜應力進行分析,以 nano-indentor,與 X-ray 量測結果做比較 (查核點 B5 對應工作) ● 7月 測試 porous thin film 在室溫下並通入甲苯(toluene)的 XRR 變化,證明需事前加熱去除薄膜內的殘餘水汽。(查核點 B5 對應工作) ● 8月 (1)以 heating plate 加熱至 400 較能完全去除甲苯(試片顏色變淡很多),再以室溫通入甲苯做氣體比例變化的 XRR 量測。(2) 通氣速率與抽氣速率難以平衡,且有腔體內氣壓不一致的問題(非 1 atm),改善方法以在腔體上蓋處開一小孔,並關閉抽氣閥門。(3) 以非密閉式 chamber 量測 XRP 需注意:量測時間縮短 氣體流量需減小以充分混和達到所需比例之要求 連續改變氣體比例並進行量測(中間不開啟 X-ray gate,避免甲苯揮發出來)。(4)需進行 MFC 小流量的採購,受限於腔體尺寸過小,氣體流量控制器需要改小才能有效控制氣體比例。(查核點 B5 對應工作) ● 9月 (1)已請購 MFC (500 cc)兩支以配合現 	

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
<p>2. 多孔性材料薄膜之孔徑量測研究(主要孔徑大小為 2 nm)。</p>	<p>有 chamber 容量使用，避免充氣過度飽和。 (2)使用測試氣體比例偵測器(含光譜儀及光源)，以探頭式(probe)偵測受限於 chamber 尺寸及氣體濃度，偵測到 100% toluene 的吸收光譜。(查核點 B5 對應工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 10月 (1) X-ray Porosimetry 已使用較小流量 (500 sccm) MFC 重複實驗 (先以 400 加熱試片)，一開始調光時通入總通量 100 sccm 空氣，並逐步 (3~5 sccm) 升高 toluene 比例，每個比例中間需抽氣 1~2 min 及關 pump 通氣 6~10 min 以穩定 chamber 內的氣體比例，實驗結果 (reflectivity curve) 顯示試片至 30% 甲苯即飽和，試片#1 的高斯分佈 pore size 主峰在 11A (diameter)，38%~40% porosity。(2) 進行氣體脫附實驗，實驗結果與當次的吸附實驗比較：Pore size (ads)= 10A；Pore size (des)= 12A，孔隙率約 40%。(3) 已請購氣體偵測使用的 quartz cell，進行後續光譜儀量測。(查核點 B5 對應工作) ● 11月 (1)重複試片#1 的 X-ray Porosimetry 吸附/脫附甲苯實驗(一大氣壓下)，累積數據以準備評估系統。(2) 與廠商合作測試監測氣體比例之 UV spectrometer(甲苯波長約在 285 nm)。(3)X-ray 機台的控制電腦主機板損壞更新，組裝已正常運作(11/13)。(查核點 B5 對應工作) ● 12月 (1)撰寫實驗標準程序步驟及估計不確定度來源。(查核點 B5 對應工作) 	<p>達成目標。</p>
<p>(三) 奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立 薄膜拉伸量測技術：進行薄膜破壞韌性量測研究，膜厚 300 nm 至 500 nm。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ● 1月進行薄膜試片材料評估，3月份確認計畫量測薄膜將採用高分子薄膜材料 	<p>達成目標。</p>

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>(Parylene) (查核點 B6 對應工作)。</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 2月開始規劃有關TWA2奈米壓國內草案標準制定相關事宜。5月份完成籌辦國內奈米壓痕草案規範之工作小組會議(TNSC-TWA2)。邀請清大方維倫教授、成大廖峻德教授與中興大學張守一教授出席。6月4日完成召開國內奈米壓痕草案規範制訂之工作小組說明會。出席者含清大方維倫教授、成大廖峻德教授與中興大學張守一教授及汎達經理陳伯達。 ● 3月進行VAMAS TWA22舉辦的奈米壓痕國際比對試驗,該比對為韓國KRISS主辦,參與國家另有中國、法國、德國、日本、南韓、西班牙、瑞典、瑞士、英國與美國。5月份完成整理2012VAMAS舉辦之奈米壓痕國際比對數據資料,並回報給主辦單位KRISS。 ● 4月協調安排6月4號奈米壓痕研討會相關事宜,邀請成功大學材料系廖峻德教授與中興大學材料系張守一教授蒞臨演講,並修訂奈米拉伸(N11)與壓痕(N10)管制查核圖。 ● 5月修訂薄膜試片尺寸設計寬度為1與2mm,厚度為500nm,裂縫開口位置為兩側與中央0.250mm(查核點B6對應工作)。 ● 6月完成奈米拉伸之薄膜破壞韌性試片製作(查核點B6對應工作)。 ● 7月12日提案至TNSC,制訂國內奈米壓痕量測規範草案,已獲得委員會同意成立工作小組。 ● 8月與KRISS Dr. Hahn討論並確認2012奈米壓痕國際比對數據的最終結果。 ● 9月與工研院材化所顏宏儒討論進行奈米複合材料破壞韌性國際比對活動試片量測。完 	

計 畫 目 標	目 標 達 成 程 度	差異檢討
	<p>成奈米拉伸薄膜破壞韌性量測試驗(查核點 B7 對應工作)。投稿中華民國力學研討會論文，題目：高溫環境下量測金屬薄膜鍍層硬度與模數之研究。</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 10 月完成中華民國第 36 屆力學研討會論文撰寫與上傳 完成 TNSC-TWA2 下國內奈米壓痕規範制訂第一次討論會會議。兩篇 SCI 論文產出登錄：期刊：Biological Journal of the Linnean Society，題目：“Environmentally induced post-spin property changes in spider silks: influences of web type, spidroin composition and ecology”，技資編號 075A10223。期刊：Journal of the Royal Society Interface，題目：“Post-secretion processing influences spider silk performance”，技資編號 075A10224。 ● 11 月修訂奈米拉伸與奈米壓痕量測系統操作程序(ICT)與評估報告(NSVP)資料(查核點 B8 對應工作)；及參與國內力學研討會，並於會中發表薄膜材料量測相關技術論文。另外，參加國內電紡奈米纖維之應用與開發研討會以及 2012 APMP 國際研討會。 ● 12 月進行國內奈米壓痕量測規範相關討論與草案初稿制訂撰寫。本年度結案報告撰寫(查核點 B8 對應工作)。 	

3. 奈米國際量測與產品標準推動分項

計 畫 目 標	目 標 達 成 程 度	差異檢討
<p>1 協助奈米諮議會及各標準工作組(TWA)的運作推動。 2.參加 ISO/IEC/VAMAS 之相關會議。</p>	<p>一、奈米諮議會運作：</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 統計奈米標準諮議會(TNSC)會員時間，於 7/19 下午舉辦 2012 第一次會議。7/19 召開『奈米標準技術諮議會 101 年度第一次會 	<ul style="list-style-type: none"> ● 達成目標。

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>議』，會議討論事項：(1) 通過 TNSC 標準案(1 案)“奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板”。(2) 通過授權 TNSC 秘書處處理標準文件內容授權其它單位使用案。(3) 通過諮議會技術工作組 1 (TWA1)新任主席核定案(奈米中心主任陳聯泰)。(查核點 C1 對應工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 1/18 召開 FY101 第一工作組(TWA 1)第一次會議，討論名詞術語案：“奈米技術 - 奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板”(審定階段)及“奈米技術 — 詞彙 — 第三部分 — 碳奈米體”(徵詢階段)；5/17 TNSC 針對 TWA1 標準申請案(TNS A001001-2012 “奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板”)，進行最終階段投票(試行 email 投票，投票時間:1.5 月)。(查核點 C1 對應工作) ● 7/12 於儀科中心舉辦 TNSC 第二工作組(TWA2) 101 年第一次會議，會中通過重立奈米壓痕標準 task force,進行標準起草(查核點 C1 對應工作) ● 11/27 於工研院舉辦 TNSC 第一工作組(TWA1) 101 年第二次會議。(查核點 C1 對應工作) ● 11/29 於台大舉辦 TNSC 第四工作組(TWA4) 101 年第一次會議。(查核點 C1 對應工作) ● 12/17 於金融研訓院舉辦 2012『奈米標準技術諮議會 101 年度第二次會議』。(查核點 C1 對應工作) <p>二、參與國際組織會議活動：</p> <ul style="list-style-type: none"> ● IEC ISO 上半年會議註冊，並協助撰寫 2012 上半年 ANF to ISO 報告。(查核點 C2 對應 	

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	<p>工作)</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 5/4-5/12 參加 37th VAMAS Steering Committee (SC37) meetings。(查核點 C2 對應工作) ● 5/21-5/26 日舉行 IEC TC 113 上半年會議，報告草案「Guidelines for Quality and Risk Assessment of Surface Engineered Nanomaterials for Electrotechnical Applications」，會中決議 6 月初 ANF 正式提出新工作提案(NWIP)(ANF 標準案制定部分與正式會員權利相同)，預計下半年會議有第一版本委員會草案(CD)。(查核點 C2 對應工作) ● 6/6-6/17 參加 ISO TC229 14th Meeting "Nanotechnologies" & Working groups 會議，討論 WG2 計畫內容及並收集資訊。(查核點 C2 對應工作) ● 10/15-10/19 於美國舉行 IEC TC 113 下半年會議，報告 IEC TS 62844 「Guidelines for Quality and Risk Assessment of Surface Engineered Nanomaterials for Electrotechnical Applications」進度，12/31 完成第一版草案修改。(查核點 C3 對應工作) <p>三、規範/標準擬訂工作：</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 完成 IEC 奈米標準案 working draft 2 文稿，6/7 向 IEC TC 113 秘書正式提出新工作提案(NWIP)投票。(查核點 C3 對應工作) ● 3/08, 3/30 進行 IEC 奈米標準案 ”奈米電子產品品質評估” working draft 2 國際專家 web meeting，並修改標準案，將 EHS 包含在文件中。(查核點 C3 對應工作) ● 5/18 標檢局通過審查 4/16 遞件「國家標準 	

計 畫 目 標	目 標 達 成 程 度	差異檢討
	<p>建議書」申請 CNS 標準一案: 奈米產品：「表面粒子尺度測定法 - 掃描式電子顯微鏡」，實質進入 CNS 標準制定程序。</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 9/14 IEC TC113 新工作提案「Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products」經三個月投票後通過(贊成：9 棄權：7，贊成率：100%)，共有五個國家指定 6 名專家參與起草(加拿大、德國、義大利、日本、蘇俄)，美國雖未派人參與，但 comments 最多(20 個)。(查核點 C3 對應工作) ● 11/27 TWA1, TWA2 各增加一新標準提案。(查核點 C1 對應工作) <p>四、其他</p> <ul style="list-style-type: none"> ● 1/4 Tanida 舉辦 FY101 第一次理監事會議，討論年度計畫，CMS 總結報告 FY100 奈米標章與標準組織參與與發展狀況及今年度發展計畫；1/6 並召開季刊編輯會議，排定各領域出刊事宜。 ● 3/27 參與 Tanida 第一季會議，報告國內外奈米標準進展。 ● 3/20 召開內部工作分享會，報告奈米國際標準發展現況與執行規劃。 ● 6/29 參加奈米產業協會(TANIDA)期中董監事會議(花蓮)，報告奈米標準進展。 ● 7/17 參加「台灣奈米科技發展風險管理分析」會議，報告 ISO/ IEC 在 EHS 標準方面進展，作為各部會工作發展參考，會中建議各單位 EHS 相關國際資訊應盡可能交流至工作層次。(查核點 C1 對應工作) ● 8/6 拜訪奈米中心與陳聯泰主任討論及介紹 ISO TC 229 及 ANF 工作內容。8 月份進行網頁資安檢查與網頁資訊更新。(查核點 C3 	

計畫目標	目標達成程度	差異檢討
	對應工作) <ul style="list-style-type: none"> ● 9月投稿奈米產業協會會刊,介紹奈米標準發展。 ● 10/3 參加奈米展(標檢局展區),10/5 參加同展期之奈米生醫法規國際研討會,介紹奈米物質在標準的發展狀況。 	

(三).配合計畫與措施

單位：仟元

計畫名稱	合作單位	合作計畫內容	經費	執行情形	困難與改進情形
AFM 線寬影像疊合技術	台灣大學機械工程學系陳亮嘉教授	奈米技術計量標準計畫主要發展以原子力顯微鏡(AFM)應用於檢測半導體關鍵參數(如線寬、LWR),建立相關之標準追溯技術。本分包案為解決 AFM 量測時之探針與奈米結構會產生干涉,量測關鍵參數-線寬時,需以兩個不同方向掃描試片,所以需發展研究高精度 3D 影像疊合技術,並評估疊合技術與實際形貌誤差量,以提高量測線寬精度	300	發展以 ICP 法 (the Iterative Closest Point algorithm),配合雜訊濾波方法,將 AFM 量測時,探針與形貌干涉之不正确資訊給移除,疊合出正確之 3D 量測結果,以得到奈米微結構之線寬值。 <ol style="list-style-type: none"> 1. 完成以 C 程式設計。 2. 以模擬方法(將同一組資料,進行平移旋轉),影像疊合(模擬線寬),誤差小於 10% 3. 以實際影像疊合(線寬),誤差小於 20% 4. 疊合結果能儲存成 JPG 檔。 5. 疊合結果能儲存成 txt 檔(以 ASCII 格式)。 	困難在於如何移出正確之干涉資料,以向量方法配合 Threshold 設定值來過濾資料。

二、資源運用情形

(一).人力運用情形

1.人力配置

主持人	分 項 計 畫 (名 稱 及 主 持 人)	預 計 人 年	實 際 人 年
計畫主持人：傅尉恩	(1).奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫主持人：何信佳	5.84	6.51
	(2).薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫主持人：劉惠中	6.91	7
	(3).奈米國際量測與產品標準推動分項計畫主持人：姚斌誠	1.25	1.19
		14	14.7

2.計畫人力

單位：人年

年度	分類 狀況	職稱					學歷					合計
		研究員級以上	副研究員級	助理研究員級	研究助理員級	研究助理員級以下	博士	碩士	學士	專科	其他	
101	預計	10.83	3.17				6.5	6	1	0.5		14
	實際	9.54	5.16				6.77	5.73	1.78	0.42		14.7

註：本表採用工研院職級計算。

(二).設備購置與利用情形

見附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單。

(三).經費運用情形

1.歲出預算執行情形

單位：新台幣千元

會計科目	預算金額	佔預算 %	決算金額	佔決算 %	差異說明
(一)經常支出					
1.直接費用					
(1)直接薪資	18,694	48.3%	18,694	48.42%	
(2)管理費	4,674	12.1%	4,674	12.1%	
(3)其他直接費用	14,608	38.0%	14,608	37.84%	
2.公費	234	0.6%	234	0.6%	
經常支出小計	38,210	99.0%	38,210	98.96%	
(二)資本支出					
1.土地					
2.房屋建築及設備					
3.機械設備					
4.交通運輸設備					
5.資訊設備(軟體購置)	342	0.9%	341.26	0.88%	
6.雜項設備					
7.其他權利	48	0.1%	48	0.16%	
資本支出小計	390	1.0%	389.26	1.04%	
合計	38,600	100%	38,599.26	100%	

2.歲入繳庫情形

單位：新台幣元

科 目	本 年 度 預 算 數	本 年 度 實 際 數	差 異 說 明
財產收入	-		
不動產租金	-		
動產租金	-		
廢舊物資售價	-		
專利授權金	-		
權利金	-		
技術授權	-	300,000	
製程使用	-		
其他 - 專戶利息收入	-		
罰金罰鍰收入	-	3,786	
罰金罰鍰	-		
其他收入	-		
供應收入 - 資料書刊費	-		
服務收入 - 教育學術服務 技術服務	-		
審查費 -	-		
業界合作廠商配合款	-		
收回以前年度歲出	-		
其他雜項	-		
合 計	-	303,786	

註：此表所列，為技轉簽約並實際收款後，上繳國庫的金額。

三、人力培訓情形

(一) 國外出差

1. 參加第三十一屆美國氣膠學會會議(American Association for Aerosol Research)並發表論文 (陳國棟副研究員, 101.10.07~101.10.15)。

此次出差前往美國明尼亞那波里斯,參加 2012 年美國氣膠協會會議 American Association for Aerosol Research (AAAR), 並發表論文海報。海報論文題目為 "Calibration of a Condensation Particle Counter by Aerosol Particle Number Concentration System with Uncertainty Analysis" 以及 "Green Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticle for Reference Material"。2012 年美國氣膠協會會議(AAAR), 為全世界氣膠研究學界必定參加的盛會之一, 每年都會呈現最新的氣膠知識與量測技術, 讓許多來自世界各地的人可以獲得第一手的資訊, 瞭解世界上研究氣膠的成果。因為如此, 只要有研究相關氣膠的人士都會熱烈參加。因此, 本人藉由此次會議, 獲得更多來自世界各地的資訊, 加強自己本身的專業能力, 並且分享自己的研究成果。此外, 也藉此會議, 認識更多來自世界各地的氣膠專家, 進行知識的交流, 進而發展合作機會之可能性。

最後經 NMIJ 的櫻井博士的幫忙參觀位於明尼蘇大學的粒子實驗室----Prof. Pete McMurry 的實驗室, Pete McMurry 教授在氣膠界頗具盛名, 研究包括奈米粒子製作與量測, 奈米汙染研究, 過濾技術發展等。因此, 藉由此次參觀, 可以啟發未來的研究方向及增進未來粒子的發展, 真的是非常好的經驗。

2. 參加 IMEKO 2012 World Congress 國際研討會, 發表口頭報告與海報型式論文。(陳生瑞研究員, 101.09.08~101.09.15)

此次出國行程為參加每三年舉辦一次的 IMEKO World Congress, 今年為第 20 屆由韓國標準與科學研究院(KRISS)主辦, 會議之主題為 "Metrology for green growth", 地點位於韓國釜山, 時間為九月 9-14 日。此次與會之主要任務為論文發表及參加議程中安排之 KRISS 實驗室參訪行程。IMEKO World Congress 之議程包含邀請演講(Invited Talk)、特別議程(Special Session)以及 IMEKO 中 24 個技術委員會之技術議程, 此次會議之重點為: New SI (如: Redefinition of the Kilogram)、綠能、奈米與氣候變遷, 其中公斤之重新定義又為 IMEKO TC3 技術委員會之主要重點之一。

此次出國行程共發表了口頭報告論文一篇與海報論文兩篇, 分別為星期二上午的 TCM oral session TC3-O-29 "Comparison of milligram scale deadweight forces to electrostatic forces", 星期二下午 TC3-P-22 "An economic way to have small temperature variation controlled in mass measurement", 與星期四下午 TC5-P-5 "Geometric measurement of Rockwell diamond indenter using traced micro-CMM in

CMS”。

3. 參加 Thin Film 2012 Conference，進行口頭報告。（張詠晴副研究員，101.07.13~101.07.18）

研討會 Plenary keynote lecture。1.1 “Bioactive and Antibacterial Implant Coatings”，Prof. LeGeros Racquel, New York University, USA：生醫材料的移植，針對骨骼或牙齒的骨質移植面臨的考驗，如 (a) 加強新舊骨質的接合，(b) 減少微生物感染，因此表面處理的技術備受重視，常見的如：促進骨質生長，因此需增加介面表面積或加強纖構 (texture)，或利用沈積或生物活性的方式鍍膜 (coating) 及利用嫁接 (grafting) 生長因子等方式。基本上都是以鍍製薄膜促進接合為目標，因此薄膜的生物體檢測未來也是一重要議題。1.2 “Powered Paint: Nanotech Solar Ink Based on Semiconductor Nanocrystals”，Prof. Brain Korgel, University of Texas at Austin, USA：以製備傳統太陽能材料 (III-IV、CIGS/CZTS or DSSC) 的疏液奈米顆粒 (colloidal dispersions of nanocrystals) 為基礎，進一步製備奈米顆粒薄膜，並探討實驗參數與能量轉換效率的關係。1.3 “FINE Surface Technology for Next Generation ACE Functional Coatings”，Prof. Hwang Taejin, Korea Institute of Industrial Technology, Korea：KITECH 的韓國產能 R&D 部門的定位跟量測中心很類似，以結合私人產業，如：Samsung、LG 與 Hyundai 等大廠，以合作開發的前提下，提供保密協定，然後進行製程上困難的研究及協助。兩篇 Oral presentation：MPF2224_Surface Mechanical Property Assessment of Ultra-Thin HfO₂ Films、及 MPF2612_Determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by X-Ray Methods。

4. 參加 27th Annual Meeting of the American Society for Precision Engineering 研討會，發表論文（劉惠中資深工程師，101.10.21~101.10.26）

此次出國行程為參加第 27 屆之美國精密工程學會舉辦之年會與研討會，今年為在聖地牙哥舉行，時間為 10 月 21-26 日。此次與會之主要任務為論文發表。ASPE 研討會，以推廣在精密設計、製造和測量的科學之研究發展技術，所以主辦研討會內容包含應用在精密控制、計量、儀器儀表、機械設計、干涉、材料和加工材料、奈米技術、光學、精密製造、掃描顯微鏡，半導體加工、標準和超精密加工等各領域。透過參加 ASPE 研討會，了解各國在這些項目之計量發展方向，並可尋求合作機會。除了奈米技術外，對於材料、製造設備、精密製造、半導體加工等各產業所需之檢測技術，也能在 ASPE 研討會得到充份資訊。

發表論文：AFM LINEWIDTH MEASUREMENT EMPLOYING 3-D IMAGE REGISTRATION ON MULTI-VIEW SCANS，內容是發展以原子力顯微鏡 (AFM) 應用於檢測半導體關鍵參數 (如線寬、LWR)，建立相關之標準追溯技術，解決 AFM 量測時之探針與奈米結構會產生干涉，發展研究高精度 3D 影像疊合技術，並評估疊合

技術與實際形貌誤差量，以提高量測線寬精度。參加研討會能與相關領域專家討論 AFM 量測微小結構量測技術，遭遇到困難處與解決可能方法。

5. 參加 IEC TC 113 上半年 meeting(姚斌誠資深研究員，101.05.21~101.05.26)

這次會議由日本電子資訊技術產業協會(JEITA, Japan Electronic & Information Technology Industries Association)主辦，JEITA 其宗旨在於促進電子設備、電子元件的生產、貿易和消費，推動電子資訊技術產業的綜合發展，JEITA 積極參與以 IEC、ISO 為主的國際標準組織的活動。

這次會議共來自美國、日本、德國、韓國、中國、加拿大、俄羅斯、挪威...等國家約二十位代表參加，會議由 TC 113 WG3 主席 Werner Bergholz 主持。會議中我的主要的活動為報告了 ANF(台灣)主導的計畫編號 PT 111 ” GUIDELINES FOR QUALITY AND RISK ASSESSMENT OF SURFACE ENGINEERED NANOMATERIALS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS ” 的第二版工作草案，此草案是原主要是希望與建立奈米電機產品的通則性的檢驗標準，經過多次討論後，加上了 risk aspects(EHS)部分，這個部分可與奈米標章的需求相結合並可補足奈米標章不足，草案經熱烈討論後，與會專家認為仍需時間討論，不過內容已相對完整，可先進行新工作提案(NWIP, new work item proposal)程序。

6. 參加 ISO TC229 14th Meeting "Nanotechnologies" & Working groups 會議(姚斌誠資深研究員，101.06.09~101.06.17)

第十四屆 ISO/TC229 會議，June 09 日至 17 日在義大利 Stresa 舉行。共有約 180 名來自 28 個國家的代表與會，會議由 JRC(歐洲委員會聯合研究中心 (European Commission Joint Research Centre ,JRC) 主辦，這次主辦單位為在義大利 Ispra 的三個單位 IPSC、IES、IHCP，TC 229 主席改由葛蘭素史克藥廠 (GlaxoSmithKline, 簡稱 GSK) 研發部主任 Simon Holland 擔任，一上任便把 TC 229 會議週期由六個月改為九個月。ISO TC 229 目前有 34 個會員國參與、11 個觀察會員國、29 個內部聯盟(IEC TC113, CEN TC352, REMCO 及 ISO 其它 TCs)、9 個外部聯盟(BIPM, ANF, OECD, VAMAS, ECOS, ETUI, EC-JRC, IRMM, IUPAC)、4 個工作組、23 份已出版標準文件(3 份 IS、14 份 TS、6 份 TR)，目前仍有約 25 份標準計畫在發展中。這次會中較為重要的標準計畫為"奈米物質標示"計畫，泛標示的範疇暫定為 B to C (business to customer)，目前共有 45 人登記為草案專家，可見其潛在影響。

7. 參加 37th VAMAS Steering Committee (SC37) meetings (傅尉恩資深研究員，101.05.04~101.05.12)

此次的會議在南非的普勒托利亞(Pretoria)，位於南非豪登省(Gauteng)北部的城市，亦是南非的行政首都。南非總統府位於這個城市內，各國使館亦集中於此城的使館街，所以事實上普利托里亞是南非的政治決策中心。

代表奈米標準計畫國際標準分項，參與 37th VAMAS Steering Committee，並於會中報告我國於奈米、材料檢測標準發展近況，並討論 VAMAS 組織在標準制定之角色扮演。會議主要分成兩部分，第一部分是一天的研討會，研討會基本上以融入當地特色為主的材料計量為主題。由於舉辦地點為南非，因此以微量金屬回收技術(Rare Materials Cycling)為此次研討會主題，邀請英、美及南非 CSIRO 的相關學者進行簡報分享。以台灣有限的天然資源，特別是微量金屬的部分，發展微量金屬回收技術，應該是我國需要且極重要的技術之一。

第二部分是 37th VAMAS Steering Committee 正式會議，會中與會代表進行會務逐項討論，其中重要項目為 VAMAS By-Laws 的討論、VAMAS Strategic Plan、Liaison reports、Coordinator Report 等等。其中，為了可同時讓不同經濟體參加，修改 By-Laws，字句斟酌，花了幾乎一整個早上，才完成初稿，供 SC 會員投票決定。而在 Coordinator Report 部分，多數 TWA 均有進度報告，其中，與奈米標準計畫有直接相關的有 TWA34 的奈米粒子，目前有 CNTs、TiO₂、氣相粒子、fullerene nanofibers 等 4 個計劃，值得我們參考。另外，奈米標準計畫也持續參與 TWA2、TWA22 所舉辦之實驗室比對，對於驗證我國在奈米標準技術發展上有極大助益。

8. 參加 2012 下半年 IEC TC 113 meeting (姚斌誠資深研究員，101.10.14~101.10.21)

IEC 技術委員會 TC 113 “電氣和電子產品與系統之奈米技術標準化”，從 2012 年 10 月 15 日至 19 日在美國 Milpitas，舉行了第 7 次 TC 會議。這次會議由美國國家標準協會(ANSI, American National Standards Institute)主辦，ANSI 是負責制定美國國家標準的非營利組織，美國國家標準學會也是美國對應至國際標準化組織(ISO)和國際電工委員會(IEC)的國家級會員。這次會議共來自美國、日本、德國、韓國、加拿大、澳洲、挪威 等國家約二十位代表參加，討論了 23 個標準化計畫，會議由 TC 113 TC chair 美國之 Greg Monty 主持，WG3 部分由德國之 Werner Bergholz 主持。會議中我的主要的活動為報告了 ANF(台灣)主導的編號為 IEC/TS 62844 ” GUIDELINES FOR QUALITY AND RISK ASSESSMENT OF SURFACE ENGINEERED NANOMATERIALS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS ” 新成立之標準案投票後，各國對標準案 comments 的回覆，此草案是原主要是希望與建立奈米電機產品的通則性的檢驗標準，經過多次討論後(包含 risk aspects(EHS)部分)，本案主要之結論與 actions 為： a.計畫主持人於 12/31 修正草案內容。 b.於下年度春季會議前與各國專家討論修正成第一版之 working Draft(WD) (03/31/2013)。 這次會議也探討 graphene 材料及應用上標準的需求，會議上專家對 graphene 的應用及標準需求看法仍很分歧，但韓國顯得較為積極，可能與韓國科技計畫的支持有關，預計韓國會在 ISO TC 229 先提一件有關 graphene 技術報告(TR)案。另外此次之會議，TC 之秘書依 TC 之發展 roadmap 建議另成立一

新的 reliability 工作組，不過加拿大與美國鑑於目前只有一個 reliability 標準案，不適合成立新工作組，不過討論後並無結論，下次會議將再確認。

(二)國外客座研究

1. 日本 NMIJ 進行客座研究，研習氣膠粒子濃度校正系統。（陳國棟副研究員，101.06.253~101.08.18）

此次至日本主要去學習氣膠粒子濃度校正之量測系統，因為在今年粒子計畫中，其一就是建立量測奈米粒子濃度之校正系統。從年初至今，本團隊已經著手進行濃度系統的架設，並且嘗試量測及測試，但還是有些地方待要釐清及了解，如校正粒子計數器(如 CPC 或是 OPC)之詳細程序，系統氣流管線的安排，及量測數據處理等等。由於 NMIJ (日本國家計量研究院為日本國家制定各項標準之機關) 的粒子濃度校正系統已成立多年且經驗豐富。而在 NMIJ 服務的 Dr. Sakurai 先生，主要就是致力於氣膠相關研究，發展量測氣膠粒子分佈技術、氣膠粒子濃度校正技術。因此在 Dr. Sakurai 指導下，對我們建立粒子濃度系統則是一大幫助。因此經過這次客座，本人學習系統校正程序，數據處理程式，及系統架設詳細配置，均助於加速建立校正系統建立且加強量測技術能力。亦經過這次客座，見識到日本其他量測實驗室，感受到先進國家做研究的堅持與了解日本未來對奈米粒子的研究方向。在這短短的八個禮拜共事，也與 Dr. Sakurai 先生建立良好溝通橋樑，增加未來與日本合作之可能性。

(三)國際技術交流

1. FY100~FY101主辦PMP奈米粒徑國際比對與國內實驗室間比對。
2. 參加由APMP與VAMAS的合辦的奈米壓痕比對。

(四)教育推廣

1.國內研究生培訓：

- (1) 東華大學物理所碩士生倪懿池君粒子分項的微 CMM 製作研究(101 年 1 月- 101 年 12 月)：

協助製作微型 CMM 掃描洛氏硬度標準壓頭。其結果” geometric measurement of rockwell diamond indenter using traced micro-cmm in cms” TOPIC863 發表於韓國 XX IMEKO World Congress Metrology for Green Growth September 9-14, 2012, Busan, Republic of Korea.

- (2) 交大學電子物理系碩士生石宸璋君參與粒子分項的費茲干涉儀應用研究(101 年 1 月 -101 年 12 月)：

協助使用費茲 AK-100 干涉儀測定特殊材料鍍膜後曲度分析，結果載於”鍍膜基板測試”報告，登錄編號 10107C02483。

- (3) 中興材料工程所碩士生樊孚/簡柏崧參與薄膜分項的薄膜應力及結構分析量測研究 (101 年 1 月-101 年 12 月)：

使用 High-resolution 的 XRD(Rocking curve)進行薄膜基板的曲率(Substrate curvature)變化分析及 Psi stress 的薄膜應力量測檢測薄膜本身的殘留應力(Residual stress)。以 IBAD(Ion-bombardment assisted deposition)製備的金屬銅薄膜(~ 200 nm)為研究標的，並以一壓電材料(Piezo actuator)配合四點彎曲法(Four-point bending)做外加推力，以比較法推得薄膜本身彈性係數(Young's modulus & Poisson's ratio)。

- (4) 台科大機械工程所碩士生曾景祥/黃星豪參與薄膜分項的薄膜應力及結構分析量測研究(101年1月-101年12月)：

配合氣體流量設備(Mass flow controller system)，進行 X-ray Reflectivity 的膜厚及結構分析，量測多孔性薄膜的氣體吸附(adsorption)及脫附(desorption)變化，分析薄膜密度及厚度變化，進而藉由一連串變化的氣體比例(至薄膜飽和程度，可得孔隙率(Porosity, %)與臨界角(Critical angle)的變化曲線，將此曲線經由高斯函數(Gauss function)分佈轉換，配合 Kevin's equation，可得到多孔性薄膜的孔徑尺寸分佈(Pore size distribution)。

- (5) 清大奈米與微系統研究所博士生劉育嘉君參與薄膜分項的奈米拉伸量測系統薄膜試片製備研究(101年1月-101年07月)：

聘請博士研究生劉育嘉同學協助有關奈米拉伸試片製作。配合量測系統的規格進行試片的設計與製作，採用高分子軟性薄膜作為參考材料，透過設計光罩定義(Pattern)微小裂縫以滿足試片規畫的設計要求，並採用半導體黃光微影製程技術製作。

- (6) 清大動力機械工程學系博士生胡志帆君參與薄膜分項的薄膜試片製程整合設計研究(101年1月-101年7月)：

聘請博士研究生胡志帆同學協助有關奈米壓痕薄膜試片製作。採用不同黏著層如鈦(Ti)及鉻(Cr)搭配電子槍蒸鍍沉積 200 nm 厚度的金膜、鋁膜與銅膜。藉以作為奈米壓痕量測系統的參考材料，進行有關薄膜機械特性量測之研究。

- (7) 清大動力機械工程學所碩士生黃彥蒲君薄膜分項的 AFM 量測技術磨耗特性分析研究(101年1月-101年6月)：

原子力顯微鏡是被廣泛運用於奈米量測的設備。輕敲模式的原理是對懸臂樑探針在其共振頻率下振動，利用回饋系統維持固定的探針振幅設定點做三維奈米尺寸的掃描。探討 AFM 之系統參數對探針磨耗的影響，因在執行量測時探針尖銳度對量測的影像品質影響重大。先前的研究已討論振幅設定點的影響，並利用盲目重建法來估算探針形貌。然而，仍有其他系統參數可能影響探針磨耗，且如何更準確的評估探針狀態也是值得探討的問題。選擇四個系統參數做實驗設計，探針、自由振幅、相對設定點、掃描速率。方法是對一極硬的樣本連續擷取影像，其影像解析度的下降可視為探針磨耗的影響。根據量測結果的變化過程，選擇不同的指標判斷影響探針磨耗的參數。提出利用樣本表面粗糙度評估探針狀態的方法，除了振幅設定點外，其他參數也會影響探針磨耗，且參數間可能存在交互作用；利用樣本表面粗糙度評估探針狀態也

是可行的方法。

- (8) 中興精密工程研究所博士生鄭雅琪君參與薄膜分項的奈米拉伸系統薄膜試片製備與環境腔體架設研究(101年6月-101年12月)：

聘請博士研究生鄭雅琪同學協助有關奈米拉伸系統的環境腔體設計。為提昇奈米拉伸量測系統的功能應用，讓其參與設計與評估拉伸系統加裝環境腔體的規畫製作。透過實際的參與讓其瞭解奈米拉伸系統的原理與操作模式，達成產學合作交流與培育相關技術人才。

- (9) 清大奈米與微系統研究所博士生溫榮弘君參與薄膜分項的協助薄膜製程與奈米壓痕規範文件制訂研究(101年8月-101年12月)：

聘請博士研究生溫榮弘同學進行協助國內奈米壓痕草案規範制訂活動相關事宜。並參與奈米壓痕國際規範 ISO 14577 文件的中文化彙整工作，透過內容的翻譯整理瞭解奈米壓痕薄膜機械性質量測系統的原理與校正方式，強化國內研究生對於計量的認知，及提昇研究生瞭解量測相關的國際規範，利於應用於國內各產業界上。

伍、成果說明與檢討

一、奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項

【年度目標】

- (一)奈米粒子參考物質建立及驗證方法：Ag，20 nm-30 nm 以下，CV 小於 10%。
- (二)濃度校正系統建立 ($(10^3$ 至 10^4) 個/ $\text{cm}^{-3} \pm (5\% \sim 10\%)$)。
- (三)完成力量量測範圍(1 to 100) μN 之力量量測不確定度評估及 AFM 探針剛性量測內部比對實驗。

【本年度成果】

- (一)奈米粒子參考物質建立及驗證方法：Ag，20 nm-30 nm 以下，CV 小於 10%。

這幾年來，由於奈米技術的發展與奈米材料被大量使用在日常生活用品，如化妝品、家電、服飾與藥物等。自然的，人們對這類產品的安全與對環境的影響等，出現了一些疑慮。美國威爾遜國際學者研究中心(Woodrow Wilson International Center for Scholars, WWIC)的新興奈米科技計畫(Project on Emerging Nanotechnologies, PEN)，調查全球 24 個國家將近 500 家公司的奈米相關產品數目，統計後發現在 2005 年有 54 件、2006 年有 3526 件、2007 年有 580 件、2008 年 803 件、到 2009 年 8 月已增加為 1015 件，4 年來增加將近 18 倍。其中最常見被應用的奈米材料如奈米銀有 259 件、奈米碳有 82 件、奈米鋅 30 件、二氧化矽 35 件、二氧化鈦 50 件、及奈米金 27 件等。我國在 2003 年開始進行奈米國家型科技計畫，其中奈米技術產業化的重要工作項目之一，就是建立奈米標章(nanoMark)。從 2004 年開始實行到 2010 年 1 月統計為止，獲得奈米標章的廠商已達 24 家，共計有 467 項上市產品。目前開放申請項目共 23 項。2009 年工研院以我國塑膠與橡膠、紡織、樹脂塗料與顏料、金屬、建材、石化與特化、電器、電子、生醫、能源等產業廠家調查，統計奈米釉料、奈米竹炭、奈米磷酸鹽、CNT 與奈米碳酸鈣為目前應用產品銷售值較大的材料種類，其它依次為 Ag、顏料、 TiO_2 、 SiO_2 、 ZrO_2 等。國內製造業目前以 TiO_2 、 SiO_2 、Ag、與奈米竹炭為廠商應用最多的奈米材料。以上資料顯示，由於奈米銀其顯著的抗菌功效，已經廣泛的被使用在各種噴劑、衣物與家電等。但其對生物是否有副作用或毒害等，一直缺乏有力的科學證據。因此，現階段量測方法與參考物質便扮演重要角色。如國際標準組織 ISO(International Organization for Standardization)的奈米技術諮議會(TC 229)、OECD (Organization for Economic Co-operation and Development)及各國勞工安全衛生組織(如美國 National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH)都認為，奈米材料驗證參考物質對奈米技術的研究發展及環境安全衛生相關研究非常重要。國際上量測標準相關機構，如凡爾賽先進材料與標準計畫會議 VAMAS(Versailles Project on Advanced Materials and Standards)、歐盟參考物質與量測研究所 IRMM (Institute for

Reference Materials and Measurements)、美國國家標準實驗室 NIST(National Institute of Standard and Technology)等，開始製備各種不同奈米材料之驗證參考物質及舉辦國際間的比對活動。在歐盟方面，由於奈米銀已被列入可能的觀察名單內，相關研究已如火如荼的進行著。因此，為了以可靠與科學的方法，釐清奈米銀的效果，毒性，生態毒性和命運等問題，有代表性的奈米材料必需的，這是關係到的工業應用和商業應用，以及未來研究毒性、與可能面臨的法規等公共議題。在現階段，參考物質將評估樣品的均勻性與穩定性等。主要採用追溯至原級標準的動態光散射儀進行評估工作。物理化學特性方面，以掃描式電子顯微鏡觀察奈米銀合成後形狀與團聚現象。以感應耦合電漿發射光譜儀分析樣品中奈米銀粒子濃度，以及分析界達電位、導電度與酸鹼度等。因此，計劃於本年度研發奈米銀材料，作為標準參考物質，並進行驗證與評估工作，其驗證與分析結果如表 1-1。論是從商業的角度或者以法規的制定角度來看，奈米粒子相關的量測標準與檢測規範，是作為奈米科技產業以及奈米市場發展的重要關鍵，加上安全衛生與環保議題逐漸成為焦點，奈米粒子參考物質是作為米奈產業供應鏈的基礎與相關法則與規範訂定的重要依據。本計畫為了發展奈米銀粒子參考物質，比較各種尺寸與各種商用樣品，最後採用國家實驗室建立的奈米量測系統進行評估作業。觀察本研究目前所採用的參考物質，奈米粒子形貌及奈米粒子的粒徑與特性等均非常良好。例如，以 SEM 觀察其外貌接近圓形且分散良好，動態光射法進行粒徑分析，也顯示樣本具有不錯的均勻性。最後，分析溶液酸鹼度與樣本成分與濃度等資料。其他參考物質的評估與驗證等工作，依據 ISO Guid 34 的建議[1-1]，進行長期穩定性與短期穩定性、均一性等測試工作等。最後，本研究之奈米銀粒子，將會與其他單位進行合作，供應產官學研等各界等之需要。

表 1-1. 奈米粒子參考物質

Material	Size (nm)	CV (%)	pH	導電度 (μs/cm)	Zeta (mV)	Ag 濃度 (μg/cc)
CMS_S20C	21.8	2.1 %	7.7	486	-49	9.6
CMS_S60C	63.7	1.4 %	7.3	595	-58.6	6.8
CMS_S70C	70.7	1.4 &	7.2	574	-47.5	13.1

FY101 依據 ISO Guide 34 建立參考物質品質系統，實施與維持適當之品質系統，其包含系統規劃、量測程序、製造方法與存放管理等必要內容建立文件，以確保 (assure) 其所生產之參考物質的品質。以下所列項目為品質系統中必須特別涵蓋納入的內容：

- a) 如何進行安排規劃，以確保對於候選參考物質 (candidate reference material) 作合適的選擇 (亦即粒子大小範圍，濃度範圍等等)
- b) 準備程序

- c) 達成參考物質均質性的要求程度
- d) 參考物質穩定度的評估；包含必要時即刻採取的穩定度評估作業
- e) 執行鑑定的程序
- f) 如何實現達國家或國際標準之量測追溯性
- g) 特性值的標稱；包含在適當的狀況下依照ISO Guide 31準備證明書與聲明書（certificates and statements）
- h) 確保儲放設施之適用性的安排
- i) 適當之產品確認，標示及包裝設施，包裝及產品傳遞程序，及客戶服務的安排
- j) 與ISO Guides 30，31，34，35的符合度

參考物質的生產程序如下圖 1-1，依據國家度量衡標準實驗室作業手冊所定訂。生產規劃內容包括生產管制、均勻性與穩定性測試、特性分析與特性值之標定等。

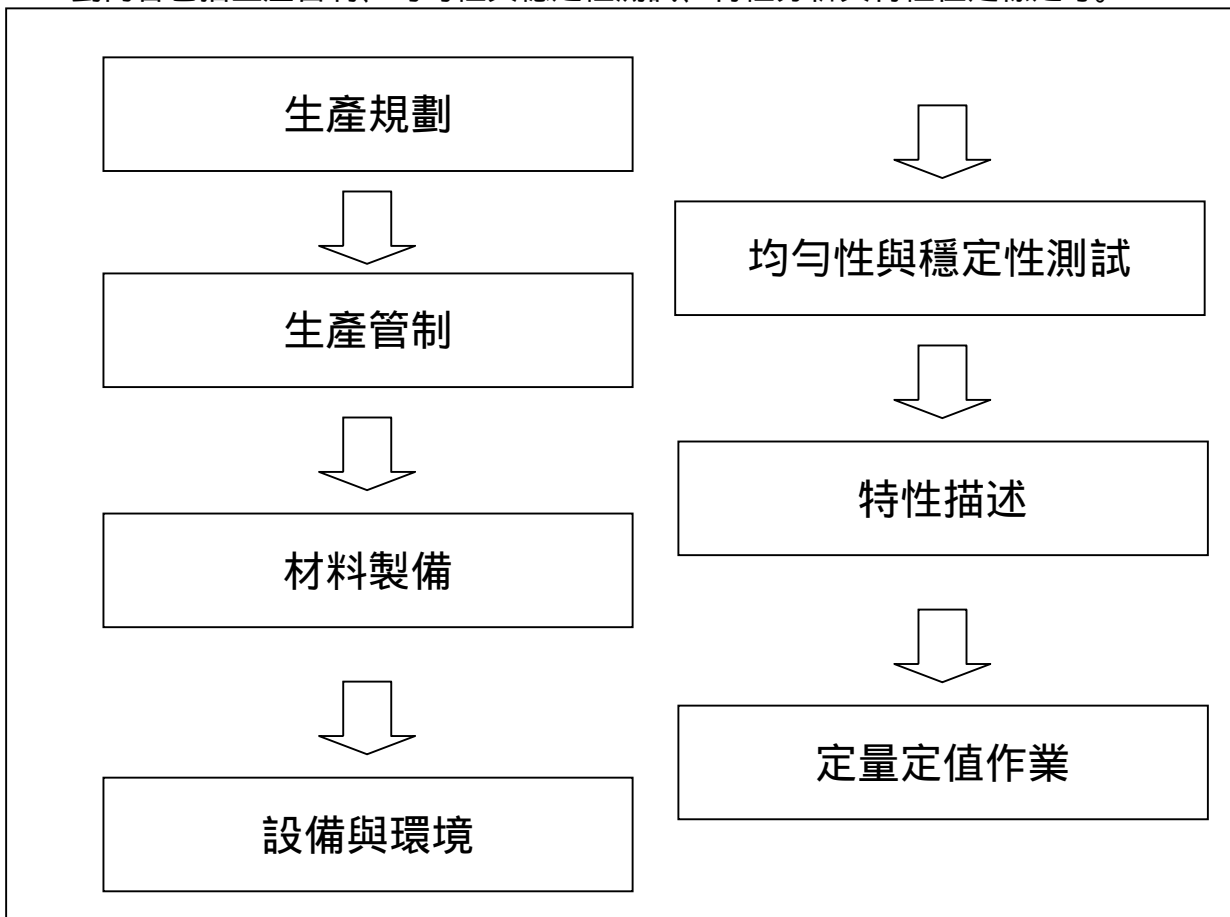


圖 1-1 參考物質生產流程

本奈米銀參考標準物質規格為標稱粒徑值分別為 20 nm、60 nm 與 70 nm 之奈米銀水溶液，詳細資料參考表 1-2。生產方法為將原料進行小瓶分裝，每瓶容量為 10 mL。分裝流程說明可見圖 1-2。

表 1-2. 參考物質規格與資料

參考物質編號	主要成分	溶液	容量	供應者
CMS- S20C	Nano silver particles	DI-water	10 mL	CMS/ITRI
CMS- S60C	Nano silver particles	DI-water	10 mL	CMS/ITRI
CMS- S70C	Nano silver particles	DI-water	10 mL	CMS/ITRI

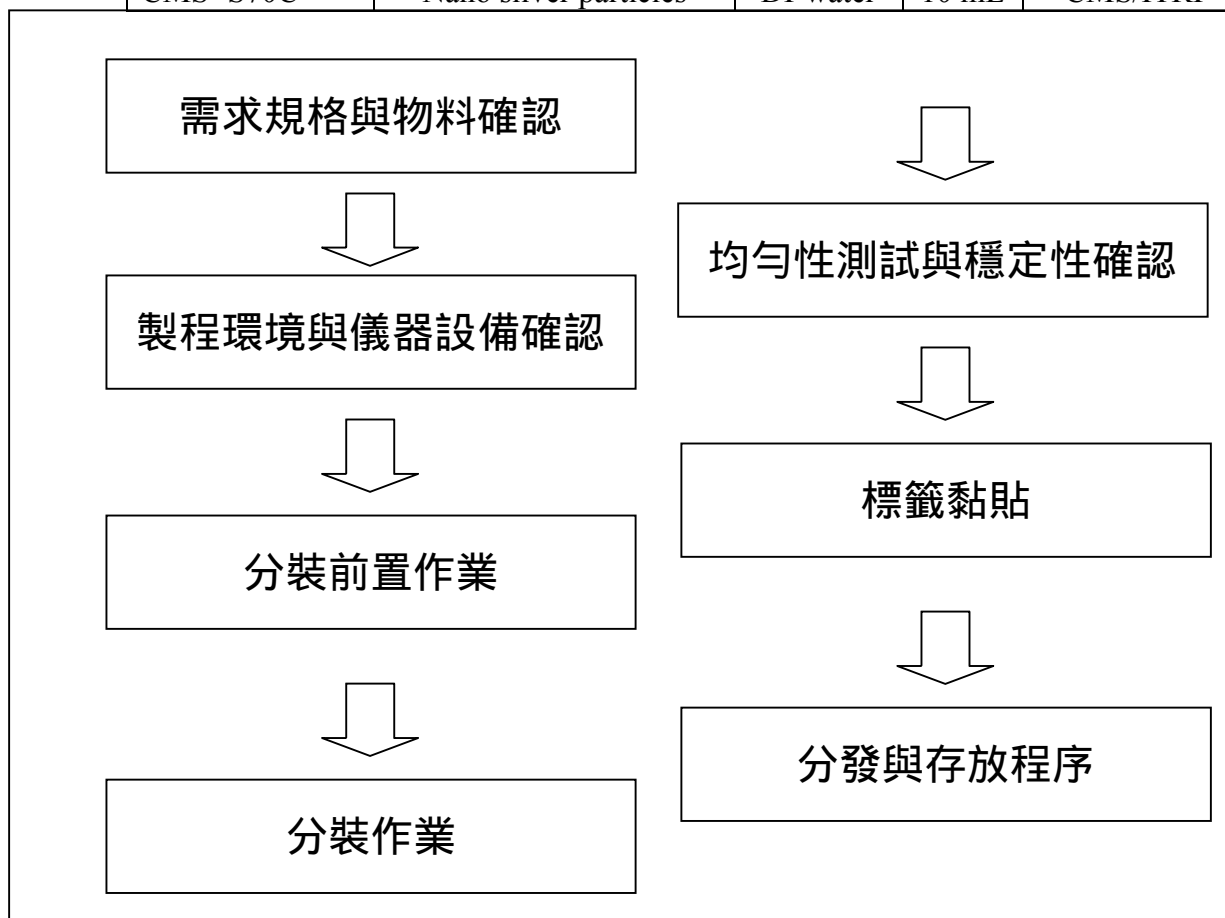


圖 1-2 參考物質分裝流程

下表 1-3 為待分裝原料之規格與資料。配置前須確認需求規格與對應原料。分裝前須確認樣品狀態。樣品長時間放置，可能會出現黃色或者帶點白霧，沉澱等，皆為正常狀態如圖 1-3。因此，可搖晃使之均勻混何再開始執行分裝作業。但若溶液顏色呈現黑色或深綠色等，如圖 1-4，代表樣品已經團聚或變質，無法再使用，需添購新原料或重新分裝。

表 1-3. 原料之規格與資料

型號	批號	容量	供應商	需求參考物質編
----	----	----	-----	---------

				號
20 nm Citrate NanoXact™ Silver	JMW1032	1 L	Nanocomposix	CMS-S20C
50 nm Citrate NanoXact™ Silver	JMW0039	1 L	Nanocomposix	CMS-S60C
70 nm Citrate NanoXact™ Silver	DAG1293	1 L	Nanocomposix	CMS-S70C



圖 1-3 樣品沉澱為正常情況，如圖左樣品已出現沉澱。

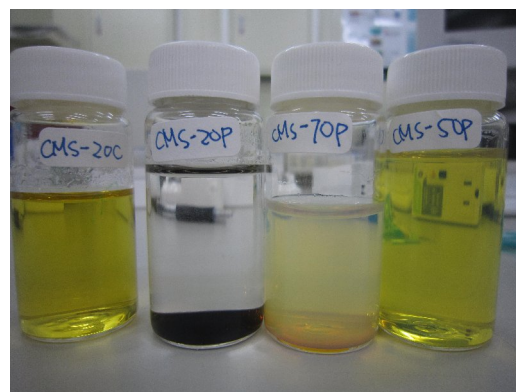


圖 1-4 若變成黑色代表已出現團聚(右第二瓶)。

環境溫度控制於 20 ± 3 ，環境總粒子數須小於 $10000 \text{ particles/m}^3$ 。分裝作業須於排氣櫃內進行。設備包括動態光散射儀，用以確認分裝的均一性。其它設備與用途說明列於表 1-4。

表 1-4. 設備規格一覽

設備	功能與規格	廠牌	型號	序號
動態光散射儀	粒徑分析。20 nm~ 1000 nm	Sympatec	Nanophox	10
計數器	環境粒子數量測。 >2 nm	TSI	3776	70615322
溫度計	環境溫度量測			
排氣櫃	安全防護	---	---	---
純水機	純水產生器，清洗容器與滴管等	MilliQ		
冰箱	樣品存放，溫度控制於 4 ± 2	---	---	---

分裝前置準備工作，包括分裝人員著裝須穿戴口罩、手套，並穿戴帽子與無塵衣等，以避免人員接觸到樣品產生危害與口沫或皮屑等汙染樣品。



圖 1-5 進行樣品分裝之人員著裝，需配戴頭套、手套與口罩等。清洗作業的部份，樣品瓶與滴管在進行分裝之前，瓶內、瓶蓋與滴管需以純水進行內部的反覆潔淨沖洗(至少三次)。清洗後，以高壓壓縮空氣進行噴洗與乾燥。



圖 1-6 以純水進行內部的反覆潔淨沖洗後，以高壓空氣乾燥

樣品分裝以清洗完畢之樣品瓶與滴管，進行分裝作業。每瓶容量為 10 mL，規格如圖 1-7，具有避色功能。分裝過程須於抽氣櫃中執行，如圖 1-8 所示。



圖 1-7. 樣品瓶規格



圖 1-8. 樣品分裝過程須於抽氣櫃中執行

樣品分裝與均一性測試等測試樣品分裝與均一性測試等測試，均於 67 館 120 室執行。標籤黏貼分裝完後，樣品瓶進行標籤黏貼，作為識別。標籤設計如下圖 1-9。標籤包含樣品編號、粒徑、容量、批號與有效日期。



圖 1-9. 標籤設計

分送作業與保存程序目前參考物質所提供之服務客戶僅為之內部校正與品管需求使用。樣品將存放於冰箱中，如圖 1-10 所示。



圖 1-10 樣品儲放區

先已電子郵件通知內部客戶相關量測與校正工作已完成，再交由品質工程部出具校正報告及識別標籤。隨校正報告所出具之識別標籤僅包含校正報告編號作為唯一識別，其他相關資訊，如：粒徑、成分濃度，擴充不確定度，有效期限，參考物質使用之安全要求等等，詳列於校正報告中。校正單位將定期進行產品之穩定度監測，當發現異常時，將即時通知使用單位召回同規格產品進行確認。

參考物質(Reference Material)，泛指材料經過充分的均勻性和穩定性的評估，評估項目主要根據這材料要被作為參考的目的，如成分標準、粒徑標準與數目濃度標準等。因此，依據目前此次生產與製作之奈米銀主要將被用來做為粒徑標準，主要提供國家實驗室的校正之用，將來也會做為與國內各部會進行生物研究以及進行國內外量測比對之用途等。因此，除了粒徑的評估工作，需確認樣品的一般物理與化學特性，比較重要的包括形貌、團聚情況、粒徑分布、成分濃度，以及化學特性如導電度、酸鹼度以及介達電位等。原子吸收光譜本方法係利用石墨爐將樣品中的待測元素原子化後測定之。以通過石墨爐的電流大小來控制加熱溫度的高低，使樣品進行乾燥、灰化、原子化溫度等步驟，最後藉由測量氣態原子在特定波長光線的吸光度，求出各元素的濃度，相關參數參考表 1-5，其中銀波長為 328.1 nm。

表 1-5 利用石墨爐式原子吸收光譜法測定各金屬元素之測試極限及適用濃度範圍

元 素	波 長 (nm)	儀器偵測極限 ($\mu\text{g/L}$)	適用濃度範圍 ($\mu\text{g/L}$)
鋁	309.3	3	20 - 200
銻	217.6	3	20 - 300
砷	193.7	1	5 - 100
銀	553.6	2	10 - 200
鉍	234.9	0.2	1 - 30
鎘	228.8	0.1	0.5 - 10
鉻	357.9	2	5 - 100
鈷	240.7	1	5 - 100
銅	324.7	1	5 - 100
鐵	248.3	1	5 - 100
鉛	283.3	1	5 - 100
錳	279.5	0.2	1 - 30
鉬	313.3	1	3 - 60
鎳	232.0	1	5 - 100
硒	196.0	2	5 - 100
銀	328.1	0.2	1 - 25
錫	224.6	5	20 - 300

待測物為奈米銀，儀器條件設定如下，波長為 328.1 nm。昇溫速度、流速與滯留時間等程式的設定如表 1-6。為計算最大儀器的靈敏度、精密度與管制量測品質，需於每批次樣品量測前，重新製作檢量線與背景校正製備一空白和至少五個濃度的標準溶液，以建立檢量線。標準溶液的基質儘可能與樣品基質匹配，這裡採用的是標準銀離子濃度液。製備檢量線時，依濃度遞增之順序，注入適當量之標準溶液進行分析，每個濃度應重覆

分析三次，以平均尖峰吸收高度或平均尖峰面積之訊號對應於標準溶液的濃度作圖。其線性相關係數(R 值)應大於或等於 0.995，其檢量結果如表 1-7，曲線圖詳見圖 1-11。

表 1-6 量測儀器相關參數設定

Furnace Program			
Temp ()	Ramp time(s)	Hold time(s)	Internal flow(c.c./min)
110	1	30	250
130	15	30	250
800	10	20	250
1700	0	5	0
2450	1	3	250

表 1-7 檢量線

濃度 (ppb)	吸收光譜
0	0.0013
2	0.0090
5	0.0214
10	0.0483
20	0.1008
40	0.2196
A	0.005
B	-0.003
R	0.997

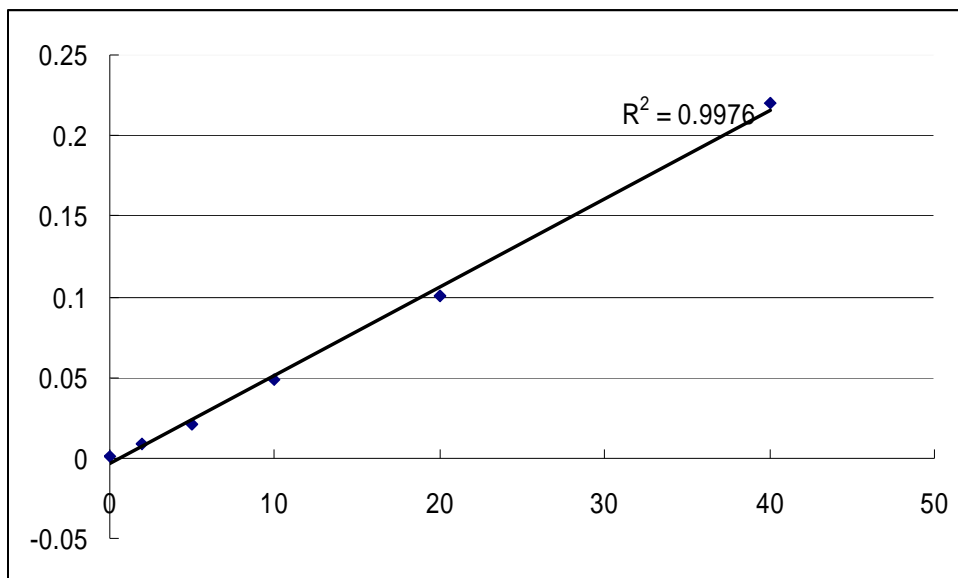


圖 1-11 檢量線曲線圖

樣品的分析的部份，首先由回收率是否在 85 % 至 115 % 之間來判斷樣品無基質干擾

問題，所謂的回收率是量測濃度與欲配置濃度之百分比。將經預處理過的樣品，取如同製備檢量線時標準溶液所用之體積，注入石墨爐內，這裡所備置的濃度為 100 μL 之銀溶液稀釋至 1 mL。依照表 4 的昇溫程序進行乾燥、灰化和原子化的步驟。重複分析直到獲得具有再現性之結果。將樣品分析所得的平均吸光度值或訊號積分面積與檢量線比較，以計算樣品中待測元素的濃度。如果儀器備有直接計算的功能時，可直接讀取計算的結果。當樣品之吸收度（或濃度）或訊號積分面積大於檢量線之最大吸收度（濃度）或尖峰面積時，需稀釋樣品重新分析。如果樣品濃度過高需要大量稀釋才能分析時，因為大量的稀釋會造成在最後計算時誤差的放大效應，則可考慮使用其他檢測高濃度的儀器分析技術（如火焰式原子吸收光譜儀或感應耦合電漿原子發射光譜儀等）。樣品應維持在一定之酸濃度和基質修飾劑濃度下（在有使用基質修飾劑的情況下）。當樣品用水稀釋，應添加適當的酸和基質修飾劑，以維持與標準溶液兩者的基質濃度相同。氫離子濃度指數、酸鹼值，是溶液中氫離子活度的一種標度，也就是通常意義上溶液酸鹼程度的衡量標準。pH 值的計算公式如下：

$$pH = -\log[H^+]$$

其中 $[H^+]$ 指的是溶液中氫離子的活度（有時也被寫為 $[H_3O^+]$ ，水合氫離子活度），單位為莫耳 / 升，在稀溶液中，氫離子活度約等於氫離子的濃度，可以用氫離子濃度來進行近似計算。導電性的測量，實際上是測量一電解溶液中離子的導電能力，相對於酸鹼度計（pH meter）只測量氫離子的濃度；導電度的測量則包括所有的離子，因凡為離子均能導電，只是程度不同而已。液體的導電度是來自離子的移動，其導電度的大小則與下列因素有關：溶液中離子的種類及濃度、電極面的有效面積、電極間的距離及電位差以及溶液溫度。若將後三項因素固定，濃度即可由所測的電流換算而得。導電度為其電阻的倒數，通常以姆歐（ohm： Ω^{-1} ）為單位。 Ω^{-1} 是指兩電極間施以 1 伏特（Volt）的電壓而造成 1 安培（Ampere）的電流而言，較稀釋或導電性較低的溶液則以百萬分之一姆歐（micro-ohm： $\mu\Omega^{-1}$ ）為單位。電泳的原理常被利用來測量粒子的表面電位 Zeta-Potential。原理為帶電粒子在電場中會受影響而運動，固定電場強度觀察粒子運動方向及速度就可以知道粒子所帶電性及強度。而粒子在某個 pH 會不運動，稱作等電 pH 值或等電點(IEP)。通常水相溶液中奈米粒子的表面電位要大於 30-50 mV 粒子避免布朗碰撞的發生。導電度的分析，主要是在 20 下的導電率。量測前，需以標準溶液包括 10, 84, 500 以及 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 進行校正。量測設定使用自動終點判定功能，儀錶根據感測器的讀取，並經過特殊演算法來確定單點測量的結束，即當所測電導度在最後 6 秒內與平均值之間的差異低於 0.4%，那麼以此為一筆數據。這可以確保簡單、快速、穩定性及精確的測量結果。常見以動態光散射法分析奈米粒子粒徑之結果，又稱水動粒徑，此粒徑值包括所謂的二次粒徑，也代表結果可能會比真實粒徑稍大，這與溶液與粒子的相對電位有關。下表 1-8、1-9 與 1-10 分別為三組樣品分別分裝 7 組，每組量測六

次的平均粒徑與標準差。圖 1-12~圖 1-15 分別樣品 CMS-S-20C、CMS-S-60C 與 CMS-S-70C 以掃描式電子顯微鏡分析數據，包括影像與粒子分布、平均粒徑與標準差等，從圖片與粒徑分析結果來看，分散的狀態與形貌皆良好。樣品在分析成分濃度時，先添加純水稀釋 100 倍，最後量測結果詳見表 1-11。表 1-12 為樣品酸鹼度、導電度與 Zeta 電位測試結果。另外，為了確認樣品的穩定度，計畫從五月開始進行長期穩定性，查核圖詳見圖 1-16。

表 1-8 CMS-S-20C 樣品以動態光散射法量測數據表

Bottle No.	平均粒徑 (nm)	標準差 (nm)
#1	22.3	1.1
#2	22.1	1.4
#3	21.5	0.6
#4	21.6	1.2
#5	21.6	0.7
#6	22.3	1.3
#7	21.1	1.1

表 1-9 CMS-S-60C 樣品以動態光散射法量測數據表

Bottle No.	平均粒徑 (nm)	標準差 (nm)
#1	62.1	1.6
#2	62.5	1.9
#3	60.8	1.1
#4	60.8	1.2
#5	61.3	1.7
#6	60.1	0.8
#7	60.7	1.7

表 1-10 CMS-S-70C 樣品以動態光散射法量測數據表

Bottle No.	平均粒徑 (nm)	標準差 (nm)
#1	69.5	1.3
#2	71.4	1.9
#3	71.1	1.4
#4	70.0	1.0
#5	69.7	1.8
#6	72.1	1.8
#7	71.1	2.0

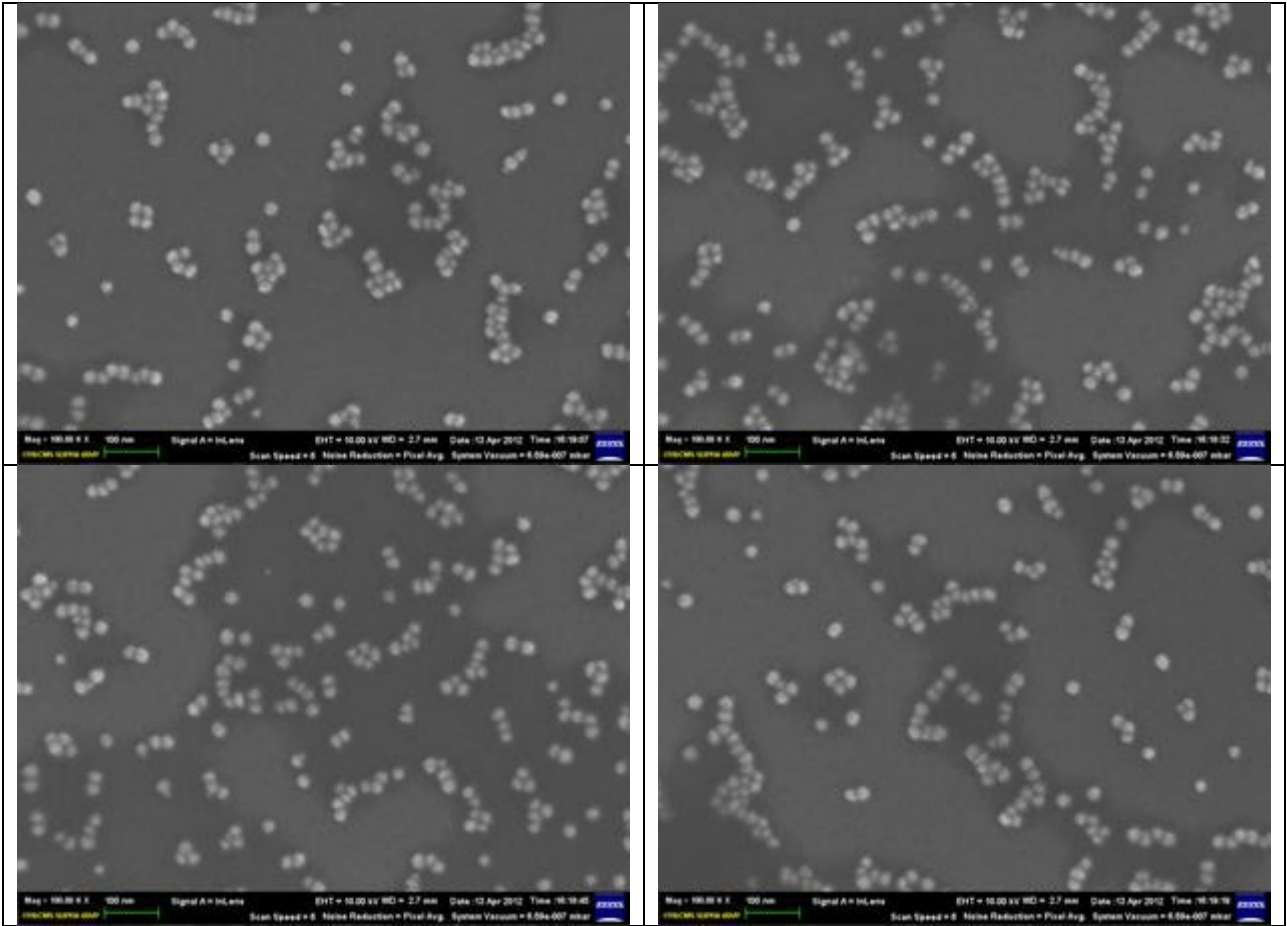


圖 1-12 樣品 CMS-S-20C 以 SEM 拍攝圖

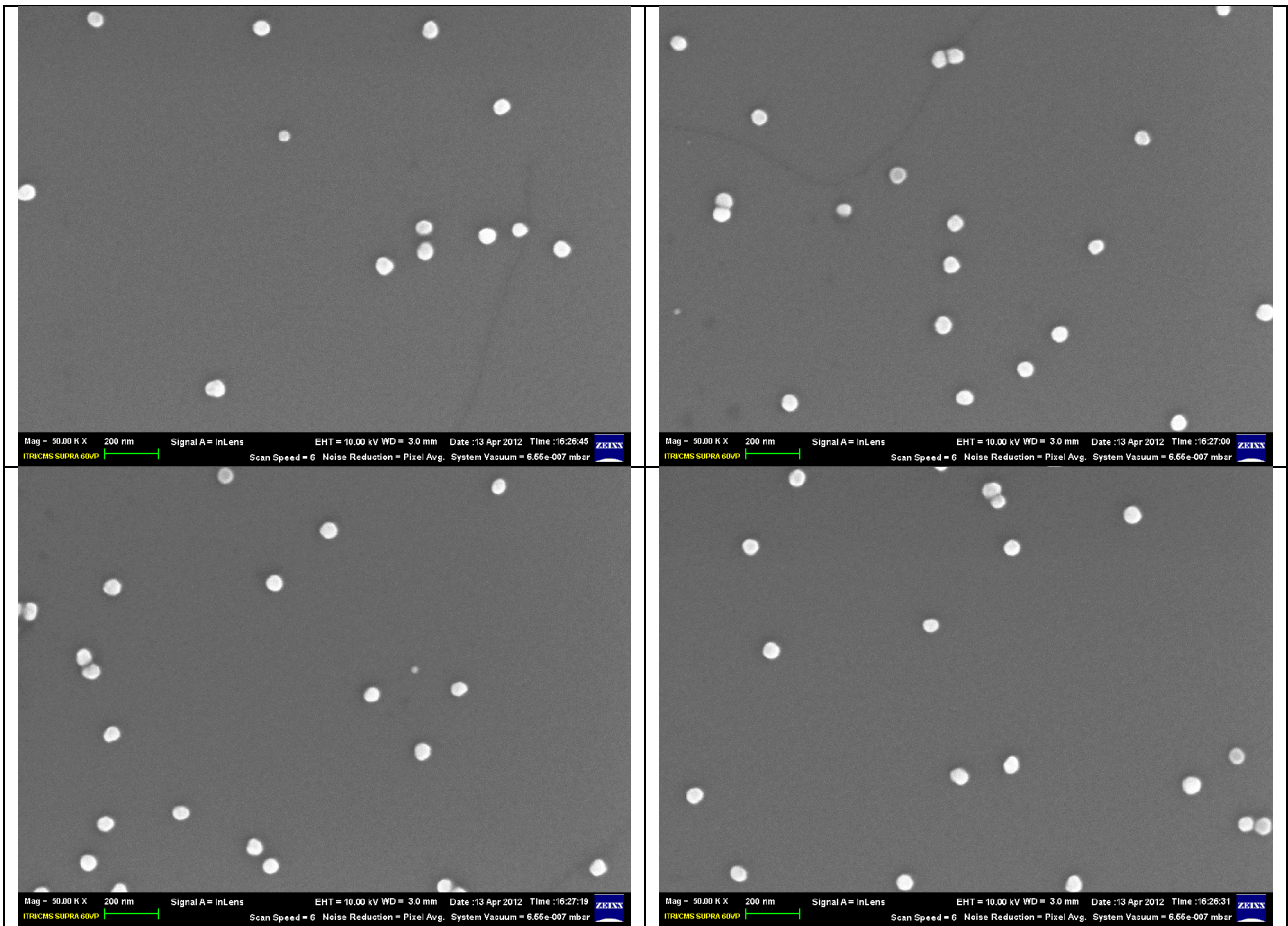
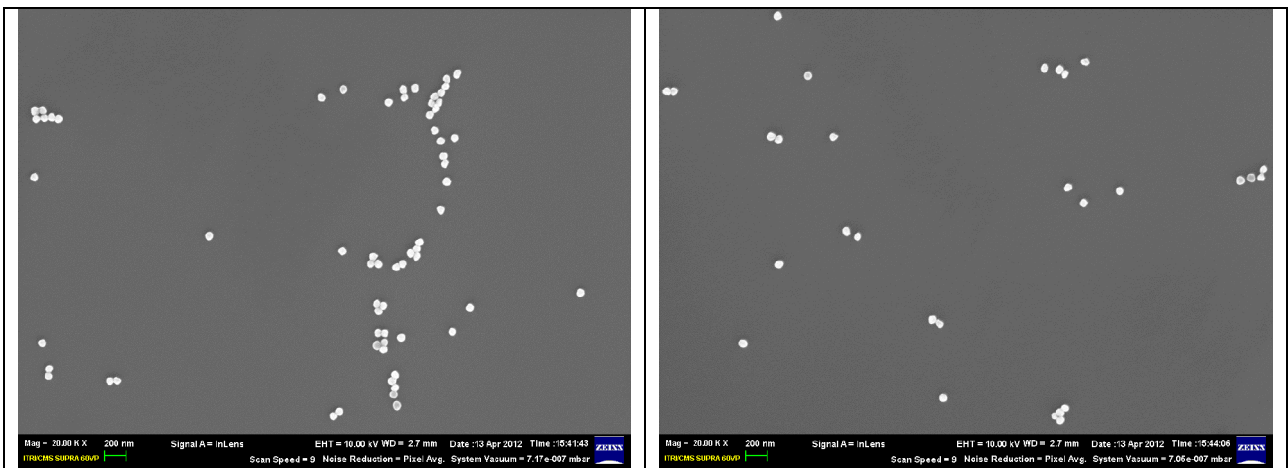


圖 1-13 樣品 CMS-S-60C 以 SEM 拍攝圖



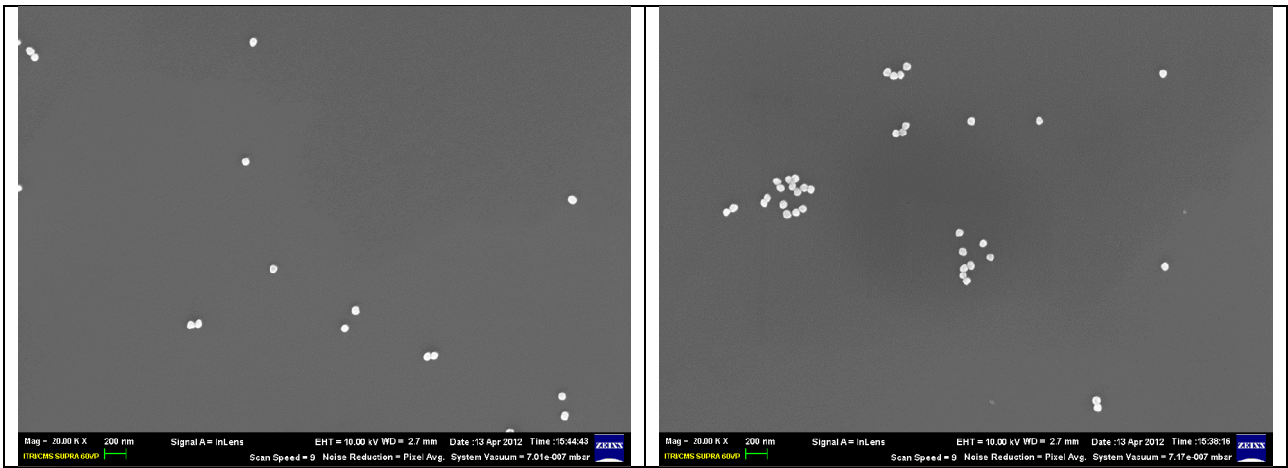
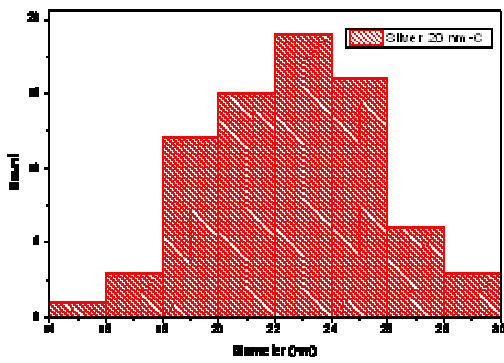
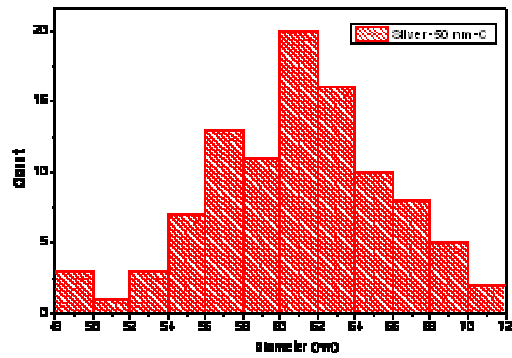


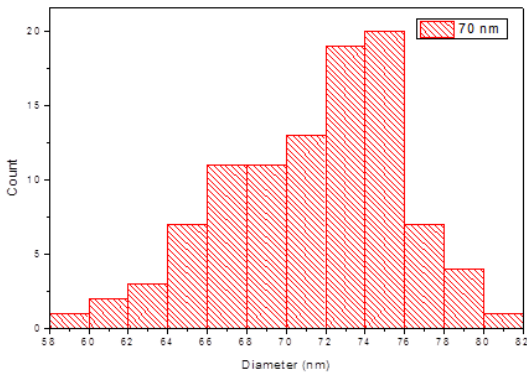
圖 1-14 樣品 CMS-S-70C 以 SEM 拍攝圖



Mean=22.6 nm, Std =2.9 nm, CV=12 %



Mean=60.9 nm, Std =4.7 nm, CV=7.7 %



Mean= 71.4 nm, Std = 4.3 nm, CV= 5.9 %

圖 1-15 樣品 CMS-S-20C、CMS-S-60C 與 CMS-S-70C 以軟體計算之粒徑分布圖

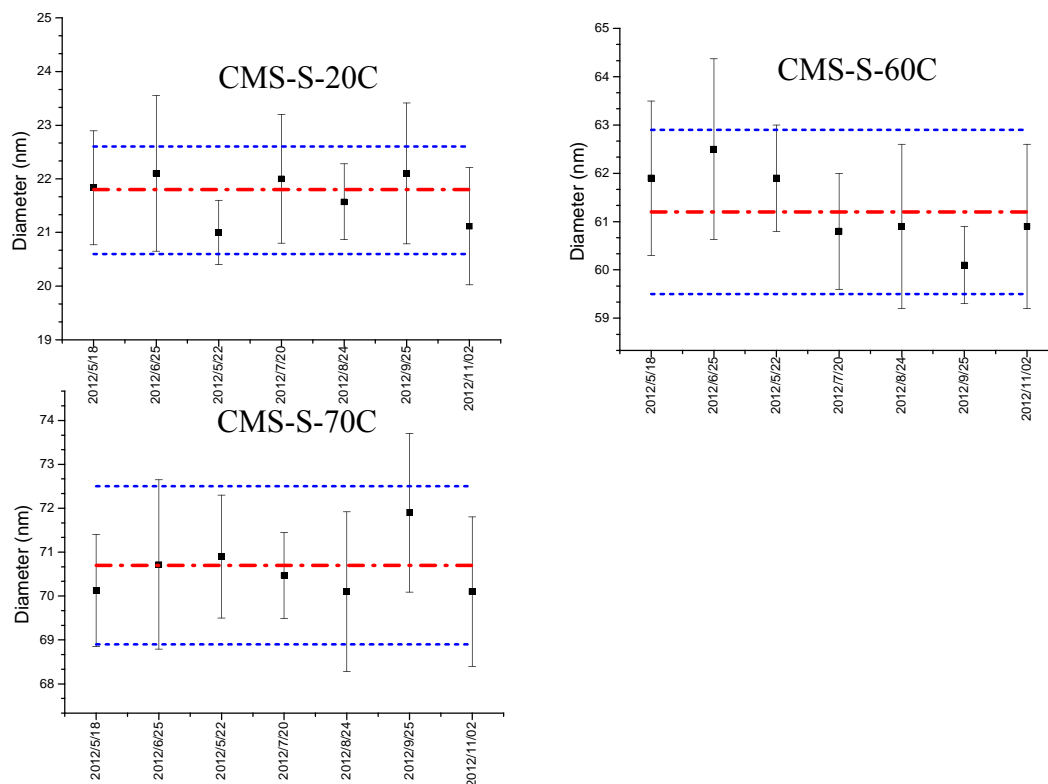


圖 1-16 樣品長期穩定性查核圖。

表 1-11 各樣品濃度量測結果

	CMS-S-20C	CMS-S-60C	CMS-S-70C
稀釋率	1/100	1/100	1/100
濃度(μg/ml)	9.60	6.82	13.06
回收率(%)	112.40	90.80	115

表 1-12 各樣品酸鹼度、導電度與 Zeta 電位測試結果

	pH 值	導電度(μs/cm)	Zeta(mV)
CMS-S-20C	7.7	486	49
CMS-S-60C	7.3	595	-58.6
CMS-S-70C	7.2	574	-47.5

(二) 濃度校正系統建立 (10^3 至 10^4) 個/c.c. \pm (5%~10%))。

本年度完成氣相粒子量測系統架設以及系統評估工作，建立一套可追溯標準系統，並於 2012 年 11 月 19 日完成系統查驗會議。本系統未來可以提供粒子計數器的校正服務。量測技術主要有粒子霧化裝置、稀釋腔體、電荷中和、流量控制、微分電移動度系統以及法拉利杯等裝置。本系統完成後，將可以滿足產業的校正需求。主要有無塵室，如台積、聯電、華邦、力晶、茂德、茂矽、南亞科技、通用電子、碧悠、元太、翰宇彩晶、友達光電、奇美、勝華、勝開、中華映管、銖德/銖寶、台灣凸版、瑞儀光電、

夏普、日月光、志聖工業、生達、中化、永日化學、永信製藥、勇博工程、九合工程、龍泰無塵洗衣、東利眼鏡、中科院、華航、核能廠，以及儀器代理商，耀群、尚偉與力昂等公司。此技術成果已與力昂公司簽訂服務計畫，進行為期兩年的實驗室輔導、專利授權與合作等。最後，本校正系統的校正能量為：

校正項目：標準粒子計數器之偵測效率(Detection efficiency of Standard particle counter)

量測範圍：粒子粒徑介於50 nm~200 nm，濃度 10^3 cm^{-3} ~ 10^4 cm^{-3}

相對擴充不確定度：

	目標濃度 (cm^{-3})	偵測效率之相對擴充不確定度 (%)
50 nm	3200	2.3
100 nm	1000	2.2
100 nm	3200	2.4
100 nm	10000	2.3
200 nm	3200	2.4

信賴水準：95 %

涵蓋因子：2.0

一般而言，當微粒之粒徑小於 100 nm 時，即很難以光學式粒子計數器(Optical Particle Counter, OPC)來偵測，所以針對奈米粒子必須要有不同於一般光學的方法來量測。凝結粒子計數器(Condensation Particle Counter, CPC)是一種與光學計數器非常類似之儀器，該儀器利用有機溶劑蒸發與凝結的原理，使奈米粒子成長到光學儀器可偵測之大小，由於光學計數器能偵測到的微粒粒徑至少須在 100 nm 以上，故凝結粒子計數器之粒子數之量測原理乃是利用粒子進入計數器後，先通過一充滿飽和蒸汽的管道，此飽和蒸氣可由揮發性液體產生，微粒與蒸汽在飽和蒸氣中以較高的溫度混合後，再通過一溫度較低的凝結管，使揮發性液體凝結於微粒表面以形成液滴，並成長至可由光學計數器偵測的程度，液滴隨後通過光束，使光束產生散射的現象，當此凝結粒子微粒通過光學感測器時會產生脈衝信號，經由計算產生之脈衝信號即可測得粒子的個數，其偵測粒子之粒徑的偵測下限可達 2.5 nm。表 1-13 為 NIST 的系統規格與本計畫預計發展系統規格比較。國際上對於懸浮於氣體中的奈米微粒監測主要是利用高度擴散離子帶電(diffusion ion charging)以及微粒電移動特性(electrical mobility)分離收集奈米微粒，並且結合使用超細微粒核結粒子計數器(Ultrafine Condensation Particle Counter, UCPC)，就可即時精確監測懸浮於氣體中的危害性奈米微粒(3~100 nm)濃度(Chen et al.,1998)。所謂的凝結粒子計數器(Condensation Particle Counter, CPC)為量測奈米微粒數目濃度最常用之儀器，它利用光散射技術偵測並計數已知體積流量內的微粒數目。此技術和光學粒子計數器(Optical Particle Counter, OPC)類似，兩者的主要差異在於 CPC 多了微粒核凝成長的

機制，讓 CPC 可偵測到更小的微粒。原理為讓微粒在通過偵測計數器之前因吸收酒精或水而長大，使得原本因粒徑太小導致散射光線不足的微粒成長至偵測器可測得粒徑。微粒計數的原理與粒子電荷無關，因此可偵測到絕對的微粒數目。CPC 計數的正確性受到很多因素影響，如流量、高濃度的計數損失、極小微粒的核凝效果不佳及微粒由進口到偵測部位的傳輸損失等因素，均會造成量測上的誤差。因此 CPC 需定期進行校正，才能確保量測結果的準確性。

CPC 通常以法拉第杯氣膠靜電計(Faraday-cup aerosol Electrometer, FCAE)作為其校正之參考標準，如圖 1-17 為一個法拉第杯構造。它由兩個電極組成，一個在另一個的內部，由絕緣體分開，利用金屬板或金屬網製成的封閉體。由於閉合、中空導體中的電場為零。所以，使用法拉第杯就把放在其內部的物體遮罩起來，不受大氣的或任何寄生的電場的影響。內電極連到靜電計的 HI 端，外電極連到靜電計的 LO 端。當帶電粒子進入內電極上時，就有感生電荷流過靜電計，就能準確地用靜電計測量粒子表面上的電荷。電極可以由任何導電材料製作。支撐用的絕緣體應當用電阻非常高的材料，如聚四氟乙烯或陶瓷來製作。

表 1-13 各國奈米粒子懸浮與比表面積量測技術比較

技術或量測系統名稱	技術領先國家現況	NML 目前技術狀況
奈米粒子環境懸浮量測	美國 NIST: 利用粒子霧化、帶電、計數、以及 DMA 分餾技術，配合氣膠電流檢測技術，發展出粒子濃度標準技術: 12000 個/c.c. ± 4.8 %, 3000 個/c.c. ± 6.5 %, 500 個/c.c. ± 27 %,	已完成濃度計數器校正系統建置。 達成規格：粒徑 50 nm~200 nm, 濃度(10^3 至 10^4) 個/c.c. ± (2.3 %~2.4 %)

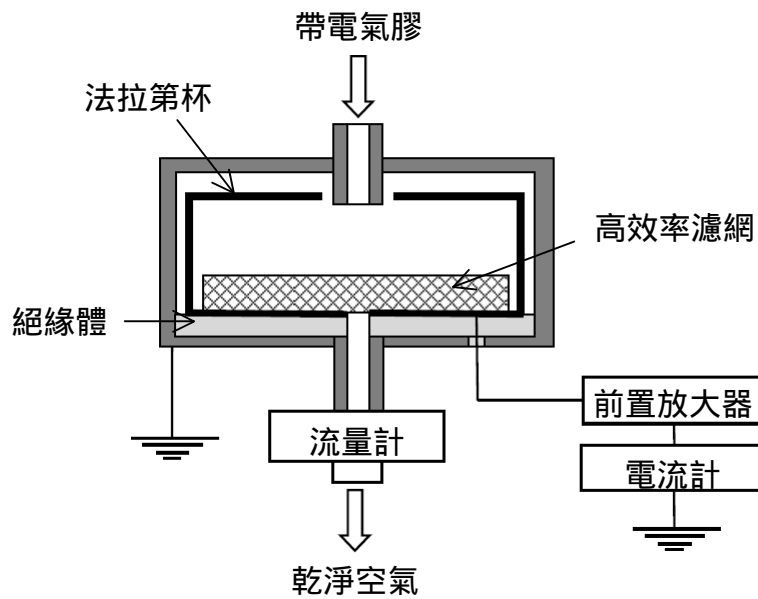


圖 1-17 法拉第杯氣膠靜電計

在許多情況下，校正的主要目的是為了確認 CPC 對極小微粒的偵測極限，而會選擇 FCAE 的原因是因為它對於任何粒徑微粒的偵測效率皆一致。所謂的 CPC 的偵測效率為偵測同一數目的單電荷單徑微粒時，CPC 測出的濃度與參考 FCAE 所偵測出的濃度比值。

ISO/WD 27891 (草案階段) 提供了兩種 CPC 的標準校正方法：參考 FCAE (reference FCAE)及參考 CPC (reference CPC)的比對。若採用前者的比對方法，則還須對作為參考用的 FCAE 進行驗證。上述兩種作為參考驗證用的儀器對於偵測微粒數目濃度、粒徑大小以及微粒組成皆須要有標準的校正報告書，該證書必須出自於以下兩個單位其中之一：(1)被 ISO/IEC 17025 認可的實驗室，所提供的校正種類以及範圍也需在認可的範圍之內；(2)由國家量測機構(National Measurement Institute)所提供之相關校正服務。

CPC 與 FCAE 的量測差異主要來自於多重帶電微粒(Multiply-charged particles)以及校正時 CPC 和參考儀器的進口處的微粒濃度偏差，故 CPC 之校正程序須針對上述影響因素進行評估且須加以修正，也因此國家實驗室必須間負起上述任務，以滿足國內目前濃度校正需求。

國內目前市場使用氣膠計數器，主要需求為無塵室。無塵室的正確名稱是潔淨室，它可分為兩大類：一是工業用，另一則是生化及醫藥用。前者應用在半導體、電子工業、光學儀器、精密機械、精緻塗裝、新化學材料及航太產業，主要是為控制塵埃粒子，後者則是以製造無菌環境為主。無塵室是一個為了對空間內空氣中的微粒做控制，所建造的特殊封閉性建築。一般而言，無塵室也會對溫濕度、氣流運動模式、與振動噪音等環境因素做控制。無塵室依等級的不同，對一定空間內的微塵粒子最大容許量亦有一定規範，在國際標準中最常用的規範有 Fed-Std-209E 及 ISO-14644，表 1-14 及表 1-15

為 Fed-Std-209E 及 ISO-14644 的等級定義。ISO 的等級劃分，首先定義了微粒的粒徑是

從 0.1 μm 到 5 μm ，在此範圍之外就不列入等級表，另定義有超微粒子與超大粒子針對範圍外粒子。ISO 等級本身歸類為 ISO Class 1 到 ISO Class 9，其允許上限的定義是大於等於該粒徑的微粒數，數目字如圖 1-17，單位是每立方公尺的微粒數。

表1-14 Fed-Std-209E潔淨度定義

Class Limits											
Class name		0.1 μm		0.2 μm		0.3 μm		0.5 μm		5 μm	
		Volume units		Volume units		Volume units		Volume units		Volume units	
SI	English	(m ³)	(ft ³)	(m ³)	(ft ³)	(m ³)	(ft ³)	(m ³)	(ft ³)	(m ³)	(ft ³)
M1		350	9.91	75.7	2.14	30.9	0.875	10.0	0.283	-	-
M1.5	1	1,240	35.0	265	7.50	106	3.00	35.3	1.00	-	-
M2		3,500	99.1	757	21.4	309	8.75	100	2.83	-	-
M2.5	10	12,400	350	2,650	75.0	1,060	30.0	353	10.0	-	-
M3		35,000	991	7,570	214	3,090	87.5	1,000	28.3	-	-
M3.5	100	-	-	26,500	750	10,600	300	3,530	100	-	-
M4		-	-	75,700	2,140	30,900	875	10,000	283	-	-
M4.5	1000	-	-	-	-	-	-	35,300	1,000	247	7.00
M5		-	-	-	-	-	-	100,000	2,830	618	17.5
M5.5	10000	-	-	-	-	-	-	353,000	10,000	2,470	70.0
M6		-	-	-	-	-	-	1,000,000	28,300	6,180	175
M6.5	100000	-	-	-	-	-	-	3,530,000	100,000	24,700	700
M7		-	-	-	-	-	-	10,000,000	283,000	61,800	1,750

表1-15 ISO-14644潔淨度定義

Maximum concentration limits (particles/m ³ of air) particles equal to and larger than the considered sizes shown below						
Classification Numbers(N)	0.1 μm	0.2 μm	0.3 μm	0.5 μm	1 μm	5.0 μm
ISO Class1	10	2	-	-	-	-
ISO Class2	100	24	10	4	-	-
ISO Class3	1,000	237	102	35	8	-
ISO Class4	10,000	2,370	1,020	352	83	-
ISO Class5	100,000	23,700	10,200	3,520	832	29
ISO Class6	1,000,000	237,000	102,000	35,200	8,320	293
ISO Class7	-	-	-	352,000	83,200	2,930
ISO Class8	-	-	-	3,520,000	832,000	29,300
ISO Class9	-	-	-	35,200,000	8,320,000	293,000

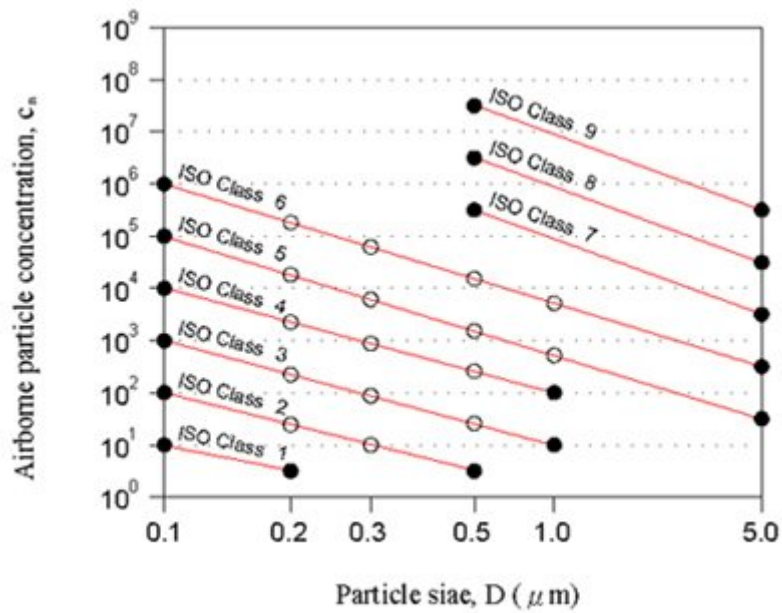


圖 1-17 粒徑與濃度規範範圍

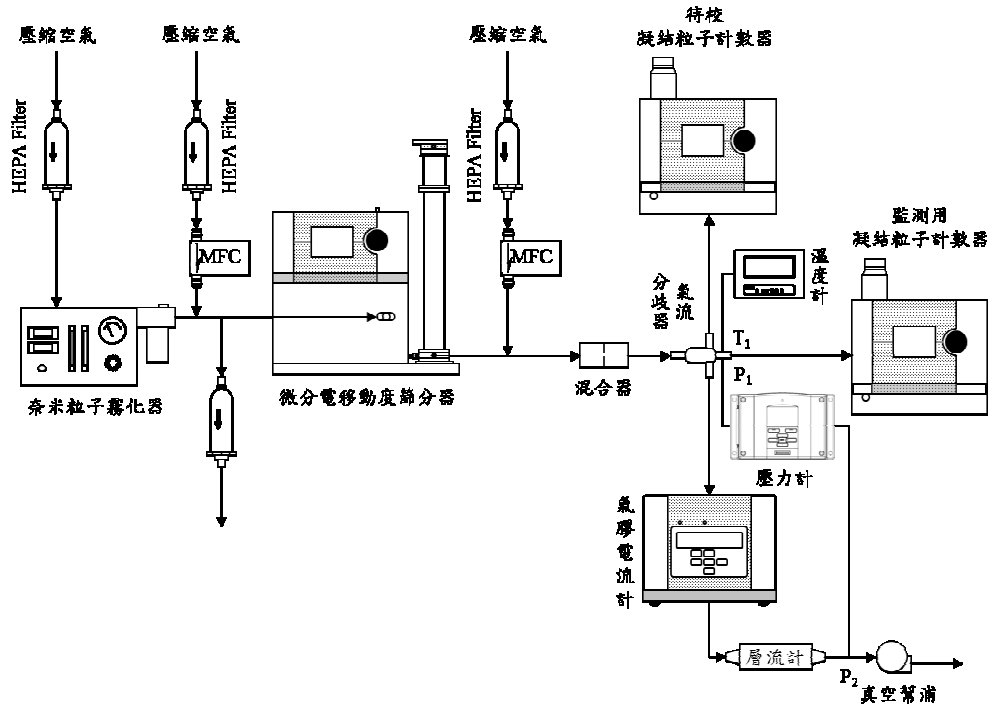


圖 1-18 粒徑與濃度校正系統示意

圖 1-18 為粒徑量測系統與濃度校正系統示意圖，霧化器(Aerosol generator)產生氣溶膠奈米粒子，然後將粒子通過乾燥處理與電荷中和器(Neutralizer)後，進入微分電移動度篩分器 (DEMC)，控制其電壓與流量，使其篩選出特定粒徑之粒子，以一凝結粒子計數器(CPC)量測此時的粒子數量。系統藉由設計分流(Flow splitter)與粒子稀釋裝置，並接待測 CPC 與氣膠靜電計(Aerosol electrometer)，或稱為法拉利杯氣膠電流計(Faraday-cup aerosol electrometer, FCAE)，如圖 1-19。藉由校正流量計與靜電計之電流，便可完成追

溯至 SI 單位。利用此可追溯之法拉第杯氣膠電流計，建立一原級濃度校正系統，追溯圖如圖 1-20 所示，系統的追溯包括粒子濃度、粒子大小、流量與電壓等。

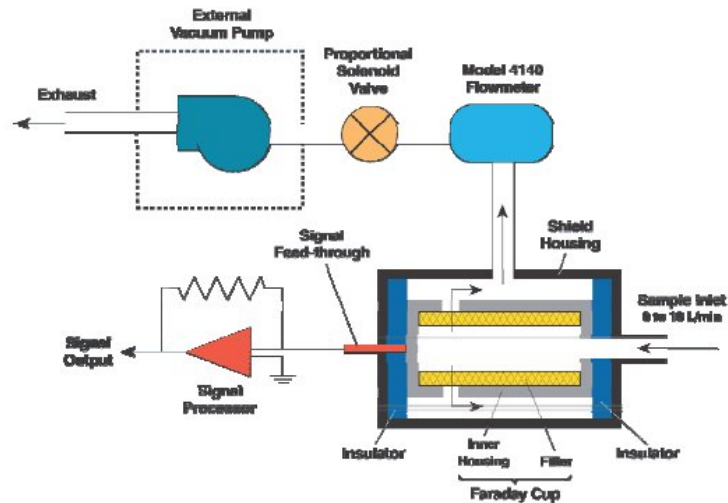


圖 1-19 氣膠靜電計

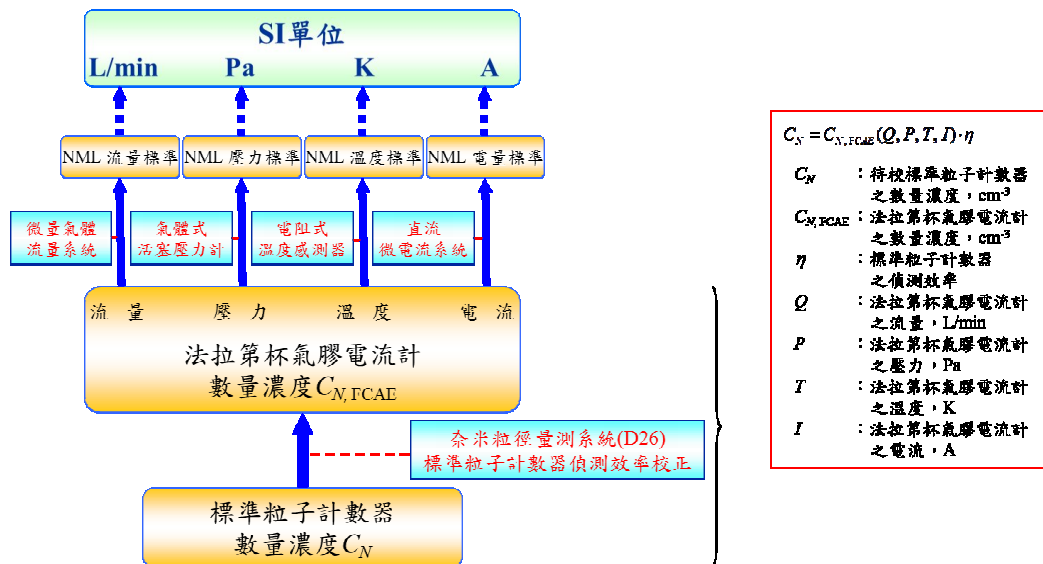


圖 1-20 FCAE系統追溯圖

如前述，CPC 計數的準確性受到很多因素影響，如流量、高濃度的計數損失、極小微粒的核凝效果不佳及微粒由進口到偵測部位的傳輸損失等因素，均會造成量測上的誤差。因此，依據 ISO 15900 建議，CPC 送校時會量測所謂的計數效率。其定義為最小量測粒徑範圍的 1.5 倍，其計數效率須達 90 %，如圖 1-21 所示。系統必須考慮粒徑的不確定度以及濃度的不確定度兩個重要因素。

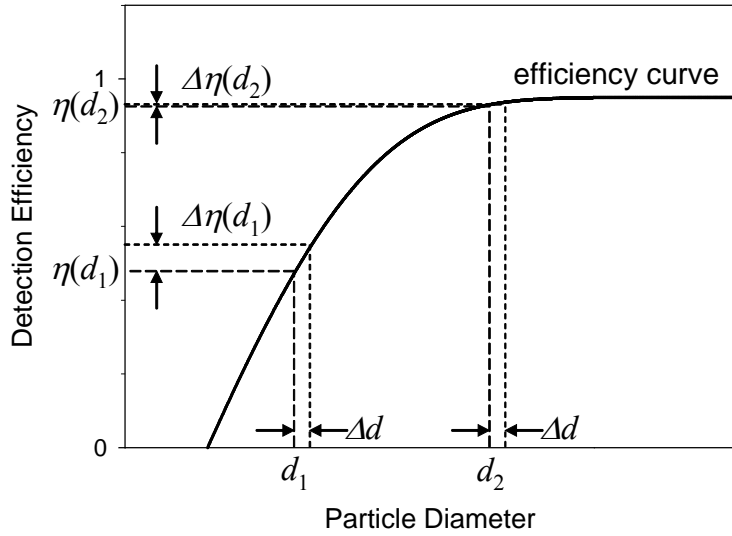


圖 1-21 CPC 粒徑誤差與濃度偵測效率關係

因此，校正系統中的粒子，係由 DEMC 系統所產生，其為具特定電移動度的粒子。電移動度的大小與粒子的尺寸與帶電量有關，電移動度與粒子大小關係可以寫成，

$$Z_p = \frac{v_E}{E} = \frac{q \cdot C_c}{3\pi \cdot \eta \cdot d_p} \quad (1-5)$$

v_E 粒子於此高壓電場 E 中的速度， d_p 為粒徑， p 為電荷數。

DEMC 設定下，特定粒徑 d_p 數量濃度即為：

$$C_N(Z) = \sum_{p \geq 1} C_{N,p}(d_p(Z)) \quad (1-6)$$

CPC 在特定粒徑的計數效率下，其濃度即為：

$$C_{N,CPC}(Z) = \sum_{p \geq 1} C_{N,p}(d_p(Z)) \cdot \eta_{CPC}(d_p(Z)) = C_N(Z) \sum_{p \geq 1} \phi_p(Z) \cdot \eta_{CPC}(d_p(Z)) \quad (1-7)$$

其中， $\phi_p(Z)$ 為 DEMC 中，帶特定電荷數粒子的殘餘數量， η_{cpc} 為 cpc 計數效率。

同樣的，FCAE 的數量濃度寫成：

$$C_{N,FCAE}(Z) = \sum_{p \geq 1} C_{N,p}(d_p(Z)) \cdot p \cdot \eta_{FCAE}(d_p(Z)) = C_N(Z) \sum_{p \geq 1} \phi_p(Z) \cdot p \cdot \eta_{FCAE}(d_p(Z)) \quad (1-8)$$

理想情況下，系統只有帶單一電荷的粒徑 $d_1(Z)$ ，因此 1-7 與 1-8 改寫成：

$$C_{N,CPC}(Z) = C_N(Z) \cdot \phi_1(Z) \cdot \eta_{CPC}(d_1(Z)) \quad (\text{for the test CPC}) \quad (1-9)$$

$$C_{N,FCAE}(Z) = C_N(Z) \cdot \phi_1(Z) \cdot \eta_{FCAE}(d_1(Z)) \quad (\text{for the reference FCAE}) \quad (1-10)$$

$$C_{N,CPC,ref}(Z) = C_N(Z) \cdot \phi_1(Z) \cdot \eta_{CPC,ref}(d_1(Z)) \quad (\text{for the reference CPC}) \quad (1-11)$$

以 FACE 作為標準件時，待測 CPC 的效率可以表示為：

$$\eta_{CPC}(d_1(Z)) = \frac{C_{N,CPC}(Z)}{C_{N,FCAE}(Z)} \cdot \eta_{FCAE}(d_1(Z)) \quad (1-12)$$

以 FACE 作為參考標準件時，待校 CPC 的偵測效率 η_{CPC} 可以表示為：

$$\eta_{CPC} = \frac{C_{N,CPC}(Z)}{C_{N,FCAE}(Z)} \cdot \eta_{FCAE} \cdot \beta \sum_{p \geq 1} [\phi_p(Z) \cdot p] \quad (1-13)$$

FCAE 組成包含法拉第杯、高效率濾網、絕緣體、流量計、前置放大器以及電流計。特定流量的帶電氣膠進入法拉第杯中，其中的奈米粒子被高效率濾網或是法拉第杯杯體所捕獲，所帶電荷於前置放大器轉換成電流訊號並顯示於電流計中。FCAE 之電荷濃度 $C_{Q,FCAE}$ 、數量濃度 $C_{N,FCAE}$ 與量測之電流 I_{FCAE} 的關係式如式(1-14)所示：

$$C_{N,FCAE} = \frac{C_{Q,FCAE}}{e} = \frac{I_{FCAE}}{Q_{FCAE} \cdot e} \quad (1-14)$$

其中， e 為基本電荷量、 Q_{FCAE} 為通過 FCAE 之氣體流量。

將式 (1-14) 代入式 (1-13)，再令多重電荷校正係數 (Multiple Charge Correction) $MCC = \sum \phi_p(Z) \cdot p$ ，則待校 CPC 的偵測效率可以進一步表示為：

$$\eta_{CPC} = \frac{C_{N,CPC}(Z)}{I_{FCAE}(Z)} \cdot e \cdot Q_{FCAE} \cdot \eta_{FCAE} \cdot \beta \cdot MCC \quad (1-15)$$

其中， $C_{N,CPC}(Z)$ ：待校 CPC 之數量濃度， cm^{-3} ；

$I_{FCAE}(Z)$ ：FCAE 之電流值，amp；

e ：基本電荷量，C；

Q_{FCAE} ：FCAE 之氣體流量， cm^3/s ；

η_{FCAE} ：FCAE 之偵測效率；

β ：氣流分歧器之偏差因子；

MCC ：多重電荷校正係數。

依據國際標準組織(ISO)發行的 ISO/IEC Guide 98-3:2008 [1-2]，組合標準不確定度 (Combined Standard Uncertainty) 表示為：

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (1-16)$$

本標準粒子計數器偵測效率校正系統之系統方程式可以下列之函數表示之：

$$\begin{aligned}\eta_{CPC} &= \frac{C_{N,CPC}(Z)}{I_{FCAE}(Z)} \cdot e \cdot Q_{FCAE} \cdot \eta_{FCAE} \cdot \beta \cdot MCC \\ &= f(C_{N,CPC}, I_{FCAE}, e, Q_{FCAE}, \eta_{FCAE}, \beta, MCC)\end{aligned}\quad (1-17)$$

由於本系統乃採用參考標準件與待校件同時量測之比較式校正系統，對於校正進行中所產生之如氣膠源濃度變化等誤差源，均可藉由同時量測而產生一定程度之互相消抵作用。如果如式 11 方式，將待校 CPC 之數量濃度與 FCAE 之電流值視為互不相關之參數，將過於保守而高估了本校正系統之不確定度。故本評估過程，將與 FCAE 之數量濃度相關之 FCAE 之電流值、FCAE 之氣體流量兩項目之量測參數，併回 FCAE 之數量濃度，除待校 CPC 之數量濃度而成為短期重複量測之效率重複性 η_{rep} 。因此，本標準粒子計數器偵測效率校正系統之系統方程式可以下列之函數表示之：

$$\begin{aligned}\eta_{CPC} &= \frac{C_{N,CPC}(Z)}{I_{FCAE}(Z)} \cdot e \cdot Q_{FCAE} \cdot \eta_{FCAE} \cdot \beta \cdot MCC = \eta_{rep} \cdot e \cdot Q_{FCAE} \cdot \eta_{FC} \cdot b_{tr} \cdot \beta \cdot MCC \\ &= f(\eta_{rep}, e, Q_{FCAE}, \eta_{FC}, b_{tr}, \beta, MCC)\end{aligned}\quad (1-18)$$

其中， $\eta_{rep} = C_{N,CPC}(Z)/I_{FCAE}(Z)$ 、 $\eta_{FCAE} = \eta_{FC} \cdot b_{tr}$ ， η_{FC} 為與 FCAE 之 FC 結構有關的過濾效率、 b_{tr} 則為電流計追溯校正之參數。

其組合標準不確定度列式中，假設各參數互不相關，則此校正系統之組合標準不確定度 $u_c(\eta_{CPC})$ 之平方為：

$$\begin{aligned}u_c^2(\eta_{CPC}) &= \sum_{i=1}^7 \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i) \\ &= \left(\frac{\partial f}{\partial \eta_{rep}}\right)^2 u^2(\eta_{rep}) + \left(\frac{\partial f}{\partial e}\right)^2 u^2(e) + \left(\frac{\partial f}{\partial Q_{FCAE}}\right)^2 u^2(Q_{FCAE}) + \left(\frac{\partial f}{\partial \eta_{FC}}\right)^2 u^2(\eta_{FC}) \\ &\quad + \left(\frac{\partial f}{\partial b_{tr}}\right)^2 u^2(b_{tr}) + \left(\frac{\partial f}{\partial \beta}\right)^2 u^2(\beta) + \left(\frac{\partial f}{\partial MCC}\right)^2 u^2(MCC)\end{aligned}\quad (1-19)$$

將上式除以待校 CPC 的偵測效率 η_{CPC} ，可得相對組合標準不確定度。其平方後之公式如下，單位以%表示：

$$\begin{aligned}\left[\frac{u_c(\eta_{CPC})}{\eta_{CPC}}\right]^2 &= \left[\frac{u(\eta_{rep})}{\eta_{rep}}\right]^2 + \left[\frac{u(e)}{e}\right]^2 + \left[\frac{u(Q_{FCAE})}{Q_{FCAE}}\right]^2 + \left[\frac{u(\eta_{FC})}{\eta_{FC}}\right]^2 \\ &\quad + \left[\frac{u(b_{tr})}{b_{tr}}\right]^2 + \left[\frac{u(\beta)}{\beta}\right]^2 + \left[\frac{u(MCC)}{MCC}\right]^2\end{aligned}\quad (1-20)$$

各項要因分析如下

1. 效率重複性之相對標準不確定度 $u(\eta_{rep})/\eta_{rep}$

系統操作於相同粒徑、相同數量濃度的條件下，待校 CPC、FCAE、層流計(Luminar

Flowmeter, LFM)、溫度計、壓力計以每秒量測一次的頻率，連續量測 30 次，計算待校 CPC 數量濃度與 FCAE 數量濃度之比值。如此重複量測十次，可視為短期效率重複性誤差所造成之相對標準不確定度。結果如表 1-16 到 1-20。

表 1-16 $u_{50,3200}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$

標稱濃度 3200 cm ⁻³										
量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
效率重複性	0.985	0.984	0.983	0.979	0.98	0.975	0.988	0.981	0.985	0.980
平均值	0.98239									
標準差	0.00374									
$u_{50,3200}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	1.20×10^{-3}									
自由度	9									

表 1-17 $u_{100,1E3}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$

標稱濃度 1000 cm ⁻³										
量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
效率重複性	0.986	0.986	0.925	0.914	0.984	0.997	0.992	0.964	0.937	1.007
平均值	0.96933									
標準差	0.03270									
$u_{100,1E3}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	1.07×10^{-2}									
自由度	9									

表 1-18 $u_{100,3200}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$

標稱濃度 3200 cm ⁻³										
量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
效率重複性	0.994	0.989	0.989	0.986	0.956	0.988	0.994	0.978	0.987	0.985
平均值	0.98474									
標準差	0.01101									
$u_{100,3200}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	3.53×10^{-3}									
自由度	9									

表 1-19 $u_{100,1E4}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$

標稱濃度 10000 cm ⁻³										
量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
效率重複性	0.979	0.988	0.981	0.980	0.981	0.977	0.984	0.987	0.979	0.966
平均值	0.98019									
標準差	0.00613									
$u_{100,1E4}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	1.98×10^{-3}									
自由度	9									

表 1-20 $u_{200,3200}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$

標稱濃度 3200 cm ⁻³										
量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
效率重複性	0.983	0.968	0.978	0.984	0.994	0.994	0.988	0.956	0.987	0.987
平均值	0.98179									
標準差	0.01195									
$u_{200,3200}(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	3.85×10^{-3}									
自由度	9									

2. 基本電荷 e 之相對標準不確定度 $u(e)/e$

根據 2010 CODATA 所公佈的基本物理常數值，目前最新的基本電荷值 e 為 $1.602176565 \times 10^{-19}$ C [1-3]，其相對標準不確定度 $u(e)/e$ 為 2.20×10^{-8} ，估計相對不確定性為 0%，自由度為 ∞ 。

3. FCAE 氣體流量 Q_{FCAE} 追溯之相對標準不確定度 $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$

奈米粒子數目濃度是本系統最重要之參數，因此除了設法量測到每一顆奈米粒子，降低粒子數目濃度的偵測損失外，如何精確量測 FCAE 入口端之氣體流量亦是重點之一。LFM 乃利用充滿毛細管之層流管壓降原理量測氣體流量，空氣中之粒子將會阻塞毛細管而造成儀器損毀，因此無法將之放置於 FCAE 入口端，僅能接續於幾乎沒有奈米粒子的 FCAE 出口端。再同時讀取 LFM 出口端之溫度 T_2 、壓力 P_2 及監測用 CPC 入口端之溫度 T_1 、壓力 P_1 ，即時將 FCAE 出口端之 LFM 出口端流量值，轉換成為 FCAE 入口端之流量值。

FCAE 氣體流量 Q_{FCAE} 之相對標準不確定度分成兩部份，一部份是經由氣體流量量測而得，為 A 類之相對標準不確定度，但此部分已併入 3.2.1 的效率重複性之相對標準不確定度做討論；另一部份為層流計出口端之流量值轉換成 FCAE 入口端之流量值所採用儀

器所造成的不確定度，為儀器追溯的 B 類之相對標準不確定度。此部份的詳細計算結果如下：

流量轉換的關係可以下式表示之：

$$Q_{\text{FCAE}} = (Q_{\text{LFM}} \cdot \frac{P_2}{P_1} \cdot \frac{T_1 + 273.15}{T_2 + 273.15}) = f(Q_{\text{LFM}}, P_1, T_1, P_2, T_2) \quad (1-21)$$

其中， Q_{FCAE} ：FCAE 入口端之流量值，L/min；

Q_{LFM} ：層流計出口端之流量值，L/min；

P_1 ：監測用 CPC 入口端之壓力，kPa；

T_1 ：監測用 CPC 入口端之溫度， $^{\circ}\text{C}$ ；

P_2 ：層流計出口端之壓力，kPa；

T_2 ：層流計出口端之溫度， $^{\circ}\text{C}$ 。

因此，層流計出口端之流量值轉換成 FCAE 入口端之流量值所造成的相對不確定度 $u(Q_{\text{FCAE}})/Q_{\text{FCAE}}$ 為：

$$\left[\frac{u(Q_{\text{FCAE}})}{Q_{\text{FCAE}}}\right]^2 = \left[\frac{u(Q_{\text{LFM}})}{Q_{\text{LFM}}}\right]^2 + \left[\frac{u(P_1)}{P_1}\right]^2 + \left[\frac{u(T_1)}{T_1 + 273.15}\right]^2 + \left[\frac{u(P_2)}{P_2}\right]^2 + \left[\frac{u(T_2)}{T_2 + 273.15}\right]^2 \quad (1-22)$$

由層流式流量計校正報告，編號：F120225A [1-4]，可得標準流量 1.5 L/min，於 95 % 之信賴水準下，擴充不確定度為 0.19 %，涵蓋因子為 1.98，所以其所造成之相對不確定度為

$$u(Q_{\text{LFM}})/Q_{\text{LFM}} = (0.19\%) / 1.98 = 9.60 \times 10^{-4} \quad (1-23)$$

由涵蓋因子查 t 分配表，得出自由度為 120。

由數字型壓力計校正報告，編號：P120173A [1-5]，可得標準壓力於 94.977 kPa-101.099 kPa 範圍，於 95 % 之信賴水準下，擴充不確定度為 0.006 kPa，有效自由度為 157，涵蓋因子為 1.98，所以其所造成之相對不確定度為

$$u(P_1)/P_1 = 0.006 \text{ kPa} / 98.4 \text{ kPa} / 1.98 = 3.08 \times 10^{-5} \quad (1-24)$$

由數字型壓力計校正報告，編號：P120174A [1-6]，可得標準壓力於 94.977 kPa-101.099 kPa 範圍，於 95 % 之信賴水準下，擴充不確定度為 0.006 kPa，有效自由度為 157，涵蓋因子為 1.98，所以其所造成之相對不確定度為

$$u(P_2)/P_2 = 0.006 \text{ kPa} / 97.6 \text{ kPa} / 1.98 = 3.10 \times 10^{-5} \quad (1-25)$$

由電阻式溫度計校正報告，編號：T120181A [1-7]，可得標準溫度於 19.978 $^{\circ}\text{C}$ -21.974 $^{\circ}\text{C}$ 範圍，於 95 % 之信賴水準下，最大擴充不確定度為 0.026 $^{\circ}\text{C}$ ，涵蓋因子為 2，所以其所造成之相對不確定度為

$$u(T_1)/(T_1 + 273.15) = 0.026 \text{ }^{\circ}\text{C} / (21.58 \text{ }^{\circ}\text{C} + 273.15) / 2 = 4.41 \times 10^{-5} \quad (1-26)$$

由涵蓋因子查 t 分配表，得出自由度為 60。

由於層流計出口內建溫度計，將其自身量測之溫度當時的流量，轉換成 20 °C 的等效流量。因此， T_2 溫度的不確定度完全含括於 Q_{LFM} 的不確定度之內，所造成之相對不確定度為 0。

因此，FCAE 氣體流量 Q_{FCAE} 之相對標準不確定度 $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$ 為：

$$\begin{aligned} u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE} &= [(9.60 \times 10^{-4})^2 + (3.08 \times 10^{-5})^2 + (3.10 \times 10^{-5})^2 + (4.41 \times 10^{-5})^2]^{1/2} \\ &= 9.62 \times 10^{-4} \end{aligned} \quad (1-27)$$

自由度為 121。

4. FCAE 偵測效率之相對標準不確定度 $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$

FCAE 之偵測效率，必須考量法拉第杯之前導管的穿透效率與法拉第杯本身之過濾效率，即成功穿透法拉第杯之前導管的粒子，才真正是對於法拉第杯之過濾效率有貢獻的粒子。因此計算 FCAE 之偵測效率時，必須修正法拉第杯之前導管的穿透效率所造成的影響。

根據文獻[1-8]指出，粒子於管中傳送，粒子沉積於管壁的沉積參數 μ 可以表示為：

$$\mu = \frac{DL}{Q} \quad (1-28)$$

其中， D 為擴散係數； L 為管長； Q 為體積流量。

所有進入此管中之粒子，成功穿透而無吸附或是沉積於管壁的比例定義為穿透效率 P 。

當 $\mu < 0.009$ ，其穿透效率 P 可以表示為：

$$P = 1 - 5.5\mu^{2/3} + 3.77\mu \quad (1-29)$$

不同粒徑的穿透效率如表 1-21 所示，

表 1-21 粒徑 50 nm、100 nm 以及 200 nm 之穿透效率

粒徑(nm)	50	100	200
穿透效率	0.99805	0.99915	0.99960

法拉第杯之過濾效率評估步驟為操作於相同粒徑、相同數量濃度的條件下，將待測 CPC 連接於 FCAE 之後，以每秒量測一次的頻率，連續量測 CPC 數量濃度 600 次，視為穿透 FCAE 之殘留粒子濃度；再於相同粒徑、相同數量濃度的條件下，取下 FCAE，直接將待測 CPC 連接於 FCAE 之前的氣流分歧器之上，以每秒量測一次的頻率，連續量測 CPC 數量濃度 600 次，視為進入 FCAE 之總粒子濃度。前述兩項量測值相除，再乘以穿透效率後，可視為短期量測法拉第杯本身之過濾效率所造成之相對不確定度。如下表 1-22，

表 1-22 $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$

粒徑(nm)	50	100	200
平均殘留濃度(cm^{-3})	0.07	0.46	0.45
平均總粒子濃度(cm^{-3})	3167	19806	19773
法拉第杯過濾效率	0.99998	0.99998	0.99998
經穿透效率修正之 法拉第杯過濾效率	0.99803	0.99913	0.99949
$u(\eta_{FC}) = (1 - \eta_{FC})/\sqrt{3}$	1.14×10^{-3}	5.05×10^{-4}	2.94×10^{-4}
$u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$	1.14×10^{-3}	5.05×10^{-4}	2.94×10^{-4}

假設 FCAE 偵測效率誤差為矩形分布，其所造成之相對標準不確定度為：

自由度為 $n-1=599$ ，其中 n 為數量濃度量測次數 600。

5. 電流計追溯之相對標準不確定度 $u(b_{tr})/b_{tr}$

電流計追溯的相對標準不確定度詳細計算如下：

由電流計測試報告，編號：10107C01646-1-1-01 [1-9]，可得於 95 % 之信賴水準下，最大相對擴充不確定度為 22 mA/A，涵蓋因子為 2，所以其所造成之相對不確定度為

$$u(b_{tr})/b_{tr} = (22 \text{ mA/A})/2 = 1.10 \times 10^{-2} \quad (1-30)$$

由涵蓋因子查 t 分配表，得出自由度為 60。

6. 氣流分歧器之偏差因子的相對標準不確定度 $u(\beta)/\beta$

本系統採用 1 分為 4 之氣流分歧器，將經由 DEMC 篩分出之特定電移動度氣膠分成四道氣膠流，第一道氣膠供 FCAE 量測之用、第二道氣膠供監測用 CPC 監測粒子濃度之用、第三道氣膠供待測 CPC 量測之用、第四道氣膠流則封閉以作為日後擴充之用。

由於氣流分歧器本身並非完美之濃度分歧器，第一道供 FCAE 量測之氣膠的粒子濃度與第三道供待測 CPC 量測之氣膠的粒子濃度，可能有些許之濃度偏差，此濃度偏差即為氣流分歧器之偏差因子的不確定度。此氣流分歧器之偏差因子的不確定度評估，採用互換法的方式進行之。首先，如圖 1-22 所示，將第一道氣膠流連接於 FCAE，並將第三道氣膠流連接於待測 CPC，同時量測粒子濃度。其粒子濃度比 r_1 定義為：

$$r_1 = \frac{\bar{C}_{N,CPC,1}}{\bar{C}_{N,FCAE,1}} \quad (1-31)$$

其中， $\bar{C}_{N,CPC,1}$ 為第一步驟待測 CPC 量測之平均粒子濃度、 $\bar{C}_{N,FCAE,1}$ 為第一步驟 FCAE 量測之平均粒子濃度。

如圖 1-23，旋轉氣流分歧器，將第三道氣膠流連接於 FCAE，並將第一道氣膠流連接於

待測 CPC，同時量測粒子濃度。其粒子濃度比 r_2 定義為：

$$r_2 = \frac{\bar{C}_{N,CPC,2}}{\bar{C}_{N,FCAE,2}} \quad (1-32)$$

其中， $\bar{C}_{N,CPC,2}$ 為第二步驟待測 CPC 量測之平均粒子濃度、 $\bar{C}_{N,FCAE,2}$ 為第二步驟 FCAE 量測之平均粒子濃度。

氣流分岐器之偏差因子 β 定義為：

$$\beta = \sqrt{\frac{r_2}{r_1}} \quad (1-33)$$

其中， r_1 為第一步驟所求得之平均粒子濃度比、 r_2 為第二步驟所求得之平均粒子濃度比。因此，氣流分岐器之偏差因子的相對標準不確定度 $u(\beta)/\beta$ 為：

$$\left[\frac{u(\beta)}{\beta}\right]^2 = \left[\frac{1}{2} \cdot \frac{u(r_1)}{r_1}\right]^2 + \left[\frac{1}{2} \cdot \frac{u(r_2)}{r_2}\right]^2 \quad (1-34)$$

量測過程為操作於相同粒徑、相同數量濃度的條件下，以每秒量測一次的頻率，連續量測粒子濃度 30 次。如此重複量測十次，計算粒子濃度比 r_1 ；再翻轉氣流分岐器，反接待測 CPC 與 FCAE，於相同粒徑、相同數量濃度的條件下，以每秒量測一次的頻率，連續量測電流值 30 次。如此重複量測十次，計算粒子濃度比 r_2 。再計算偏差因子 β ，可視為短期量測氣流分岐器之偏差因子的相對標準不確定度，分析如表 1-23 到 1-26。

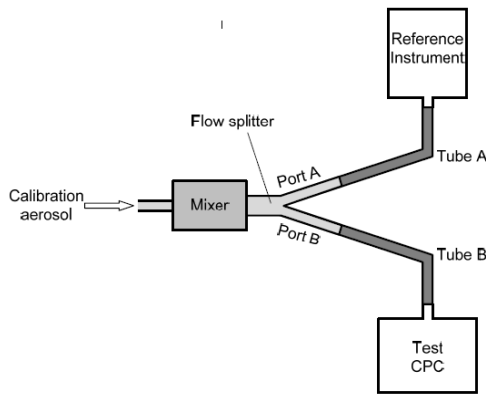


圖 1-22 氣流分岐器之偏差因子測試步驟一

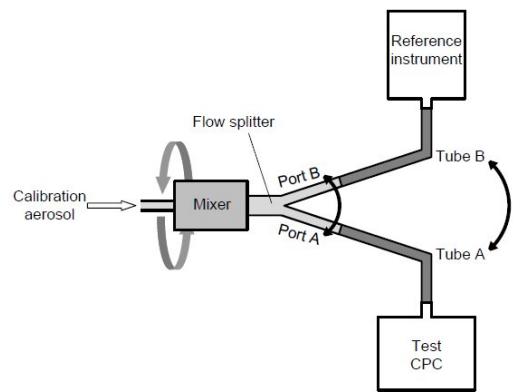


圖 1-23 氣流分岐器之偏差因子測試步驟二

表 1-23 $u_{50}(\beta)/\beta$

量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\bar{C}_{N,CPC,1}(\text{cm}^{-3})$	3292	3323	33342	33186	3351	3341	3309	3335	3350	3315
$\bar{C}_{N,FCAE,1}(\text{cm}^{-3})$	3274	3314	3369	3236	3323	3365	3319	3335	3356	3298
r_1	1.006	1.003	0.990	1.025	1.008	0.993	0.997	1.000	0.998	1.005
r_1 平均值	1.00251									
r_1 標準差	0.00989									
$u(r_1)$	0.00313									
$\bar{C}_{N,CPC,2}(\text{cm}^{-3})$	3307	3299	3296	3322	3312	3322	3326	3352	3322	3333
$\bar{C}_{N,FCAE,2}(\text{cm}^{-3})$	3317	3331	3293	3308	3332	3339	3303	3358	3326	3326
r_2	0.997	0.990	1.001	1.004	0.994	0.995	1.007	0.998	0.999	1.002
r_2 平均值	0.99874									
r_2 標準差	0.00499									
$u(r_2)$	0.00158									
β 平均值	0.99812									
$u_{50}(\beta)/\beta$	1.75×10^{-3}									
自由度	9									

表 1-24 $u_{100}(\beta)/\beta$

量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\bar{C}_{N,CPC,1}(\text{cm}^{-3})$	9774	9791	9805	9828	9835	9872	9833	9846	9841	9837
$\bar{C}_{N,FCAE,1}(\text{cm}^{-3})$	9793	9827	9776	9778	9820	9883	9910	9850	9854	9855
r_1	0.998	0.996	1.003	1.005	1.002	0.999	0.992	1.000	0.999	0.998
r_1 平均值	0.99917									
r_1 標準差	0.00354									
$u(r_1)$	0.00112									
$\bar{C}_{N,CPC,2}(\text{cm}^{-3})$	9866	9892	9832	9871	9879	9837	9855	9864	9895	9810
$\bar{C}_{N,FCAE,2}(\text{cm}^{-3})$	9862	9894	9871	9859	9863	9853	9844	9821	9925	9801
r_2	1.000	1.000	0.996	1.001	1.002	0.998	1.001	1.004	0.997	1.001
r_2 平均值	1.00010									
r_2 標準差	0.00243									
$u(r_2)$	0.00077									
β 平均值	1.00047									
$u_{100}(\beta)/\beta$	6.79×10^{-4}									
自由度	9									

表 1-25 $u_{200}(\beta)/\beta$

量測次數	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\bar{C}_{N,CPC,1} (\text{cm}^{-3})$	3192	3208	3191	3201	3202	3192	3205	3196	3206	3193
$\bar{C}_{N,FCAE,1} (\text{cm}^{-3})$	3186	3201	3192	3192	3180	3207	3187	3155	3184	3146
r_1	1.002	1.002	1.000	1.003	1.007	0.995	1.005	1.013	1.007	1.015
r_1 平均值	1.00487									
r_1 標準差	0.00599									
$u(r_1)$	0.00189									
$\bar{C}_{N,CPC,2} (\text{cm}^{-3})$	3201	3222	3205	3216	3219	3205	3213	3239	3213	3225
$\bar{C}_{N,FCAE,2} (\text{cm}^{-3})$	3222	3204	3186	3209	3242	3179	3182	3232	3214	3250
r_2	0.993	1.006	1.006	1.002	0.993	1.008	1.010	1.002	1.000	0.992
r_2 平均值	1.00122									
r_2 標準差	0.00650									
$u(r_2)$	0.00205									
β 平均值	0.99819									
$u_{200}(\beta)/\beta$	1.39×10^{-3}									
自由度	9									

7. 多重電荷校正係數之相對標準不確定度 $u(MCC)/MCC$

由式 1 可以發現，帶 p 價電荷之大粒徑 d_p 的粒子，將有機會與帶單一價電荷之小粒徑 d_1 的粒子，具有相同之電移動度，而同時經 DEMC 篩分出來。假設帶 p 價電荷之大粒子與單一價電荷之小粒子具有相同之數量濃度，則此大粒子進入 FCAE 時，將貢獻 p 倍於小粒子之電流，造成 FCAE 誤判大粒子數量濃度為小粒子數量濃度之 p 倍。但相同數量濃度之 p 價電荷大粒子與單一價電荷小粒子，於待測 CPC 之數量濃度量測結果卻是完全相同，造成待測 CPC 偵測效率量測上的誤差，因此必須對多重電荷效應加以校正，此即為多重電荷校正係數之相對標準不確定度 $u(MCC)/MCC$ 。其評估步驟分述如下：假設當 DEMC 設定電壓為 U_{DEMC} 時，由 DEMC 篩分出來之粒子最多僅帶有 3 價電荷；而當 DEMC 設定電壓分別為 $2U_{DEMC}$ 與 $3U_{DEMC}$ 時，由 DEMC 篩分出來之粒子皆僅帶有單一價電荷。則此三種設定電壓時，DEMC 所篩分出來而由 FCAE 量測到之粒子數量濃度分別表示為：

$$C_N(U_{DEMC}) \cong \eta_{FCAE} \sum_{p=1}^3 C_{N,p}(d_p(Z)) \cdot p \quad (1-35)$$

$$C_N(2U_{DEMC}) \cong \eta_{FCAE} \cdot C_{N,1}(d_1(Z(2U_{DEMC}))) \quad (1-36)$$

$$C_N(3U_{DEMC}) \cong \eta_{FCAE} \cdot C_{N,1}(d_1(Z(3U_{DEMC}))) \quad (1-37)$$

其中， C_N , $p(dp(Z(U)))$ 為 DEMC 設定電移動度為 $Z(U)$ 時所篩分出來，帶有 p 價電荷之粒子的實際數量濃度、 $C_N(U_{DEMC})$ 為 DEMC 設定於粒徑所對應電壓時，FCAE 所量測到之數量濃度、 $C_N(2U_{DEMC})$ 為 DEMC 設定兩倍於粒徑所對應電壓時，FCAE 所量測到之數量濃度、 $C_N(3U_{DEMC})$ 為 DEMC 設定三倍於粒徑所對應電壓時，FCAE 所量測到之數量濃度。

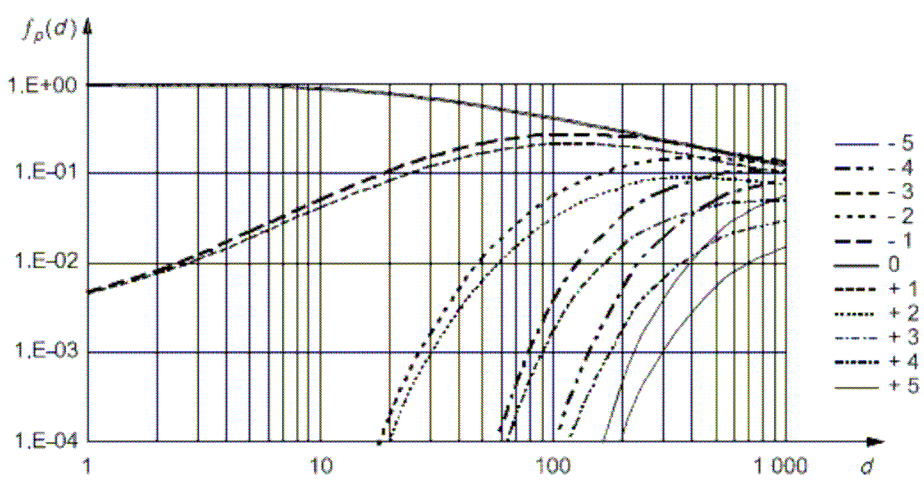


圖 1-24 波茲曼平衡帶電分佈圖

因此，我們已經得到 DEMC 設定電壓分別為 U_{DEMC} 、 $2U_{DEMC}$ 與 $3U_{DEMC}$ 時，FCAE 量測到之粒子數量濃度。再根據波茲曼平衡帶電分佈 (Boltzmann Equilibrium Charge Distribution) 中，不同粒徑的粒子，不帶電、帶單一價電荷與帶多價電荷的固定的比例關係，如圖 1-24 所示。即可由 FCAE 於 $2U_{DEMC}$ 時之粒子數量濃度、單一價電荷與帶 2 價電荷的固定的比例關係，反推求得 FCAE 於 U_{DEMC} 時，帶 2 價電荷之粒子數量濃度；同理，亦可求得 FCAE 於 U_{DEMC} 時，帶 3 價電荷之粒子數量濃度。其數學表示如式 36、式 37、式 38 所示。

$$\begin{aligned}
 C_{N,2}(d_2(Z(U_{DEMC}))) &= C_{N,1}(d_1(Z(2U_{DEMC}))) \frac{f_2(d_1(Z(2U_{DEMC})))}{f_1(d_1(Z(2U_{DEMC})))} \\
 &= \frac{C_N(2U_{DEMC})}{\eta_{FCAE}} \cdot \frac{f_2(d_1(Z(2U_{DEMC})))}{f_1(d_1(Z(2U_{DEMC})))} \quad (1-38)
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 C_{N,3}(d_3(Z(U_{DEMC}))) &= C_{N,1}(d_1(Z(3U_{DEMC}))) \frac{f_3(d_1(Z(3U_{DEMC})))}{f_1(d_1(Z(3U_{DEMC})))} \\
 &= \frac{C_N(3U_{DEMC})}{\eta_{FCAE}} \cdot \frac{f_3(d_1(Z(3U_{DEMC})))}{f_1(d_1(Z(3U_{DEMC})))} \quad (1-39)
 \end{aligned}$$

$$C_{N,1}(d_1(Z(U_{\text{DEMC}}))) = \frac{C_N(U_{\text{DEMC}})}{\eta_{\text{FCAE}}} - 2 \cdot C_{N,2}(d_2(Z(U_{\text{DEMC}}))) - 3 \cdot C_{N,3}(d_3(Z(U_{\text{DEMC}}))) \quad (1-40)$$

其中， $f_1(d_1(Z(2U_{\text{DEMC}})))$ 為 DEMC 設定兩倍於粒徑所對應電壓時，單一顆粒子帶單一價電荷的比例、 $f_2(d_1(Z(2U_{\text{DEMC}})))$ 為 DEMC 設定兩倍於粒徑所對應電壓時，單一顆粒子帶兩價電荷的比例、 $f_1(d_1(Z(3U_{\text{DEMC}})))$ 為 DEMC 設定三倍於粒徑所對應電壓時，單一顆粒子帶單一價電荷的比例、 $f_3(d_1(Z(3U_{\text{DEMC}})))$ 為 DEMC 設定三倍於粒徑所對應電壓時，單一顆粒子帶三價電荷的比例。

因此，總數量濃度 $C_N(Z)$ 、帶 p 價電荷的粒子數量濃度與總數量濃度的比例 $\phi_p(Z)$ 可以分別表示成式 35、式 36 與式 37。

$$C_N(Z) = \sum_{p=1}^3 C_{N,p}(d_p(Z)) \quad (1-41)$$

$$\phi_p(Z) = C_{N,p}(d_p(Z))/C_N(Z) \quad (1-42)$$

$$MCC = \sum_{p \geq 1} [\phi_p(Z) \cdot p] \quad (1-43)$$

假設多重電荷校正係數誤差為矩形分布，其所造成之相對標準不確定度 $u(MCC)/MCC$ 為：

$$\frac{u(MCC)}{MCC} = \frac{MCC - 1}{MCC \cdot \sqrt{3}} \quad (1-44)$$

量測過程為操作於相同粒徑、相同數量濃度的條件下，DEMC 電壓設定於粒徑所對應電壓，以每秒量測一次的頻率，連續量測 FCAE 粒子數量濃度 600 次。再將 DEMC 電壓設定為兩倍於粒徑所對應電壓，以每秒量測一次的頻率，連續量測 FCAE 粒子數量濃度 600 次。第三步，再將 DEMC 電壓設定為三倍於於粒徑所對應電壓，同樣以每秒量測一次的頻率，連續量測 FCAE 粒子數量濃度 600 次。最後，將個別電壓所量測到之 FCAE 數量濃度平均值，代入式 32 至式 38，即可得到多重電荷校正係數與其相對標準不確定度。如表 1-26 所示

表 1-26 $u(MCC)/MCC$

粒徑(nm)		50	100	200
一倍 電壓	電壓(V)	693.2	2453.1	3073.6
	對應粒徑值(nm)	50	100	200
	$C_N(U_{DEMC})/\eta_{FCAE}$ (cm ⁻³)	3318.9	9981.6	3182.6
二倍 電壓	電壓(V)	1386.4	4906.2	6147.2
	對應粒徑值(nm)	72.7	150.5	324.4
	$C_N(2U_{DEMC})/\eta_{FCAE}$ (cm ⁻³)	16.352	4.6058	4.9709
三倍 電壓	電壓(V)	2079.6	7359.3	9220.8
	對應粒徑值(nm)	91.1	194.6	440.8
	$C_N(3U_{DEMC})/\eta_{FCAE}$ (cm ⁻³)	4.6665	1.3229	2.7675
$C_{N,1}(d_1(Z))$ (cm ⁻³)		3316.1	9978.9	3175.2
$C_{N,2}(d_2(Z))$ (cm ⁻³)		1.4121	1.1852	2.5741
$C_{N,3}(d_3(Z))$ (cm ⁻³)		0.02552	0.09527	0.76703
$C_N(Z)$ (cm ⁻³)		3317.5	9980.2	3178.5
$\phi_1(Z)$		0.99957	0.99987	0.99895
$\phi_2(Z)$		4.26×10^{-4}	1.19×10^{-4}	8.10×10^{-4}
$\phi_3(Z)$		7.69×10^{-6}	9.55×10^{-6}	2.41×10^{-4}
MCC		1.0004	1.0001	1.0013
$u(MCC)/MCC$		2.55×10^{-4}	7.96×10^{-5}	7.45×10^{-4}
自由度		599		

綜合以上所述， η_{CPC} 的相對組合標準不確定度可表示為：

$$\begin{aligned}
 \left[\frac{u_c(\eta_{CPC})}{\eta_{CPC}} \right]^2 &= \left[\frac{u(\eta_{rep})}{\eta_{rep}} \right]^2 + \left[\frac{u(e)}{e} \right]^2 + \left[\frac{u(Q_{FCAE})}{Q_{FCAE}} \right]^2 + \left[\frac{u(\eta_{FC})}{\eta_{FC}} \right]^2 \\
 &\quad + \left[\frac{u(b_{tr})}{b_{tr}} \right]^2 + \left[\frac{u(\beta)}{\beta} \right]^2 + \left[\frac{u(MCC)}{MCC} \right]^2
 \end{aligned}
 \tag{1-45}$$

將 50 nm 之 3200 cm⁻³；100 nm 之 1000 cm⁻³、3200 cm⁻³、10000 cm⁻³；200 nm 之 3200 cm⁻³ 的各誤差源、相對組合標準不確定度分項、以及自由度等彙整如表 1-27 至表 1-31，並計算其相對組合標準不確定度分別為 1.13 %、1.11 %、1.16 %、1.13 % 以及 1.17 %。

表 1-27 粒徑 50 nm，標稱濃度 3200 cm⁻³ 之相對不確定度分析表

不確定度源 (x_i)	變異範圍	TY PE	機率 分配	除數	相對標準 不確定度 $\frac{u(x_i)}{x_i}$	自由度 $\nu(x_i)$
效率重複性, $u(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	1.20×10^{-3}	A	常態		1.20×10^{-3}	9
基本電荷, $u(e)/e$	2.20×10^{-8}	B			2.20×10^{-8}	∞
FCAE 氣體流量, $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$					9.62×10^{-4}	121
流量計	9.60×10^{-4}	B				120
壓力計 ch1	3.08×10^{-5}	B				157
壓力計 ch2	3.10×10^{-5}	B				157
溫度計 ch1	4.41×10^{-5}	B				60
FCAE 偵測效率, $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$	1.98×10^{-3}	A	矩形	$\sqrt{3}$	1.14×10^{-3}	599
電流計追溯, $u(b_{tr})/b_{tr}$	1.10×10^{-2}	B			1.10×10^{-2}	60
氣流偏差因子, $u(\beta)/\beta$	1.75×10^{-3}	A	常態		1.75×10^{-3}	9
多重電荷校正係數, $u(MCC)/MCC$	4.41×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	2.55×10^{-4}	599
CPC 效率量測值, η_{CPC}	98.24 %					
相對組合標準不確定度, u_{rc}	1.13 %					
有效自由度, ν_{eff}	67					
涵蓋因子, k	2.0					
相對擴充不確定度, U_r	2.3 %					

表 1-28 粒徑 100 nm，標稱濃度 1000 cm⁻³ 之相對不確定度分析表

不確定度源 (x_i)	變異範圍	TY PE	機率 分配	除數	相對標準 不確定度 $\left \frac{u(x_i)}{x_i} \right $	自由度 $\nu(x_i)$
效率重複性, $u(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	1.07×10^{-3}	A	常態		1.07×10^{-3}	9
基本電荷, $u(e)/e$	2.20×10^{-8}	B			2.20×10^{-8}	∞
FCAE 氣體流量, $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$					9.62×10^{-4}	121
流量計	9.60×10^{-4}	B				120
壓力計 ch1	3.08×10^{-5}	B				157
壓力計 ch2	3.10×10^{-5}	B				157
溫度計 ch1	4.41×10^{-5}	B				60
FCAE 偵測效率, $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$	8.75×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	5.05×10^{-4}	599
電流計追溯, $u(b_{tr})/b_{tr}$	1.10×10^{-2}	B			1.10×10^{-2}	60
氣流偏差因子, $u(\beta)/\beta$	6.79×10^{-4}	A	常態		6.79×10^{-4}	9
多重電荷校正係數, $u(MCC)/MCC$	1.38×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	7.96×10^{-5}	599
CPC 效率量測值, η_{CPC}	96.93 %					
相對組合標準不確定度, u_{rc}	1.11 %					
有效自由度, ν_{eff}	63					
涵蓋因子, k	2.0					
相對擴充不確定度, U_r	2.2 %					

表 1-29 粒徑 100 nm，標稱濃度 3200 cm⁻³ 之相對不確定度分析表

不確定度源 (x_i)	變異範圍	TY PE	機率 分配	除數	相對標準 不確定度 $\left \frac{u(x_i)}{x_i} \right $	自由度 $\nu(x_i)$
效率重複性, $u(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	3.53×10^{-3}	A	常態		3.53×10^{-3}	9
基本電荷, $u(e)/e$	2.20×10^{-8}	B			2.20×10^{-8}	∞
FCAE 氣體流量, $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$					9.62×10^{-4}	121
流量計	9.60×10^{-4}	B				120
壓力計 ch1	3.08×10^{-5}	B				157
壓力計 ch2	3.10×10^{-5}	B				157
溫度計 ch1	4.41×10^{-5}	B				60
FCAE 偵測效率, $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$	8.75×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	5.05×10^{-4}	599
電流計追溯, $u(b_{tr})/b_{tr}$	1.10×10^{-2}	B			1.10×10^{-2}	60
氣流偏差因子, $u(\beta)/\beta$	6.79×10^{-4}	A	常態		6.79×10^{-4}	9
多重電荷校正係數, $u(MCC)/MCC$	1.38×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	7.96×10^{-5}	599
CPC 效率量測值, η_{CPC}	98.47 %					
相對組合標準不確定度, u_{rc}	1.16 %					
有效自由度, ν_{eff}	70					
涵蓋因子, k	2.0					
相對擴充不確定度, U_r	2.4 %					

表 1-30 粒徑 100 nm，標稱濃度 10000 cm⁻³ 之相對不確定度分析表

不確定度源 (x_i)	變異範圍	TY PE	機率 分配	除數	相對標準 不確定度 $\left \frac{u(x_i)}{x_i} \right $	自由度 $\nu(x_i)$
效率重複性, $u(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	1.98×10^{-3}	A	常態		1.98×10^{-3}	9
基本電荷, $u(e)/e$	2.20×10^{-8}	B			2.20×10^{-8}	∞
FCAE 氣體流量, $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$					9.62×10^{-4}	121
流量計	9.60×10^{-4}	B				120
壓力計 ch1	3.08×10^{-5}	B				157
壓力計 ch2	3.10×10^{-5}	B				157
溫度計 ch1	4.41×10^{-5}	B				60
FCAE 偵測效率, $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$	8.75×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	5.05×10^{-4}	599
電流計追溯, $u(b_{tr})/b_{tr}$	1.10×10^{-2}	B			1.10×10^{-2}	60
氣流偏差因子, $u(\beta)/\beta$	6.79×10^{-4}	A	常態		6.79×10^{-4}	9
多重電荷校正係數, $u(MCC)/MCC$	1.38×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	7.96×10^{-5}	599
CPC 效率量測值, η_{CPC}	98.02 %					
相對組合標準不確定度, u_{rc}	1.13 %					
有效自由度, ν_{eff}	65					
涵蓋因子, k	2.0					
相對擴充不確定度, U_r	2.3 %					

表 1-31 粒徑 200 nm，標稱濃度 3200 cm⁻³ 之相對不確定度分析表

不確定度源 (x_i)	變異範圍	TY PE	機率 分配	除數	相對標準 不確定度 $\left \frac{u(x_i)}{x_i} \right $	自由度 $\nu(x_i)$
效率重複性, $u(\eta_{rep})/\eta_{rep}$	3.85×10^{-3}	A	常態		3.85×10^{-3}	9
基本電荷, $u(e)/e$	2.20×10^{-8}	B			2.20×10^{-8}	∞
FCAE 氣體流量, $u(Q_{FCAE})/Q_{FCAE}$					9.62×10^{-4}	121
流量計	9.60×10^{-4}	B				120
壓力計 ch1	3.08×10^{-5}	B				157
壓力計 ch2	3.10×10^{-5}	B				157
溫度計 ch1	4.41×10^{-5}	B				60
FCAE 偵測效率, $u(\eta_{FC})/\eta_{FC}$	5.10×10^{-4}	A	矩形	$\sqrt{3}$	2.94×10^{-4}	599
電流計追溯, $u(b_{tr})/b_{tr}$	1.10×10^{-2}	B			1.10×10^{-2}	60
氣流偏差因子, $u(\beta)/\beta$	1.39×10^{-3}	A	常態		1.39×10^{-3}	9
多重電荷校正係數, $u(MCC)/MCC$	1.29×10^{-3}	A	矩形	$\sqrt{3}$	7.45×10^{-4}	599
CPC 效率量測值, η_{CPC}	98.16 %					
相對組合標準不確定度, u_{rc}	1.17 %					
有效自由度, ν_{eff}	71					
涵蓋因子, k	2.0					
相對擴充不確定度, U_r	2.4 %					

(三) 完成力量量測範圍(1 to 100) μN 之力量量測不確定度評估及 AFM 探針剛性量測內部比對實驗。

FY101 之主要工作為完成參與未來微力國際比對之前期準備工作，主要之工作項目可分三項。

(i) 提升力量量測之解析度，目標力量量測解析度 5 nN。

改良之整體架構如圖 1-25 所示。完成之改良項目有(a) 鍍金電容及板與多極板配置：完成如圖 1-26 之五組電容極板，可偵測懸吊之中間電極在五個自由度之運動。為了降低靜電力與鉛錘方向施力之間的餘角誤差及阿貝誤差所引起之靜電力補償不確定度，中間電極必須儘可能的調整為水平，而圖 1-25 中額外配置之外圍電極，可用來偵測中間電極之水平狀態(兩個角度之位移訊號)，並做為中間電極水平調整之參考依據。(b) 測力之鈹銅撓性結構：完成如圖 1-27 之新型撓性結構，並新增質量平衡機制，

以平衡受力電極、反射鏡面、法碼承載掛鉤與 AFM Cantilever load-Button 之質量，新型撓性結構之剛性由先前之 18.3 N/m 降低為 13.08 N/m，提升測力解析度及靈敏度。

(c) 降低電路雜訊：改良電容式位移偵測電路，在電感電橋兩側加入高穩定度之玻璃可變電容，以補償導線中之電容差異。使用低雜訊之高壓放大器，作為靜電力驅動之電壓源，降低電容施力之電壓起伏雜訊。

(d) 降低電容極板之間之補丁效應[1-10, 1-11]：所有導電之部份包含撓性結構、電極板與極板之接地外罩(Grounding guard)將鍍以金，降低極板中不同區域與極板間之表面電位差，藉以降低因表面電位不同的漂移效應。

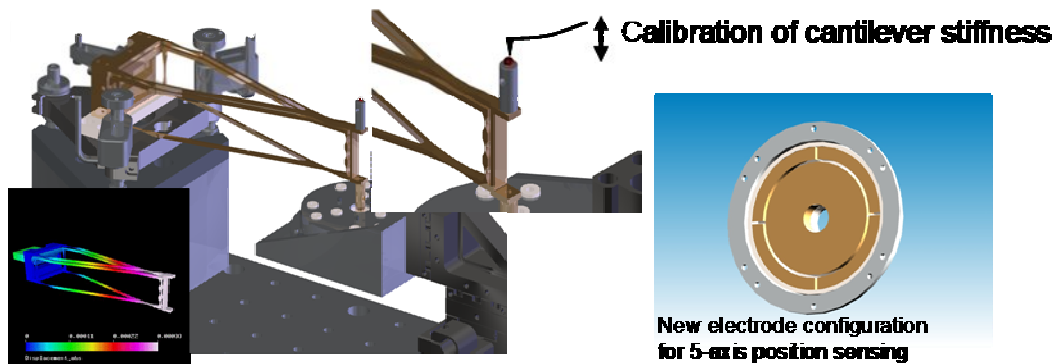


圖 1-25 降低雜訊之改良方案



圖 1-26 降低雜訊之改良方案

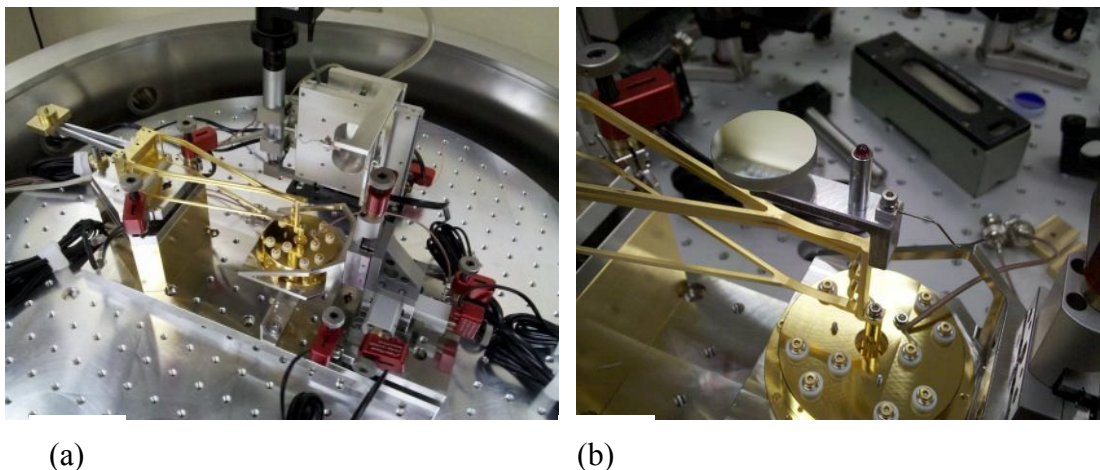


圖 1-27 靜電偵測與致動力量量測系統: (a)整體架構, 包含平衡型撓性平台與三電極鍍金電容, 不包含電路與回饋控制系統。(b)法碼承載掛鉤, AFM Cantilever load-button (Ruby Sphere) 與測長光學干涉儀反射鏡面。

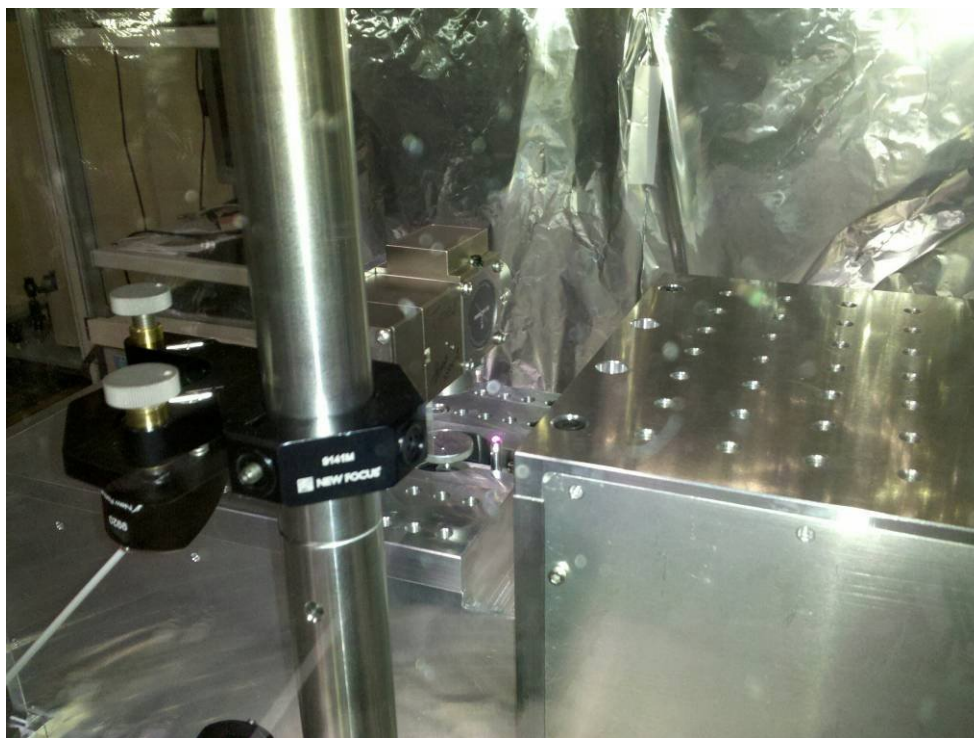


圖 1-28 靜電偵測與致動力量量測系統, 含靜電力屏蔽外罩與三軸光學干涉儀。

(ii) 完成力量量測不確定度評估

此系統之力量量測方法為力平衡法, 圖 1-29 為控制方塊圖。待測力 f_m 施加於測力撓性平台並造成其形變, 此形變量由差動電容偵測法測得並由數位控制器所擷取, 數位控制器產生相對應之控制電壓施加於相對應之電極以產生補償靜電力 f_e , 並使撓性平台形變維持在零, 如此可確保補償靜電力與待測力大小相等且方向相反。

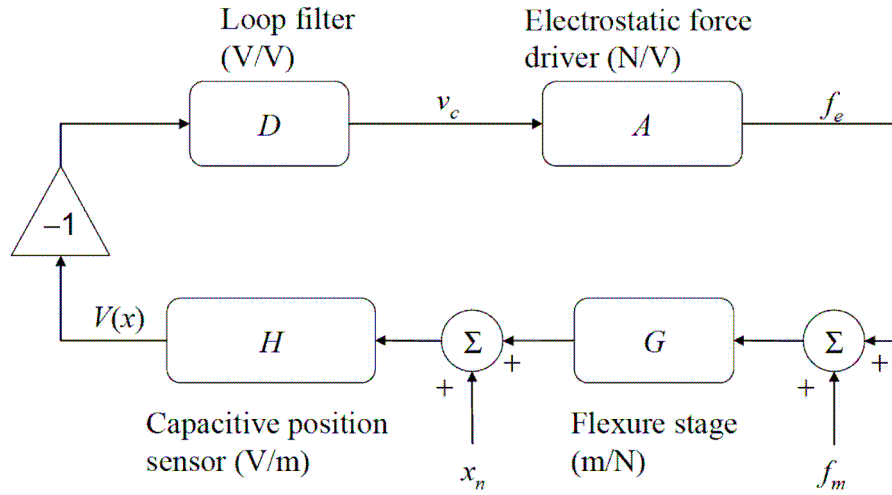


圖 1-29 零形變控制方塊圖。

以平行極板電容為模型，經推導後補償靜電力可寫為下列之型式：

$$\Delta f_{edc} = S_0 A_0^2 V_b \Delta v_c + S_0 A_0^2 \left(\frac{a}{2} + b \right) \Delta v_c^2 + S_0 v_{std}^2 \quad (1-46)$$

其中 S_0 為平均電容梯度， A_0 為高壓放大器之平均放大率， V_b 為偏壓(常數)， Δv_c 為控制電壓， a 與 b 分別為電壓放大率與電極間距間之不匹配參數， v_{std} 為電極表面電壓隨時間之變化量(temporal variation)。我們完成了上述各項參數之量測與評估，並計算出補償靜電力 Δf_{edc} 之量測不確定度為

$$u_c(\Delta f_{edc}) = \sqrt{(3.2 \cdot 10^{-9})^2 + (6.8 \cdot 10^{-10} \Delta v_c^2)^2 + (1.4 \cdot 10^{-4} \Delta f_{edc})^2} \quad (1-47)$$

$$\cong \sqrt{(3.2 \cdot 10^{-9})^2 + (0.73 \Delta f_{edc}^2)^2 + (1.4 \cdot 10^{-4} \Delta f_{edc})^2}$$

各參數之貢獻與評估結果列於表 1-32。

表 1-32 補償靜電力量測不確定度評估結果

Component (y)	Uncertainty $u(y)$				Sensitivity Coefficient $c_i = \frac{\partial f_e}{\partial y}$	Contribution to $u(f_e)$ $\sqrt{c_i^2 u(y)^2}$ (N)
	Source	Distribution	Standard Uncertainty	Combined Standard Uncertainty $u(y)$		
S_0	Repeatability	Normal	$4 \cdot 10^{-12}$ F/m	$4 \cdot 10^{-12}$ F/m	$\frac{\Delta f_{edc}}{S_0}$	$1.4 \cdot 10^{-4} \Delta f_{edc}$
B	Repeatability	Normal	0.0001	0.0001	$2S_0 A_0^2 v_{c0} \Delta v_c$ $+ S_0 A_0^2 \Delta v_c^2$	$6.1 \cdot 10^{-11} (\Delta v_c$ $+ 10 \Delta v_c^2)$ $\cong 6.1 \cdot 10^{-10} \Delta v_c^2$
A	Repeatability	Rect.		0.0001	$S_0 A_0^2 v_{c0} \Delta v_c$ $+ 0.5 S_0 A_0^2 \Delta v_c^2$	$3 \cdot 10^{-11} (\Delta v_c$ $+ 10 \Delta v_c^2)$ $\cong 3 \cdot 10^{-10} \Delta v_c^2$
Δv_c	± 10 V 16-bit DAC Resolution	Rect.	0.087 mV	0.087 mV	$S_0 A_0^2 V_b +$ $2S_0 A_0^2 \left(\frac{a}{2} + b \right) \Delta v_c$	$(2.7 + 9 \cdot 10^{-5} \Delta v_c)$ $\cdot 10^{-9}$ $\cong 2.7 \cdot 10^{-9}$
v_{c0}	Low frequency dc drift	Rect.	29 mV	29 mV	$S_0 A_0^2 (a + 2b) \Delta v_c$	$7.9 \cdot 10^{-11} \Delta v_c$
v_{std}	Surface potential	Rect.	0.17 V	0.17 V	$2S_0 v_s$	1.7×10^{-9}
	HV amp DC offset noise	Rect.	2.9 mV			

在力平衡控制模式中，補償靜電力還需加上位移雜訊 x_n 之影響，此位移雜訊主要由地表震動雜訊貢獻，由控制方塊圖我們可得待測力 f_m 與補償靜電力 Δf_{edc} 之關係為

$$f_m = -\Delta f_{edc} - kx_{nt} \quad (1-48)$$

其中 x_{nt} 為位移雜訊隨時間之變化量(temporal variation)，從 8 小時之觀測數據與 300 秒之單次量測時間，我們測得 x_{nt} 之標準差為 0.33 nm，所以此項所貢獻之力量量測不確定度為 4.3 nN ($k = 13$ N/m)。綜合上述，則待測力量測值之量測不確定度列於表 1-33。

表 1-33 待測力量測值之量測不確定度評估結果

Source uncertainty	Standard uncertainty (N)
Capacitance gradient S_0	$1.4 \cdot 10^{-4} \Delta f_{edc}$
16-bit DAC resolution	$1.0 \cdot 10^{-9}$
Surface potential v_{std}	$1.8 \cdot 10^{-9}$
Displacement noise x_{nt}	$4.3 \cdot 10^{-9}$
Combined standard uncertainty: $u(f_m) = \sqrt{(4.8 \cdot 10^{-9})^2 + (1.4 \cdot 10^{-4} \Delta f_{edc})^2} \text{ N}$	

(iii) 完成 AFM 探針剛性量測內部比對實驗

目前國際標準組織 ISO 在微力標準化之相關活動，為探針之正向力常數量測(Surface chemical analysis — Scanning-probe microscopy – Determination of cantilever normal spring constants) [1-12]，負責之工作小組為 ISO TC 201/SC9/WG5，目前之狀態為 ” Under development ”。而現階段之微力國際比對重點，主要也是因應上述未來標準之制定而架構在微懸臂樑之力常數量測上[1-13]。為了 FY102 微力國際比對之舉辦，今年本計劃也完成將以此靜電力平衡微力機構量測微懸臂樑力常數之工作，並與前期奈米計畫中所發展之微量天平式探針剛性量測機構，進行探針剛性比對實驗。圖 1-30 為待測之 AFM Cantilever，以及探針固定方法與按壓示意圖，圖 1-31 為實體裝置之照片。量測過程由於缺少整合之光學放大鏡(OM)輔助，使得探針在對準紅寶石壓頭之過程中，須觀察補償靜電力之訊號變化，若有明顯之漂移，則表示探針針尖出現打滑現象，則須以簡易式 OM 觀察探針位置並以二軸平台調整之。圖 1-32 為探針剛性量測結果，1-32(a)為補償靜電力之量測結果，1-32(b)為天平量測結果，測得之探針剛性分別為 4.50 N/m 與 4.57 N/m，兩者結果一致。

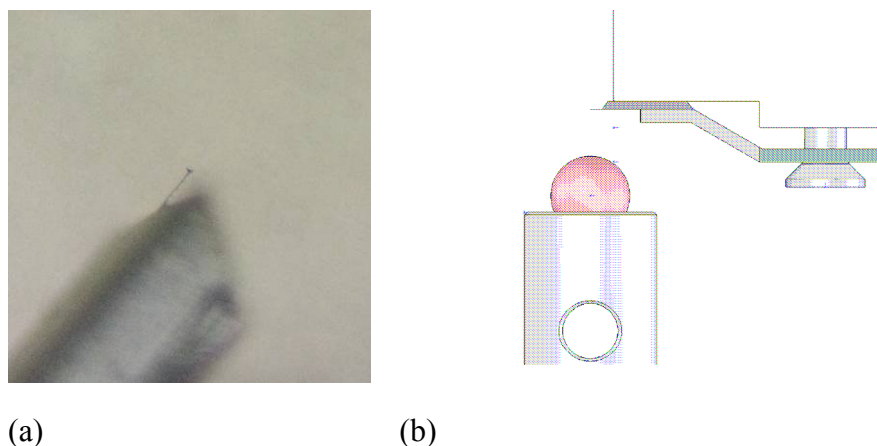


圖 1-30 AFM Cantilever 剛性量測 (a)待測探針放大照片 (2)探針固定座與按壓示意圖

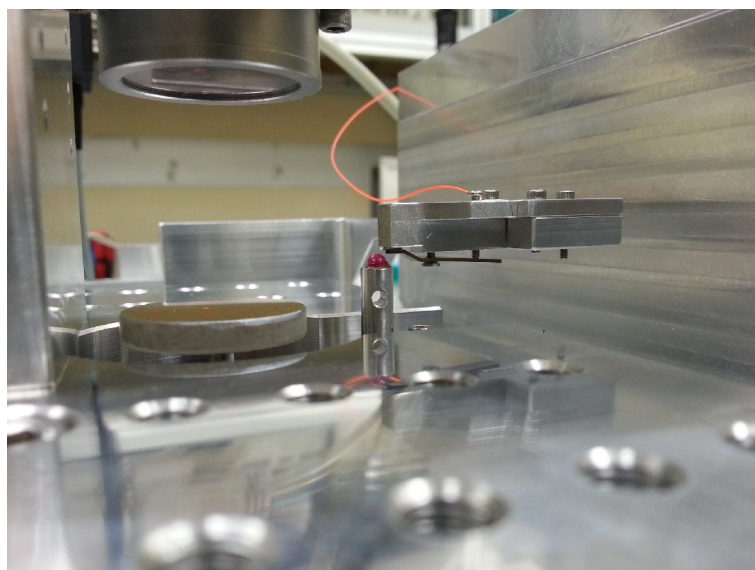
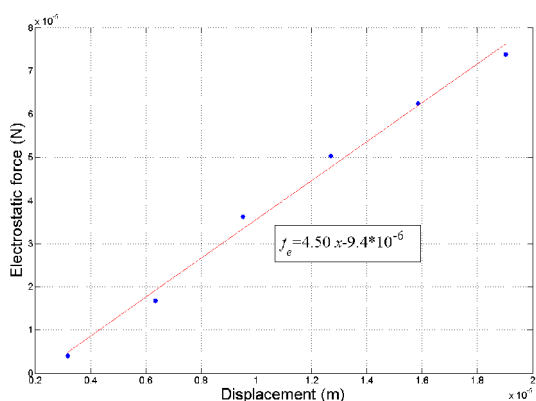
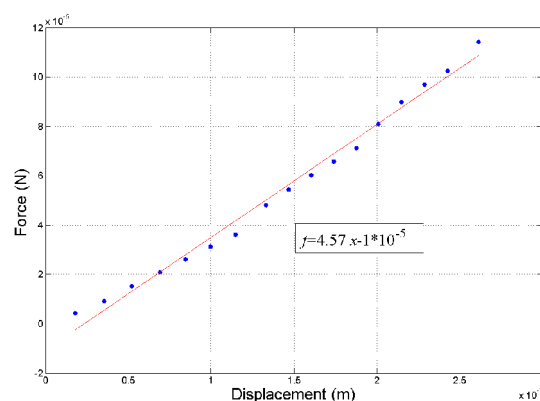


圖 1-31 AFM Cantilever 剛性量測: 探針固定座與按壓實驗照片



(a)



(b)

圖 1-32 探針剛性量測: (a)靜電偵測與致動力量量測系統所得之量測結果(b)天平量測結果。

【技術創新】

(一)奈米粒子參考物質建立及驗證方法：Ag，20 nm-30 nm 以下，CV 小於 10%。

為因應國內產業和研究所需，計畫以奈米銀做為參考物質，成為世界奈米銀標準物質的先驅之一。然而奈米銀由於穩定度相較其他材料，如聚苯乙稀、奈米金或二氧化矽等粒子，相對較低。溫度的變化、溶劑化學性的變化以及本身的保存時間等，都面臨很大的考驗，也是評估的工作重點。FY101 依據 ISO Guide 34 建立參考物質品質系統，實施與維持適當之品質系統，其包系統，規劃，量測程序，製造方法與存放管理，等必要內容建立文件，以確保 (assure) 其所生產之參考物質的品質。在整體過程特別著重長期穩

定性的量測，期望監控奈米銀的穩定性到達商業上合理的範圍。

(二) 濃度校正系統建立 ($(10^{-3}$ 至 $10^{-4}) \text{ cm}^{-3} \pm (5\% \sim 10\%)$)。

OPC 及 CPC 都具有單粒子計數功能，然而與其光學設計、儀器結構，此類儀器無法進行計量追溯，唯有透過帶電荷的氣膠粒子進行計量追溯。雖然此法並非獨創，然而研究過程中為了進行電流計之追溯，所設計之探針搭配電流之追溯都是自行設計組裝。未來也期望進行更低濃度之研究，突破目前電流量測極限的限制。

(三) 完成力量量測範圍(1 to 100) μN 之力量量測不確定度評估及 AFM 探針剛性量測內部比對實驗。

【突破之瓶頸】

(一) 奈米粒子參考物質建立及驗證方法

作為標準參考物質，均一性是一個重要的指標之一。本研究先將同一批製程所產生的樣品分裝成數小瓶如圖 1-33，並從中隨機抽出 7 瓶進行測試。最後，每一瓶進行短期重複量測六次，共有七瓶之量測結果，包括每一瓶的編號、量測平均值、標準差與量測次數等。為了分析樣品的均勻度，本研究採用變異數分析法(Analysis of Variance, ANOVA)，對量測數據進行分析與比較，瞭解瓶與瓶(Between bottles)或瓶內(within bottles)的差異。計算結果如表 1-34、1-35 與 1-36 所示，其中，SS 分別為瓶內與瓶間的平方合(Sum of Squares)，DF 為兩者之自由度(Degree of Freedom)，MS 則表示瓶內(MS_{Bottle})與瓶間(MS_{within})平均標準差(Mean Square)。在 95 %信賴水準下，P 值計算結果大於 0.05，表示 ANOVA 分析顯示沒有顯著之差異，此樣本均勻性良好。表 1-34 到 1-36 為樣本以動態光散射法進行之量測，並以 ANOVA 分析其均一性之結果。

表 1-34 以 ANOVA 分析奈米銀粒子(CMS-S20C)均勻度

Source of variation	SS	DF	MS	F	P>F
Between Bottles	7.2	6	1.78	0.99	0.44
Within bottles	42.2	35	1.29		
Total	49.4	41			

表 1-35 以 ANOVA 分析奈米銀粒子(CMS-S60C)均勻度

Source of variation	SS	DF	MS	F	P>F
Between Bottles	25.55	6	4.25	1.96	0.097
Within bottles	75.88	35	2.16		
Total	101.43	41			

表 1-36 以 ANOVA 分析奈米銀粒子(CMS-S70C)均勻度

Source of variation	SS	DF	MS	F	P>F
Between Bottles	33.8	6	5.64	2.06	0.083
Within bottles	95.82	35	2.73		
Total	129.67	41			

(二) 濃度校正系統建立

上述不確定度分析結果可以發現，電流計本身是不確定度最大的來源。為了研究這部份的影響，計畫設計了一個特殊的探針如圖 1-34，主要是在 FCAE 連接氣流的入口接上，詳見圖 1-35 所示，此裝置可使電流可以直接從法拉第杯的杯底輸入。這設計除去了從電路板接線的缺點，克服了阻抗匹配與雜訊等問題，使電流的校正更加精確與穩定。計畫並設計以標準電壓與標準電阻等，設計一個模組，可產生標準電流，再和儀器中的電流計做比較。其中量測四個點以瞭解此電流計的線性度，分別是+1 pA、-1 pA、+0.5 pA、-0.5 pA，將量測值與實際值作圖，最後利用線性擬合，求出線性度 b 的不確定度。最後，由於電流計本身在擷取電流數據的過程，會有零點漂移與雜訊的問題，本計畫設計了一個量測程序，藉由 DMA 電壓開關的切換，控制氣膠的通過與否，取得相對電流的變化值，克服長時間漂移所產生的不確定度與誤差等問題，如圖 1-36。

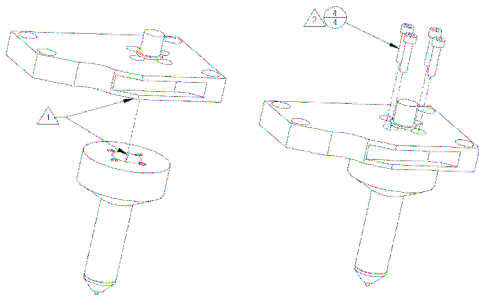


圖 1-34 電流探針設計圖



圖 1-35 FCAE 連接氣流的入口輸入標準電流源

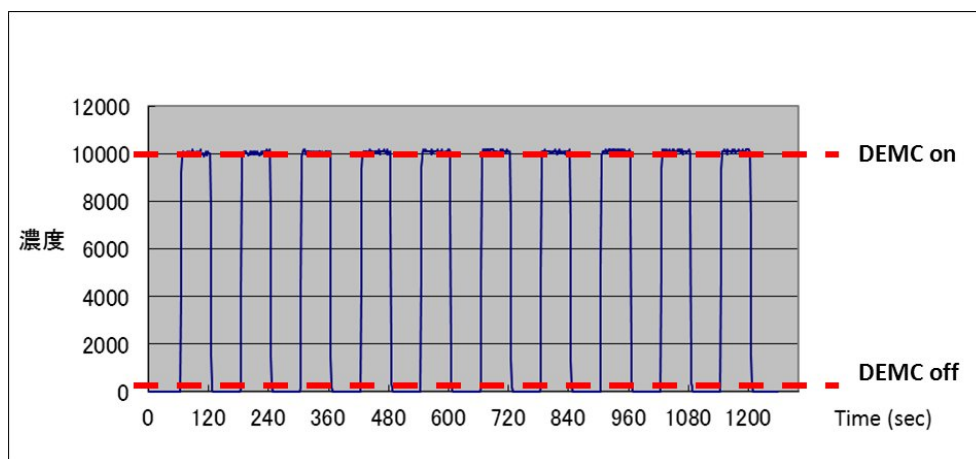


圖 1-36 DMA 電壓開關的切換，氣膠的電流計的量測值。

(三) 奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

本年度完成了許多系統改良之工作，包含更新舊有鋁製撓性平台為新型、具 Counter weight 平衡之 Cu-Be 撓性平台，平台剛性由原先之 18.3 N/m 降低至 13.08 N/m；鍍金電極可增進電極表面電壓之穩定性，降低補償靜電力之擾動。系統改善後，靜電力本身之不確定度已由先前之 10 奈牛頓，下降至 5 奈牛頓之下。

【待改善之處】

(一) 奈米粒子參考物質建立及驗證方法

無論是從商業的角度或者以法規的制定角度來看，奈米粒子相關的量測標準與檢測規範，是作為奈米科技產業以及奈米市場發展的重要關鍵。加上安全衛生與環保議題逐漸成為焦點，奈米粒子參考物質是作為奈米產業供應鏈的基礎與相關法則與規範訂定的重要依據。本研究為了發展奈米銀粒子參考物質，比較各種製作方法和採用適當的量測方式進行評估。初步觀察本研究目前所採用的製程方法，奈米粒子形貌及奈米粒子的粒徑與特性等均非常良好。例如，以 SEM 觀察其外貌接近圓形且分散良好，動態光射法進行粒徑分析，也顯示樣本具有不錯的均勻性。最後，分析溶液酸鹼度與樣本成分與濃度等資料。其他參考物質的評估與驗證等相關後續工作，將依據 ISO Guid 34 的建議，進行包括不同量測方法或儀器(如原子力顯微鏡或微分電移動度)的評估與比較，不同實驗室間的比對，還有長期穩定性與短期穩定性的測試工作等。最後，本研究之奈米銀粒子，將會與其他單位進行合作，測試奈米銀粒子的毒性，以及添加其他仿生物質等可能的變化等進行評估。可望推出奈米銀粒子參考物質，供應產官學研等各界等之需要。

(二) 濃度校正系統建立

本計畫以凝核計數器配合粒子霧化、稀釋、電荷中和、流量控制、以及 DMA 篩選等技術發展出計數器校正技術。由於氣膠粒徑分布中，包括了一次粒徑與二次粒徑。

二次粒徑可能為兩顆或三顆粒子的團聚，此部份會造成分布往右偏移(變大)，或者是帶二次電子，而這部份則會使分布往左偏移(變小)。因此，本計劃便須利用實驗與理論計算比較後，找出適當的修正公式，得到更精確的偵測效率。另外，計劃於 FY102 將設計更低濃度的系統並進行不確定評估，包括上述提及的二次粒徑與不同帶電荷數所產生的不確定度與電流計的漂移等不確定度源，以滿足一般更多計數器的校正需要。

(三)奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

主要待改善之處為 AFM Cantilever 與紅寶石壓頭之間之對準程序，粗調對準由手動與肉眼觀察之配合來完成，光學放大鏡並沒有整合至量測系統中；目前對於對準程度只能仰賴補償靜電力之訊號來判定，並僅能得知探針是否有在表面打滑，但無法判定 AFM 探針之接觸點，若偏離紅寶石壓頭中心過大，則有可能造成量測之偏差。

【後續工作構想及重點】

(一) 奈米粒子參考物質建立及驗證方法：

根據 OECD((Organisation for Economic Co-operation and Development))與 ISO 的規定，參考物質使用，應確保其數值可以追溯到由國家量測標準機構所維持的基本量測單位。然而國內目前仍缺乏參考物質可以直接追溯到 NML，國內產業界或研究機構所使用之標準粒子絕大多數皆從國外廠商直接購買，並且也缺少驗證參考物質的管理系統。有鑑於此，NML 將建立絕對式的粒子校正系統，建立完整的追溯體系，連結到驗證單位、學術機構以及產業界等。就長遠的發展來看，隨著奈米粒子的應用以及產品快速成長下，對於奈米標準粒子的需求及量測，將扮演產品驗證重要的關鍵角色，研發標準粒子將是目前國內奈米產業發展過中，重要的任務之一。NML 肩負著維持國家最高的原級度量衡標準，及奈米粒子大量使用於傳產、生醫及能源，故驗證參考物質的開發亦相形重要，FY101 遵循 ISO Guide 34 製作參考物質的規範進行奈米銀的驗證工作，另外，生產過程所需之物品、材料及貯存狀況均需依 ISO Guide 34[1-12]進行製程評估及驗證，檢視其穩定度、有效期分析與純度分析等，後續重點將持續進行長期穩定性的觀察，以確認樣品的使用期限，預設使用期限能達到 2 年以上。

(二) 濃度校正系統建立 (10^{-3} 至 10^{-4}) $\text{cm}^{-3} \pm (5\% \sim 10\%)$)

本計畫於 FY100 進行奈米粒子濃度量測系統設計與奈米粒技術理論分析，建立粒子濃度量測系統，將進行流量計與電壓的不確定評估，以及二次粒徑與不同帶電荷數所產生的不確定度等，於 FY101 完成奈米粒子濃度量測系統評估與系統查驗工作。無論是半導體、面板等電子產業，對污染物控制的目標鎖定在預防損失、提升良率、降低成本及製程控制等。例如晶圓代工廠，對於元件尺寸持續微小化及對於降低成本及節能的要求日益提高，有效的污染物監控得以在降低成本時，不影響到產線及生產環境。微粒監控在半導體廠一直是污染物控制很重要的一部分。半導體晶圓代工廠內的工作環境通常包括中央控制的潔淨室及為生產機台準備的微環境(minienvironments)，

如此可提供良好的環境隔離，避免污染物進入晶圓加工區。嚴格控制這些環境的潔淨度以確保污染物不會影響製程的良率及產能。大部分的晶圓廠是依據 ISO 14644-1 標準定期檢查環境的潔淨度，此外，現在的半導體製造廠通常會使用中央微粒監控系統來檢測晶圓製程設備環境的微粒等級。一般來說，這些系統包括分佈於不同區域的遠端微粒計數器，進行同步且即時的微粒監測，或是以一個微粒計數器，藉由對不同區域抽氣取樣進行順序抽樣(sequentially sampling)。依欲監控環境的潔淨程度來選擇適合的微粒計數器。另一可能影響半導體元件的微粒污染源是在半導體製造製程序中使用的**大宗氣體(bulk gases)**。因此許多先進的晶圓廠對重要的高壓氣體進行線上微粒監控。為量測高壓氣體中的微粒，需特別設計得以量測高壓的微粒計數器，或是以一般大氣下微粒計數器搭配高壓擴散器(diffusers)來量測。因此，空氣微粒的計數器或量測儀器，其校正需求是非常可觀的，而他所影響的產值有不是短時間可以估算。後續將進行系統擴充的研究，將系統能量往更大的粒徑範圍(200 nm~1000 nm)以及更低濃度(1000 cm^{-3})得方向進行開發與研究。

(三)奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

後續將整合一組光學放大鏡與 CCD 攝影機至系統內，以利於 AFM Cantilever 與紅寶石壓頭間之對準工作。此外，未來也將研究其他非 Cantilever type 形式之微力感測器，並評估其作為傳遞標準件之可能性，以及其在 AFM Cantilever 剛性量測應用之可行性。FY102 將舉辦微力國際比對，確保微力量測能力之國際等同。

二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

【年度目標】

(一) 薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術建立：

晶格階高(Lattice step-height)量測技術建立(階高為 0.3 nm~ 100 nm)。

線寬量測系統量測不確定度評估與驗證，量測範圍 50 nm 到 1 μm，量測不確定度 $0.06 \times W + 2 \text{ nm}$ (W:線寬)

(二) 薄膜表面特徵量測標準技術建立：

多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置(mass flow system) (流量大小為 20000 sccm N₂)。

多孔性材料薄膜之孔徑量測研究(主要孔徑大小為 2 nm)。

(三) 奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立：

薄膜拉伸量測技術：進行薄膜破壞韌性量測研究，膜厚 300 nm 至 500 nm。

【本年度成果】

(一) 薄膜結構參數量測標準及參數量測標準及參考物質量測技術建立

本年度已經建立線寬量測技術，並進行量測方程式、主要不確定度源與最佳量測能力分析，適用範圍為 50 nm 至 1000 nm 之線寬標準片，其校正方法係先以原子力顯微鏡擷取放置於固定角度傾斜台之線寬標準片圖像，接著將標準片取起並旋轉 180 度後再重置於傾斜台及擷取另一張圖像。藉由高精度之三維影像疊合軟體，使兩個具有部分重疊形貌的三維圖像能獲最佳精度的影像縫合以避免探針針形干涉現象，進而量測得到線寬值。

本量測技術經過評估後，其擴充不確定度表示如下，其中取 95 %的信賴水準，涵蓋因子為 2.14。

$$U = 2.14 \left[1.672 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}} \right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L \right)^2 + X_2^2 \right]^{1/2}$$

其中

X₁：線寬量測重複性

X₂：影像疊合誤差之標準不確定度

L：線寬

(二) 薄膜表面特徵量測標準技術建立

本年度已整合氣體流量設備與現有 XRR 量測技術，規劃並建立 X-ray porosimetry 量測技術，整體架構包括：主要的 XRR Goniometer (X 光源管 (X-ray Tube)、高精度測角器 (High Resolution Goniometer)、光束平行準直器 (Parallel Plate Collimator) 與偵測器 (Detector)) 與現有的快速退火裝置 (Domed Hot Stage for Four-Circle Goniometers : DHS 1100, Anton Paar)、組裝的氣體流量設備(MFC, 總流量為 1,000 sccm)、外接 GN₂ 氣體做 Carrier Gas、密閉式且具有 Kapton-window 之 chamber (減少

對 X-ray 吸收)、真空乾式 pump 及可監測氣體線性比例的光譜儀。

本年度亦完成一低介電(Low dielectric constant, Low-k)多孔性材料薄膜的孔隙率(Porosity, %)及孔徑尺寸分佈(Pore size distribution, 主要直徑尺寸約 1.3 nm)分析研究。藉由氣體吸附/脫附的物理現象, NIST 查核片#1 的實驗結果 (reflectivity curve) 顯示試片至 30% 甲苯即飽和, 孔隙率約為 38% ~ 40%; 高斯函數的分佈結果, pore size 主峰在 1.2~ 1.3 nm (diameter); 將氣體吸附與脫附實驗結果比較, 則無明顯遲滯現象(Hysteresis loop), 表示試片內為獨立奈米孔隙分佈。

(三) 奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立

本計畫中擬利用奈米拉伸量測系統進行厚度 500 nm(含)以下的薄膜破壞韌性拉伸試驗, 並透過線性彈性破壞力學理論分析其破壞韌性。試片製作將採用半導體黃光微影製程, 藉由光罩製作定義裂縫的形狀與大小, 試片幾何尺寸亦可藉此定義。透過設計不同幾何尺寸比例與裂縫大小來滿足平面應力薄膜的破壞韌性量測, 以計算出薄膜破壞韌性, 研究的設計資料將可作為產業應用與未來標準規範訂定的參考。本年度亦對系統校正程序(ICT)與評估報告(MSVP)進行修訂改版, 除更新系統追溯圖外, 亦調整阿貝誤差對系統測長能力的影響。

另外, 在奈米壓痕量測系統技術驗證上則透過參與 2012 VAMAS 奈米壓痕國際比對活動。除與各國交流技術心得外, 並有助於呈現國家實驗室量測水準達到國際等同地位, 以增進國內奈米產業量測標準化。

【技術創新】

(一) 薄膜結構參數量測標準及參數量測標準及參考物質量測技術建立

隨著半導體工業的發展, 關鍵尺寸(Critical dimension, CD)因而半導體結構關鍵外形(Critical shape)越來越重要, 一般把半導體製造的關鍵外形分為四部分: Top CD、Bottom CD、Height 與 Side-wall angle(SWA)四個半導體製造關鍵外形參數(如圖 2-1), 我們稱為關鍵尺寸; 值得注意的是隨著半導體製程線寬的縮小, 這些微小的幾何參數都會影響到產品的品質, 未來為了更準確量測關鍵外形, 我們必須發展這些尺寸的量測技術, 以幫助半導體與奈米科技產業, 增進其產品的品質。除了上述提及之 CD 參數外, 半導體業對於線寬的控制, 重要性尤其日漸顯著。

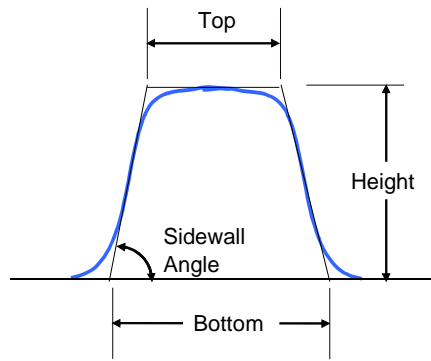


圖 2-1 關鍵外形量測模型的各项参数示意图

一般而言，在量測奈米級表面特徵尺寸主要之量測設備為電子掃描顯微鏡 (SEM)、穿透式電子顯微鏡 (TEM)、原子力顯微鏡 (AFM) 等儀器，這些儀器可量測數十微米至幾個奈米等級表面特徵，解析度都可達 0.1 nm，但使用 TEM 時，TEM 試片製作依照傳統方法，經切割、研磨、研磨 (Dimpler)、離子薄化、鍍碳等過程，準備工作是相當費時費工，且是屬於破壞性檢測，掃描式電子顯微鏡 (CD- Scanning electron microscopy, CD-SEM) 尚可量測 CD，但受制於 SEM 使用高壓、高速電子，其量測過程會衝擊待測物而造成損壞及高溫燒毀，或者造成光阻性質改變，且只能量測到 2D，對於線寬無法進行檢測。另外發展以光學散射量測 CD 技術，但只適用於週期性光柵之線寬量測，無法量測單一線寬，有鑑於此，各國研究單位也積極投入研究的領域。美國 Soluris 公司將 CD-SEM 整合於線上積體電路之關鍵尺寸檢測，因其快速檢測優點，可進行對線寬檢測，唯需將試片另進行 cross section 切割動作 [2-1]，才能使用 CD-SEM 進行量測。法國研究學者 Foucher 利用 Model X3D from Veeco Instruments 檢測蝕刻後形狀，來決定適用之蝕刻參數 [2-2]。美國 SEMATECH 與 NIST 研究學者群在試片傾斜下使用 CD-SEM 進行檢測，透過不同的聚焦距離，可以在 top-view 影像直接量測線寬，而不需將試片切剖面 [2-3]。另外也有文獻提出使用 CD-SEM 取 Top-Down 影像，藉由電子束撞擊在邊緣之電子訊號強度匯整成一資料庫，之後取量測到之訊號比對資料庫，可得到相近之邊緣形狀 [2-4, 2-5]。但 X3D 機台與探針試片成本過高，而傾斜式 SEM 取像所得之輪廓形狀只是近似值，而非直接取得高度資訊。有鑒於此，本研究進行一種使用原子力顯微鏡 (AFM) 測量線寬技術。此系統利用等作用力輕敲模式 (PeakForce Tapping Mode) 量測待測試片，可以減少輕敲模式 (Tapping Mode) 中探針因阻尼 (Damping) 效應無法探測高深寬比之結構底部現象，並可減少探針之磨耗。在此模式下，先將待測試片固定在傾斜台使待測區域之左側升起 7 度角。當擷取由左往右掃描之圖像時，測試片結構左側輪廓不會侷限於探針幾何形狀問題。待掃描完後直接再將試片旋轉 180 度固定於傾斜台並進行掃描，以縫補技術組合兩次量測所得之影像疊合，利用 ICP (Iterative Closest Point) 數學式，此法可算得兩張圖像相對應之旋轉與平移矩陣，再藉取多張相近圖像之迭代運算後可收斂出一張最接近之疊合

影像，如圖 2-2 所示。整體架構包含掃描平台、工作平台、螢幕、電腦主機及控制器
量測系統示意圖如圖 2-3 所示。

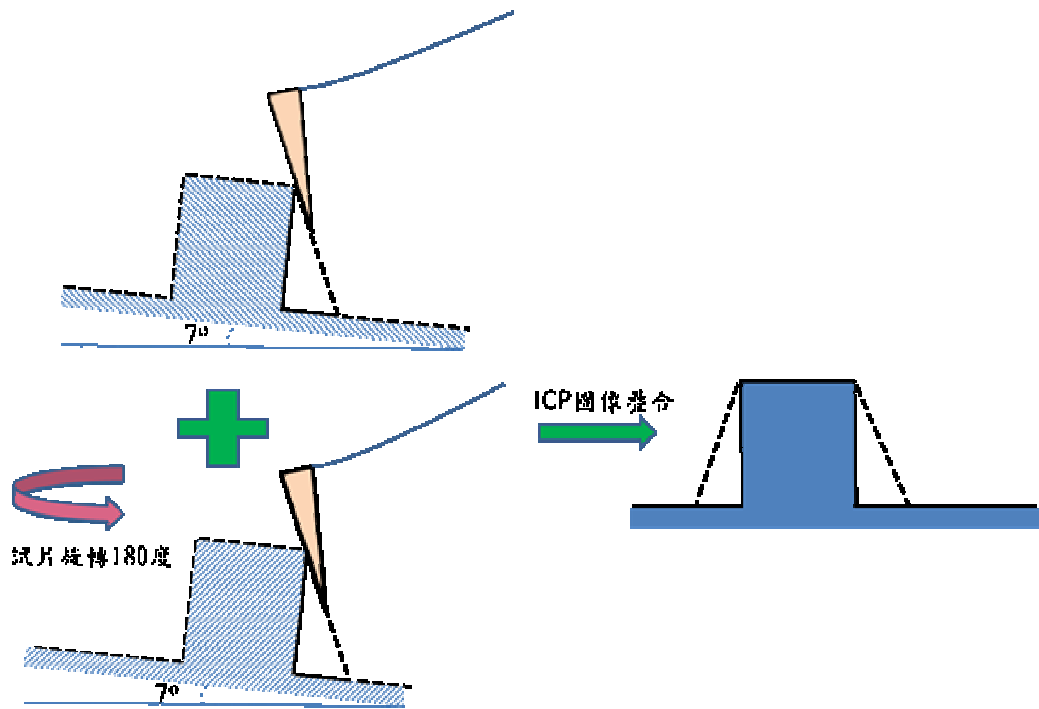


圖 2-2 圖像縫補組合技術



圖 2-3 側壁傾斜角的量測系統(DI 原子力顯微鏡)

(二) 薄膜表面特徵量測標準技術建立

多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置(mass flow system) (流量大小為 20000 sccm N₂)。

多孔性材料薄膜之孔徑量測研究(主要孔徑大小為 2 nm)。

孔隙(mesopores、nanopores)的應用可以是正面的，譬如在元件設計上使用大量的孔隙(mesopores、nanopores)可以降低絕緣體的介電常數進而減少 RC delay；另外在能源電池，利用多孔性奈米結構設計(如圖 2-4 所示)，改變孔徑大小及分佈，增加氧化還原的速度，改善電池效率。

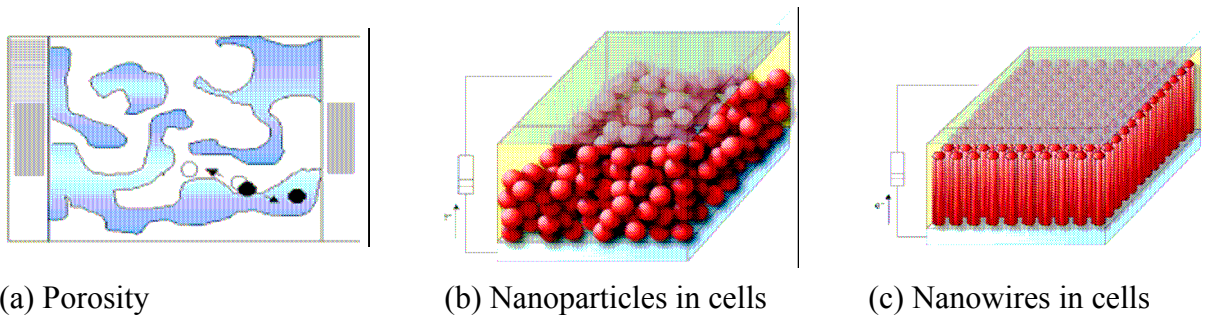


圖 2-4 Dye-sensitized Photoelectrochemical Cell (Nature Materials, VOL 4, June 2005)[2-6]

目前來說，多孔性材料薄膜(Porous Thin Film)量測技術，以國外研究居多，並有設備廠商在國內代理量測機台，多以小角散射量測法居多，可解析孔洞的大小有限 (> 20 Å 直徑才可解析)，本擴建系統係根據美國 NIST 已建立的 Practice guide[2-7]，此量測系統以擴建 X 射線反射儀/繞射儀量測系統，配合氣體流量系統設備做結構性薄膜的非破壞性量測。

執行方法為通入有機氣體，控制與空氣混和的氣體比例，薄膜中的孔洞將做吸附及脫附氣體的物理機制，氣體比例越增加則整體薄膜密度越大，藉由量測密度(Critical angle)的差異，如方程式(2-1)(2-2)所示，其中 ρ_{vac} (空氣中的薄膜密度)、 ρ_{vap} (混和氣體中的薄膜密度)為量測所得， $\rho_{toluene}$ (溶劑質量密度)為已知，以方程式 2-1~2 即可計算出 ϕ (孔隙率，%)及 ρ_{film} (薄膜本體的密度)。

$$\rho_{vac} = \rho_{film} (1 - \phi) \quad (2-1)$$

$$\rho_{vap} = \rho_{film} (1 - \phi) + \rho_{toluene} \phi \quad (2-2)$$

薄膜飽和吸收時可得到一孔隙率(%)大小，其不同氣體比例下的薄膜密度數值(約 7~10 點)則可另外模擬導出孔徑尺寸。其量測系統架構如圖 2-5 所示，包括(1)組裝的氣體流量設備(MFC，受限於腔體及試片大小，經測試 1000 sccm 的氣體流量即足夠)、(2)

外接 GN2 氣體做 Carrier Gas、(3) XRR Goniometer 密閉式腔體(具有 Kapton-window 之 chamber)、(4)真空乾式 pump、(5)可監測氣體線性比例的光譜儀，與(6)現有的快速退火裝置(Domed Hot Stage for Four-Circle Goniometers) 本年度已完成多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置，實際裝置圖如圖 2-6 所示，皆符合年初規劃圖的設置並已進行實驗。

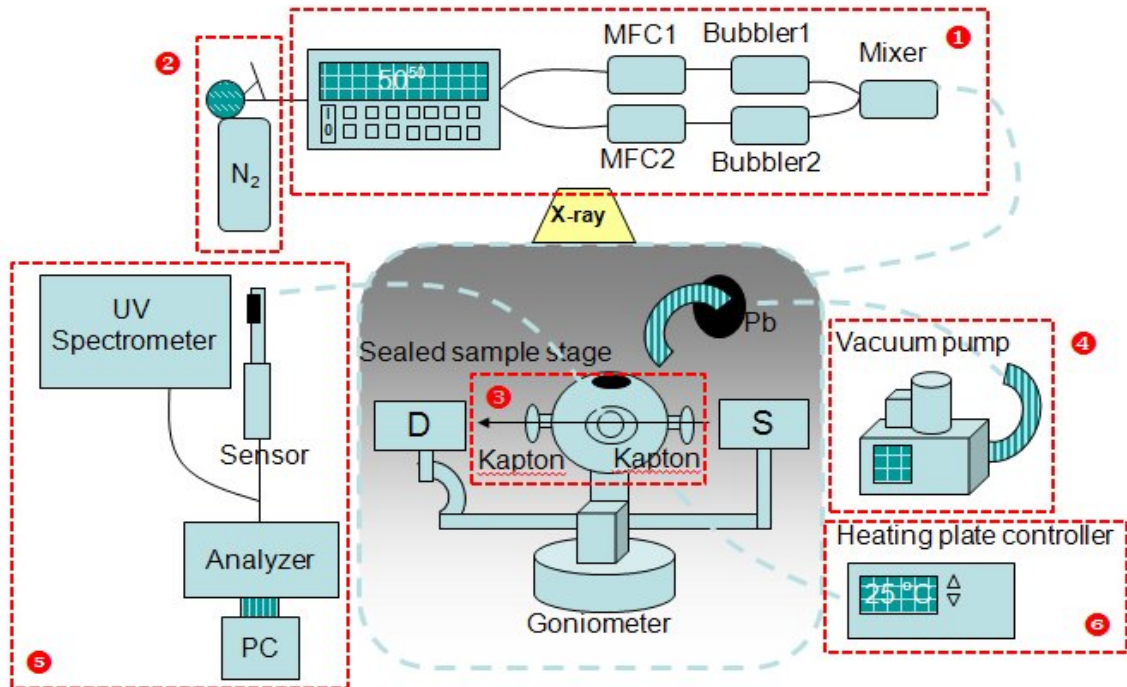


圖 2-5 量測系統架構規劃圖

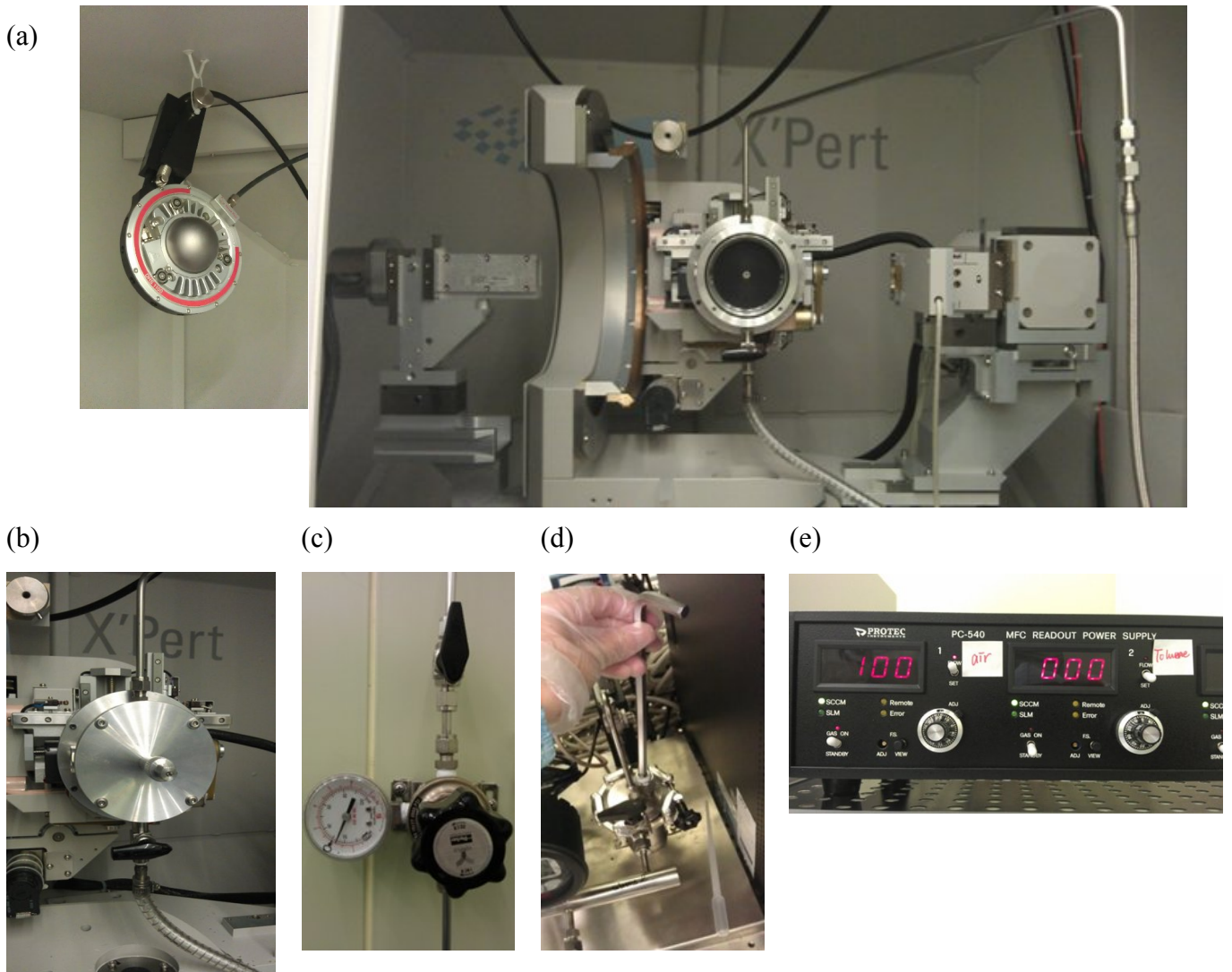


圖 2-6 多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置實際裝置圖，(a)XRR Goniometer、特製 Sample stage 及快速加熱器，(b) 密閉腔體連接上-氣體管路及下-幫浦排氣管路，(c)氮氣 Carrier gas 的管路，(d)氣體流量裝置，(e)氣體流量控制器(Mass flow controller)

本年度已初步完成多孔性材料薄膜之孔徑量測研究(約 1.2 nm~1.3 nm)，對於多孔性薄膜而言，藉由量測多孔性薄膜分別在不同混和氣體比例之密度變化(由 XRR 量測的 Critical angle 來決定，圖 2-7(a)吸附曲線(b)脫附曲線，分別在不同的甲苯蒸氣比例下進行)，可分析孔洞尺寸可達 1 nm 以下。接著以 XRR 分析軟體分別導出個別氣體比例下的薄膜密度，圖 2-8 可以看出，隨著甲苯氣體比例越高，薄膜整體密度也越高，同時將氣體脫附實驗與當次的氣體吸附實驗比較，針對試片#1 顯示無明顯遲滯現象(Hysteresis loop)，表示此多孔隙薄膜結構具有獨立孔洞分佈的奈米結構(圖 2-8 所示)。將一連串的密度變化值與個別氣體比例做高斯函數(Gauss function)分佈模擬，配合 Kelvin's equation，如方程式(2-3)，將飽和蒸氣壓比例(P/P_0)以孔徑大小(r_c)表示，可得到一孔徑尺寸分佈圖(Pore Size Distribution)，圖 2-9 所示。

$$r_c = \frac{2V_m \gamma}{-RT \ln(P/P_0)} \quad (2-3)$$

X-ray Porosimetry 使用較小流量(1000 sccm)MFC 重複實驗(先以 400 加熱試片),一開始調光時通入總通量 100 sccm 空氣,並逐步(3~5 sccm)升高 toluene 比例,每個比例中間需抽氣 1~2 min 及通氣 6~10 min 以穩定 chamber 內的氣體比例(此時關閉 pump 閥門,保持試片在完全密閉的腔體中,避免氣體外洩),實驗結果 (reflectivity curve) 顯示試片至 30%甲苯即飽和,此時的孔隙率約為 38%~40% porosity;高斯函數分佈 pore size 主峰在 1.2~1.3 nm(diameter),為奈米孔隙薄膜(nano-sized pores)。

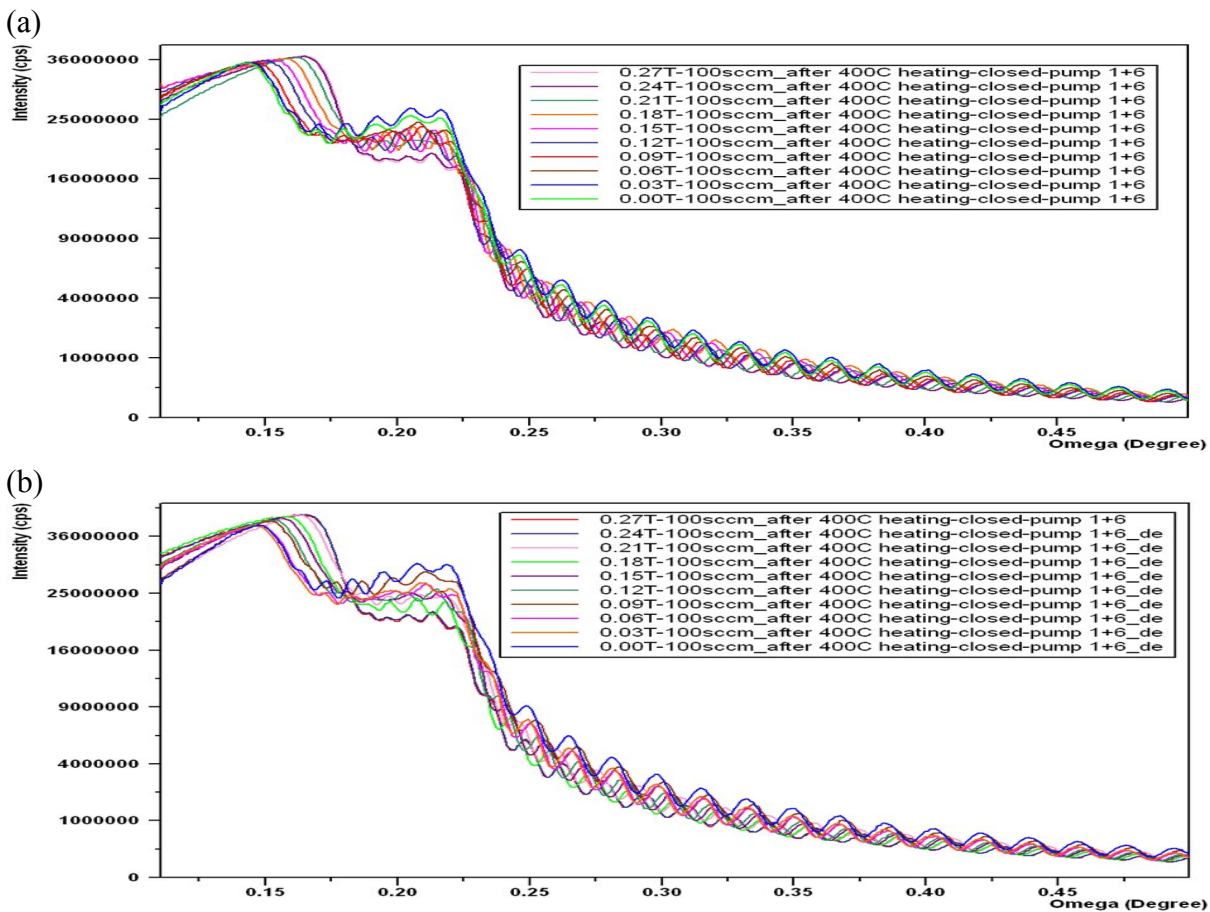


圖 2-7 多孔性薄膜的(a)氣體吸附曲線及(b)氣體脫附曲線,混和氣體比例由 0%到 27%(甲苯),薄膜即達到飽和。

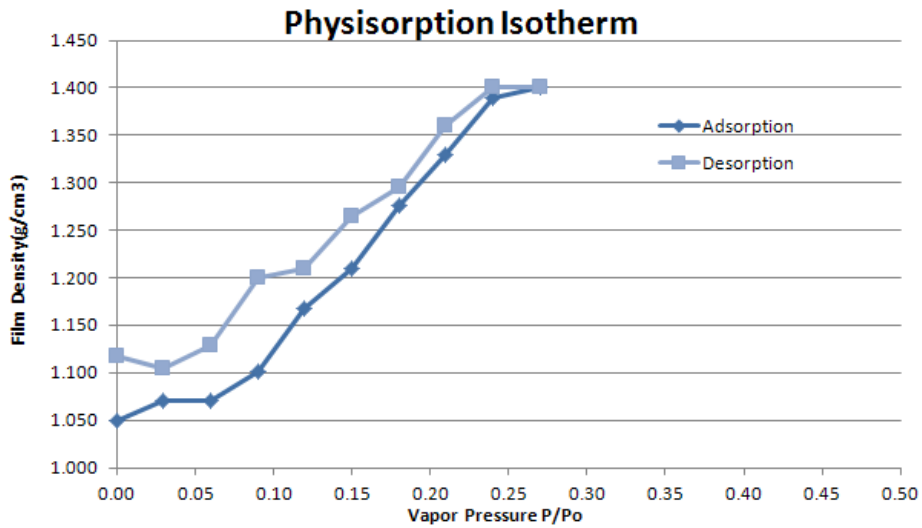


圖 2-8 多孔性薄膜的吸附/脫附氣體造成的遲滯現象(Hysteresis loop)，圖中顯示此薄膜為均勻分佈的奈米獨立孔隙。

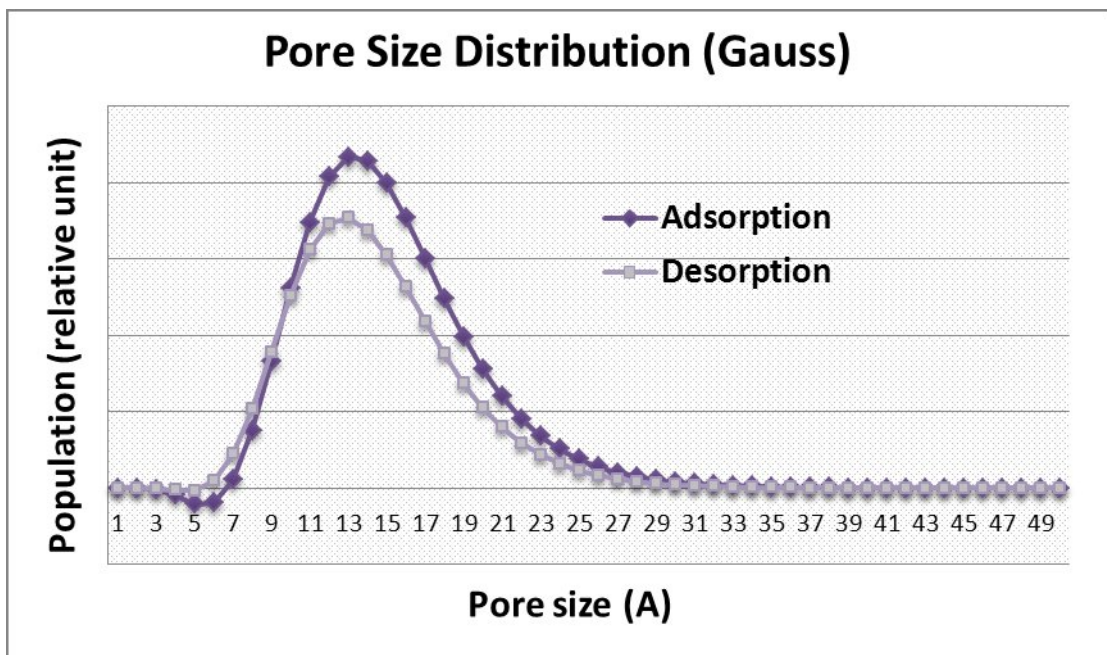


圖 2-9 孔徑尺寸分佈圖(Pore Size Distribution)，分別以吸附和脫附曲線做高斯函數模擬得到。

(三) 奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立

在材料計量(Material Metrology)逐漸為各國所重視時，為求量測結果的準確性與一致性，透過制訂標準規範用於試驗與分析材料機械性質為目前的共識。但由於微奈米薄膜材料尺寸因素，導致試片往往與測試機台整合不易，且薄膜在受負載後變形量過小，需配合較高精密度的解析力量測系統進行萃取，造成薄膜機械性質量測的困難。為能準確測得薄膜材料機械性質，研究者已藉由各種量測技術探討薄膜材料機械性質[2-1~2-7]。此外，在薄膜製程中，無可避免會產生缺陷(Notches)，通常缺陷可能為設計上的不連續點或是鍍膜不均勻所造成的裂縫(Cracks)或孔洞(Voids)等。在應用上，生產者無法確定薄膜結構的完整性。因此，有必要對於薄膜材料機械性質進行相關破壞指標分析。透過已完成追溯的微奈米機械性質量測系統分析薄膜破壞韌性，將有助於評估薄膜的破壞機制(Fracture mechanism)。

一般大多材料皆由應力強度因子(Stress intensity, K)來確定材料的破壞韌性，區分的受力模式有三種類型如圖2-10所示，a.開口模式(Opening mode, K_I):主要是受正向應力所造成，其作用力方向與裂縫面垂直；b.滑移模式(Sliding mode, K_{II})，由內平面(In-plane)剪切應力所造成，其作用力方向與裂縫面平行，但裂縫面位移延伸方向與裂縫前緣垂直；c.撕裂模式(Tearing mode, K_{III})，由出平面(Out-of plane)剪切應力所造成，其作用力方向與裂縫面平行，但裂縫面位移延伸方向與裂縫前緣平行。三種模式的複合運用可處理一般材料承受負載的實際情況，當中以第一模態 K_I 最為重要，為利用線性彈性破壞力學理論計算破壞韌性標準規範中所需探討的應力強度因子。該因子為載重、裂縫大小與結構幾何形狀之函數，其基本公式如下：

$$K_I = \sigma \sqrt{\beta \pi a} \quad (2-4)$$

其中 σ 為作用應力， β 為無因次與裂縫及幾何形狀相關之參數， a 則為裂縫大小

然而，材料厚度對於量測材料破壞韌性規範有一定的影響。如設定不同比例尺寸之試件，會產生量測出不同 K_I 值。因為施加力量的應力狀態與缺陷大小(a)及試片厚度(B)有關，當厚度達到一臨界尺寸時， K_I 值變得相對穩定為一常數值(如圖 2-11 所示)，此值被稱為平面應變(Plane strain)的破壞韌性，標記為 K_{IC} 。應力強度因子(K_I)與破壞韌性(K_{IC})兩者之關聯，如同應力與張應力的關係。應力強度因子代表裂縫尖端的應力水準量；而破壞韌性則是應力強度因子在特定條件平面應變狀態下材料能承受破裂的最大值。

材料在受力作用下，由於厚度的關係會產生平面應力(Plane stress)與平面應變的問

題。定義上平面應力為材料沿厚度方向上平面外的應力為零，即無 z 軸方向上之應力 ($\sigma_z = 0$)；而平面應變則是材料沿厚度方向上平面外的應變為零，即無 z 軸方向上之應變 ($\varepsilon_z = 0$)。簡單來說，因為厚度過大，所以出平面的應變可以忽略者稱為平面應變問題，而厚度過薄則屬平面應力問題。當執行破裂韌性試驗時，對於塊材一般採用平面應變條件。對於單邊缺口彎曲試片(Single-edge-notch bending specimen)與 C-T 試片(Compact tension specimen)，其破壞韌性(K_{IC})計算應用公式分別如下[2-15, 2-16]:

$$K_{IC} = \left(\frac{P_C S}{B W^{3/2}} \right) f \left(\frac{a}{W} \right) \quad (2-5)$$

$$K_{IC} = \left(\frac{P_C S}{B W^{1/2}} \right) f \left(\frac{a}{W} \right) \quad (2-6)$$

其中 P_C 為臨界載重， S 為支撐寬距， B 與 W 分為試件厚度與寬度， $f(a/W)$ 則為裂縫長度與試片寬度之幾何因子。

由上述公式中，發現用來量測破壞韌性之計算方法皆與試件幾何尺寸相關，且需滿足尺寸準則(Size criteria)平面應變之條件[2-17]。亦即，

$$B > 2.5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2-7)$$

$$a > 2.5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2-8)$$

$$(W - a) > 2.5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2-9)$$

其中 σ_y 為材料軸向拉伸之降伏應力。

當中有關破壞韌性量測規範，如塑性材料國際標準規範 ISO 13586 [2-17]與 ASTM

量測標準[2-18, 2-19]，都以平面應變作為考慮，並訂出相關需遵守之準則。規範中亦訂定與幾何因子相關之載重條件，為了驗證測試需滿足載重比的準則(Load ratio criterion)。由於理想材料載重-位移曲線為線性，直到初始裂縫成長(Crack growth initiation)導致突然產生的載重值下降。在這種情況下，此時初始裂縫成長載重(F_Q)能作為最大載重。但因大多材料的真實情況有非線性的行為，比如有來自於裂縫尖端所產生的塑性變形、非線性彈性及一般的材料黏彈行為，或是在不穩定的初始裂縫過後因裂縫穩定成長所產生。為了規避可議的初始定義，必須使用一個絕對的規則。如由圖 2-12 中畫出材料載重-位移曲線之零點切線，用來計算初始之勁度 S 。接著利用勁度 S 減少 5% 之值畫出第二條直線。假如最大載重值坐落於兩者之間，最大載重力量(F_{max})將為始裂縫成長載重(F_Q)。如果第二條直線與載重曲線之相交值 F_5 在最大載重前，此時 F_5 則視為初始裂縫成長載重(F_Q)。由圖中可知利用線性彈性破壞力學理論之載重情況需滿足以下條件，

$$\frac{F_{max}}{F_5} < 1.1 \quad (2-10)$$

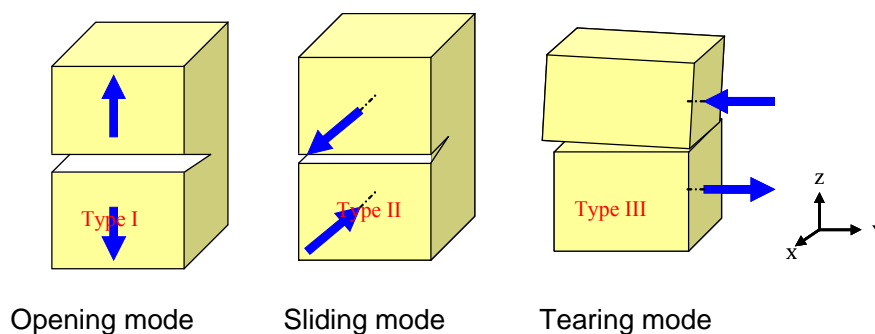


圖 2-10 破壞平面的三種載重模式

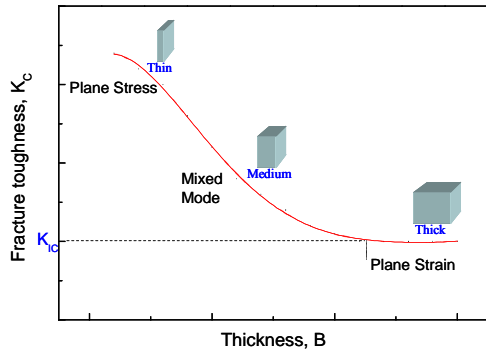


圖 2-11 平面應力及平面應變破壞韌性與薄膜厚度關係圖

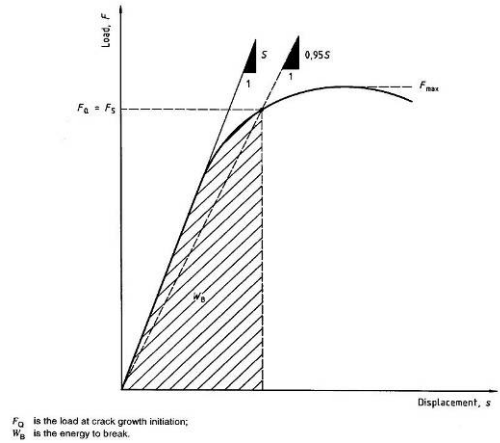


圖 2-12 具缺口試件之載重-位移示意圖[2-17]

然而，薄膜在產業實際應用上，面臨平面應力之狀態遠較於平面應變狀態下來的多，如電子封裝樹脂(Epoxy)或半導體的沉積薄膜。因此，對於微奈米薄膜的破壞韌性量測標準進行探討有其必要性。常用作法為設計與選擇適當尺寸試片，利用線性彈性破壞力學理論(LEFM)來評估缺陷可能造成之影響。當考慮缺陷大小與特徵、幾何形狀、載重條件與材料性質條件下，量測含缺陷試片抵抗破壞能力即為破壞韌性。本次計畫中微小薄膜試件則透過黃光微影製程解決試片製作之困難，量測破壞韌性的裂縫設計可藉由圖案定義(Pattern)，並配合試件幾何尺寸設計滿足平面應力之準則。透過研究薄膜破壞韌性的量測技術，有助未來建立薄膜破壞韌性的量測標準。

薄膜厚度 \square 500 nm 的微奈米機械性質量測系統破壞韌性薄膜試片設計與製程說明如下：

a. 材料使用沉積的高分子(Parylene)聚合物

試片形狀示意圖如圖 2-13 所示，其尺寸規格如下表 2.1 所示：

表 2.1 薄膜製作規格示意圖

薄膜高分子設計規格	尺寸	
薄膜厚度	500 nm	
測試長度(gauge length)	20 ± 0.2 mm	
薄膜寬度	2 ± 0.02 mm	1 ± 0.01 mm
缺陷大小與開口角度	500 ± 10 μ m	250 ± 5 μ m
	60 and 120 degree	

b. 薄膜試片製作將採黃光微影製程

採用半導體黃光微影製程，利用犧牲層與一道光罩完成高分子(Parylene)的薄膜試片，其製程步驟說明示意圖如下圖 2-14 所示。

(1) 濕式洗淨過程

使用厚度為 400 μm 之四吋雙面拋光矽晶圓，經由 RCA 清洗，此步驟主要目的是利用化學品去除髒污，再利用超純水清除其微粒子、金屬雜質、無機物、有機物等...，清除髒污後可提升試件之良率。

(2) 沉積氧化層為犧牲層：二氧化矽(Silicon Oxide)

矽晶片經過 RCA 洗淨後，將矽晶片放置於高溫低壓爐管，利用濕式氧化法成長約 1 微米之二氧化矽層做為微拉伸試件完成後的犧牲層，其方法為將晶片置入在溫度為 1100 的高溫爐管再通入氧氣 5 slm 與氫氣 7.5 slm，使得矽晶片的表面與氧氣在高溫下形成二氧化矽層，此過程在不包含爐管升溫與降溫的階段總共之薄膜成長時間為 160 分鐘。

(3) 沉積 parylene C 薄膜

將矽晶圓置於常溫且壓力在 1~100 mTorr 下沉積 500 nm 之 parylene 薄膜，時間約花費七個小時。

(4) 黃光微影製程定義試件圖形

沉積 parylene 薄膜之後，使用 AZ-4620 正光阻定義圖案，以旋佈法將光阻均勻塗佈於晶圓上，經由波長 365 nm 的紫外光進行曝光，顯影後即可將光罩上圖案轉移至晶圓上的光阻層，光阻層用於後續蝕刻高分子薄膜時所需的阻障層。

(5) 使用反應式離子蝕刻，移除正光阻未定義圖案的部分 parylene

利用氧氣電漿蝕刻 parylene，其使用功率為 100 W，其氧氣的流量為 100 sccm，於壓力 6.0×10^{-2} torr 下，蝕刻時間約為 1~2 分鐘。

(6) 移除光阻

將矽晶片放入丙酮(Acetone)溶液中，放入超音波震盪器後，丙酮會溶解矽晶片表面上之光阻，再利用去離子水(DI water)沖洗矽晶片。

(7) 氫氟酸(HF)移除犧牲層二氧化矽

將晶圓片放置氫氟酸溶液中二氧化矽層會被氫氟酸蝕刻掉，蝕刻時間大約為 30 秒，其高分子試件會慢慢飄浮於溶液表面，迅速將試件從溶液中取出後，再浸泡於去離水中，使得氫氟酸溶液不存留於試件上如圖 2-15。最後，試片完成如圖 2-16 所示。

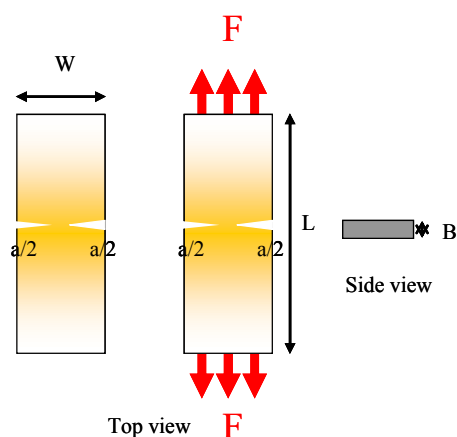


圖 2-13 薄膜試片形狀示意圖

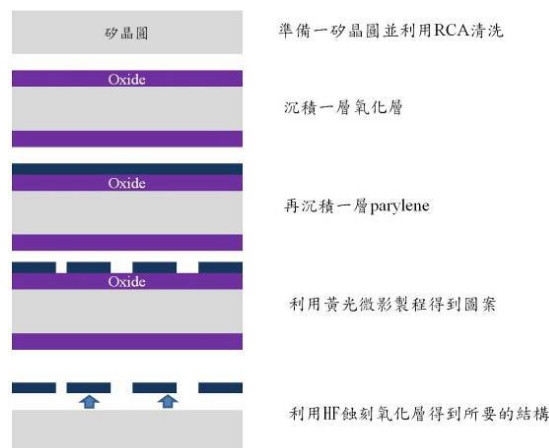


圖 2-14 薄膜試片製程圖

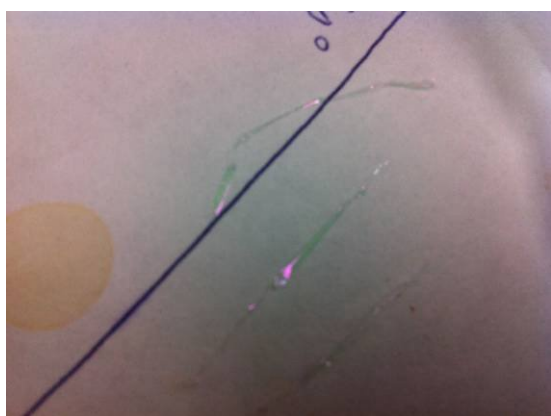


圖 2-15 薄膜試片完成圖



圖 2-16 待測薄膜試片

在試驗部份則採用微奈米機械性質測量系統進行，試驗結果應力與應變關係如圖 2-17 與圖 2-18 所示。在應力-應變關係圖中試片斷裂破壞點下所代表的面積為薄膜的破壞韌性，所計算的部份包含薄膜試片受力後分別在彈性與塑性變形中所作的功。在 1 mm 試片寬度中，缺口 60 度試片計算的破壞韌性為 0.74 ± 0.08 MPa，缺口 120 度破壞韌性為 1.35 ± 0.44 MPa；在 2 mm 試片寬度中，缺口 60 度試片破壞韌性為 1.05 ± 0.50 MPa，缺口 120 度破壞韌性為 3.85 ± 0.68 MPa，由於試驗中破壞韌性計算考慮塑性變形所造成之影響，而材料破壞時產生的破壞點因材料特性產生較大差異，造成平均標準差較大。在不同薄膜試片寬度(寬度減半預裂縫亦等比例減半)的結果比較中，發現缺口角度較大計算所獲得的破壞韌性皆較高，藉以證明高分子薄膜破壞韌性的分析中需考量缺口角度的大小，其影響較為顯著。而在等比例縮小試片寬度與裂縫長度的試驗比較中，所獲得的破壞韌性亦有減小的趨勢。就目前結果而言，與試片幾何比例關聯較不明確，未來需要更大量的統計數據進行分析。

除了量測試驗外，本次研究亦採用 ANSYS 有限元素軟體分析缺陷開口角度對量測結果之影響如圖 2-19 與 2-20 所示。在平面應力條件下施加特定力量並配合材料參

數，假設在線性彈性時，高分子 Parylene 楊氏模數為 2.76 GPa，分析計算與破壞韌性相關的應變能釋放率(strain energy release rate)。在二維問題中(平面應力或平面應變)，開口模式的應力強度因子(K_I)與應變能釋放率及材料楊氏模數相關聯，其式如下：

$$G = \frac{K_I^2}{E'} \quad (2-11)$$

當為平面應力狀態時 $E'=E$ ，平面應變狀態時 $E'=E/(1-\nu^2)$

由表 2.2 得知開口角度較大者產生較高的應變能釋放率，代表裂縫容易成長。與試驗結果接近。當施載力量變為兩倍時，其產生的應力與應變亦變為兩倍，故在相同開口角度時，模擬分析所獲得的應變能釋放率變為四倍。

表 2.2 模擬不同缺口應變能釋放率比較表

開口角度	60 度	120 度
施力 250 mN G 值	1.2 (J/m ²)	1.6 (J/m ²)
施力 500 mN G 值	4.8 (J/m ²)	6.4 (J/m ²)

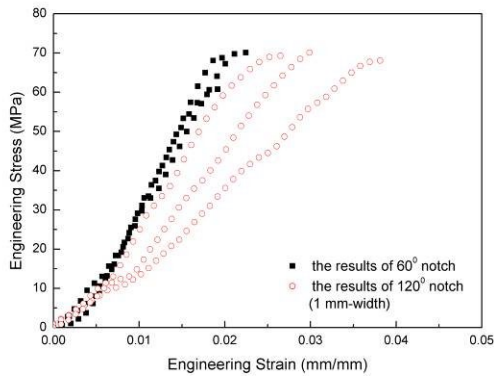


圖 2-17 試片寬度 1 mm 缺口 60 度與 120 度試驗比較結果

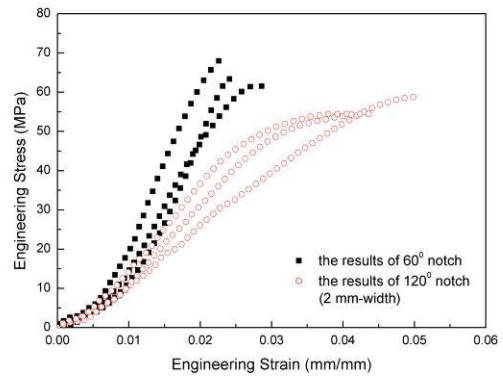


圖 2-18 試片寬度 2 mm 缺口 60 度與 120 度試驗比較結果

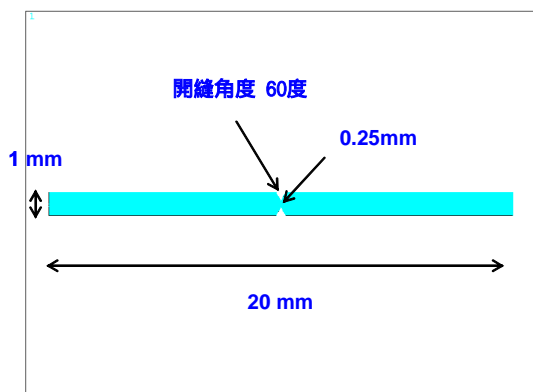


圖 2-19 缺口 60 度平面應力有限元素分析示意圖

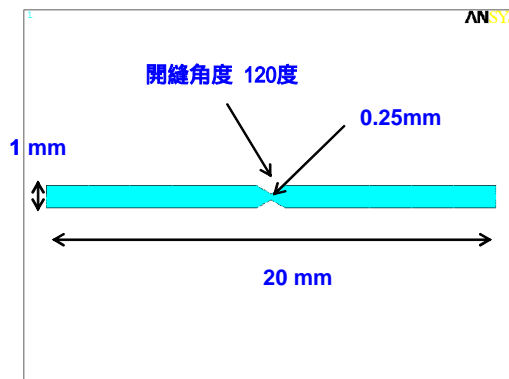


圖 2-20 缺口 120 度平面應力有限元素分析示意圖

VAMAS 奈米壓痕國際比對活動

本次參與VAMAS的奈米壓痕國際比對，主要由韓國計量單位KRISS主辦，聯絡人為Dr. Han博士，英國計量單位NPL則提供鋁薄膜試片，比對試片的參考材料如圖2-21所示，包含鎢單晶(Tungsten)、熔融石英(Fused silica)、鋁塊材(Bulk Aluminum)與兩種不同厚度鋁薄膜(375 nm and 1400 nm, thin films aluminum)，採用兩種不同的載重函數如圖2-22所示，共計10國18個實驗室參與。

本次比對單位內參加使用的奈米壓痕量測系統為Triboindenter，該系統最大施力範圍為10 mN；壓痕移動位移範圍則為5 μm，在比對活動中歸屬於小力量範圍。該量測系統經單位內校正評估後，在力量施載上之相對標準不確定度不超過3.7%，在位移上之相對標準不確定度不超過7.8%，比對用壓頭則採用玻氏探針(Berkovich tip)，其中用以擬合探針面積函數(式2-17)的參數 C_0 為24.5

依據 ISO 14577 規範的奈米壓痕量測系統，為利用探針於待測薄膜施加载重進行測試，從試驗獲得載重-卸載與位移的關係中卸載曲線斜率，並配合探針接觸投影面積計算奈米薄膜材料的減縮模數與硬度值。在奈米壓痕試驗中，薄膜材料的硬度特性定義如下。

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A} \quad (2-12)$$

其中 P_{max} 為最大載重負載，而 A 代表壓痕接觸投影面積。

而 E_r 為結合探針與試片相關之參數，稱為減縮模數(Reduced modulus)或複合模數，關係式如下，

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (2-13)$$

其中 E 與 ν 別為待測材料的楊氏模數與浦松比；而 E_i 與 ν_i 則分別為探針材料的楊氏模數與浦松比。

在楊氏模數計算部份，奈米壓痕量測原理為藉由分析載重-卸載與位移曲線，如圖2-23所示。透過計算卸載曲線初始瞬間的斜率來推得薄膜材料的機械特性。將此斜率值定為壓痕測試時的接觸剛性(Contact stiffness, S)。經分析載重-卸載與位移曲線求得接觸剛性後，即可藉由接觸剛性去推算材料的減縮模數。一般利用奈米壓痕技術量測薄膜材料楊氏模數，需先獲得薄膜的減縮模數(E_r)，如式2-11所示。

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \cdot S}{2\beta\sqrt{A}} \quad (2-14)$$

再將利用 2-14 式求得減縮模數代入 2-13 式中，即可求得薄膜材料的楊氏模數。由於，材料本身的浦松比為假設值，故本次國際比對提供統一的材料浦松比參數值，其中鎢單晶為 0.29、熔融石英為 0.17 與鋁材為 0.345。

一般的載重-位移曲線的卸載區段通常為非線性的曲線，但可藉由多項式函數假設去逼近卸載曲線，如下式所示。

$$P = \alpha (h - h_f)^m \quad (2-15)$$

再將該式對位移項微分並代入最大位移值，如下所示，即可得到接觸剛性的數值解。

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_{\max}} \quad (2-16)$$

另外，由 2-12 及 2-14 式中得知需求出壓痕的接觸投影面積，方可求得薄膜材料硬度與減縮模數。因此，在獲得接觸深度後，代入經估算的探針投影面積與接觸深度關係式，即可求得壓痕的接觸投影面積。

$$A(h_c) = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + C_4 h_c^{1/8} + C_5 h_c^{1/16} \quad (2-17)$$

即可藉由上述的試驗結果與理論關係求得薄膜材料的硬度與楊氏模數等機械性質。

本次比對使用主辦單位提供的參考材料鎢單晶進行儀器柔度(Machine compliance, C_f)校正，根據 ISO 14577-4 儀器柔度的決定方法進行校正，校正後系統值為 2.4 $\mu\text{m}/\text{N}$ 。在求得儀器柔度後，再利用已知楊氏模數為 72.5 GPa 的參考材料熔融石英進行探針面積函數的校正，透過試驗數據的擬合如圖 2-24 所示，獲得式 2-17 中各係數。

另外，依據 ISO 14577-4 正規化參數 h_c/t_c 和 a/t_c 可用來計算鋁薄膜鍍層硬度(Coating hardness)與鍍層模數(Coating modulus)。其中 h_c 為接觸深度， t_c 為鍍層厚度， A_p 為壓頭接觸面的投影面積， $a = \sqrt{\frac{A_p}{\pi}}$ 為探針幾何相關的接觸半徑參數。

本次參與 VAMAS 的奈米壓痕國際比對量測數據摘錄如下列各表所示，表 2-3 至表 2-5 中每筆資料為各種參考材料在單一載重下量測十次試驗的平均值。而兩種不同厚度 375 nm 與 1400 nm 鋁薄膜則採用 ISO 14577-4 計算鍍層硬度與膜數。如表 2-6 與表 2-7 所示，各為依據不同載重情況下分析原始數據為 40 次試驗之計算結果。



圖 2-21 奈米壓痕比對試片：鎢單晶、熔融石英、鋁塊材與兩種不同厚度鋁薄膜

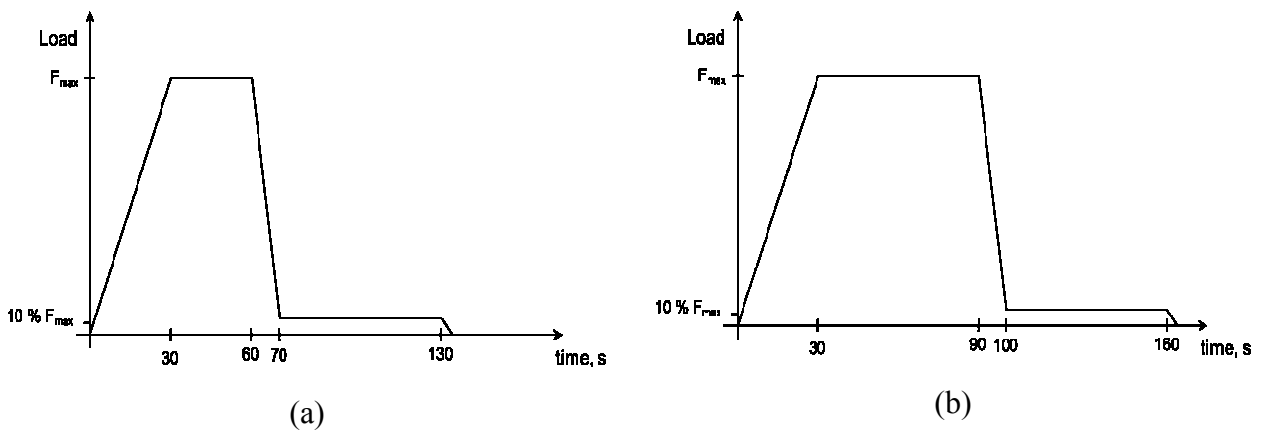


圖 2-22 比對設定之載重函數 (a)用於鎢單晶與熔融石英 (b)用於鋁塊材與鋁薄膜

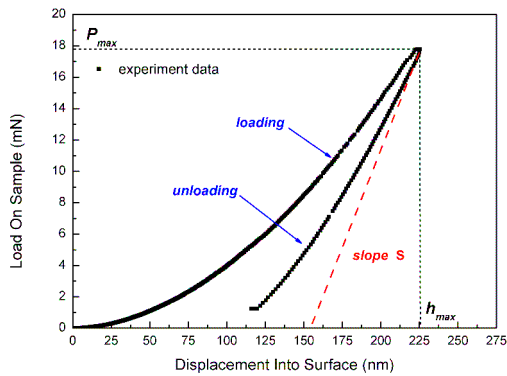


圖 2-23 奈米壓痕試驗的載重-位移曲線圖

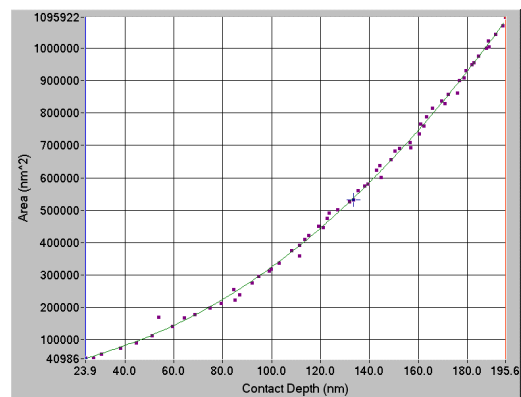


圖 2-24 玻氏探針面積函數校正

表 2.3 熔融石英試驗數據

Applied loads	1 (mN)	5 (mN)	9.9 (mN)
Young's modulus Average / Deviation	73.06 / 0.64 (GPa)	73.06 / 0.22 (GPa)	72.75 / 0.26 (GPa)
Hardness Average / Deviation	10.21 / 0.18 (GPa)	10.13 / 0.09 (GPa)	10.17 / 0.08 (GPa)

表 2.4 鎢單晶試驗數據

Applied loads	1 (mN)	5 (mN)	9.9 (mN)
Young's modulus Average / Deviation	306.12 / 10.10 (GPa)	310.88 / 7.90 (GPa)	281.75 / 5.07 (GPa)
Hardness Average / Deviation	7.91 / 0.15 (GPa)	6.54 / 0.05 (GPa)	6.06 / 0.06 (GPa)

表 2.5 鋁塊材試驗數據

Applied loads	0.1 (mN)	1 (mN)	5 (mN)
Young's modulus Average / Deviation	50.75 / 4.54 (GPa)	54.55 / 2.53 (GPa)	58.25 / 2.43 (GPa)
Hardness Average / Deviation	0.79 / 0.06 (GPa)	0.39 / 0.01 (GPa)	0.43 / 0.02 (GPa)

表 2.6 鋁薄膜試驗數據(375 nm-thick)

375 nm-thick Aluminum Coating			
H _{IT} , GPa		E _{IT} , GPa	
Linear Fitting (Basic Total)		Linear Fitting (Basic Total)	
Intercept	4.74	Intercept	88.13
Adjusted R ²	0.6606	Adjusted R ²	0.8745

表 2.7 鋁薄膜試驗數據(1400 nm-thick)

1400 nm-thick Aluminum Coating			
H _{IT} , GPa		E _{IT} , GPa	
Linear Fitting (Basic Total)		Linear Fitting (Basic Total)	
Intercept	2.34	Intercept	73.92
Adjusted R ²	0.2786	Adjusted R ²	0.8013

【突破之瓶頸】

(一)薄膜結構參數量測標準及參數量測標準及參考物質量測技術建立

1.量測過程

以 AFM 量測線寬時，由於 AFM 探針形貌為錐形，掃描量測時，會與待測試片之結構幾何形狀產生干涉(如圖 2-25)，所以在量測時需將試片傾斜一個角度(左側傾斜)，使得幾何形狀干涉問題不會產生(如圖 2-26)，但在此量測結果只有左半部是不會有干涉，但結構右測圖像仍無法避免，參考 NIST 量測方法[2-20]，將試片先掃描量測後，再將測試片旋轉 180 度，再度量測後，可得到兩次掃描影像，以 3D 疊合方法，可以得到待測試片之 3D 形貌(如圖 2-27)。

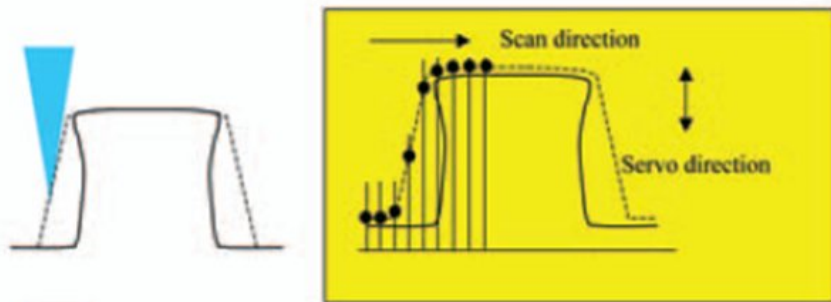


圖 2-25 AFM 探針形貌與待測試片量測干涉

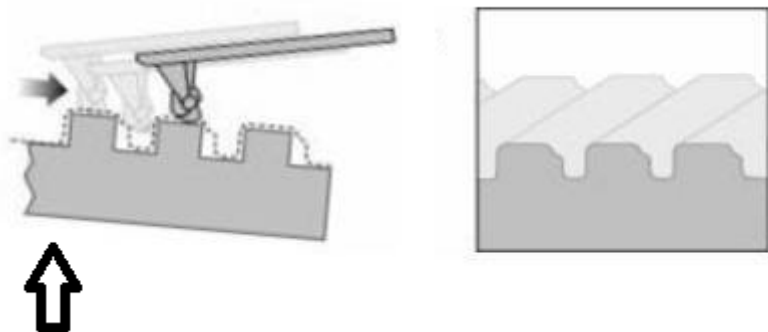


圖 2-26 左傾斜量測避免左側幾何形狀干涉

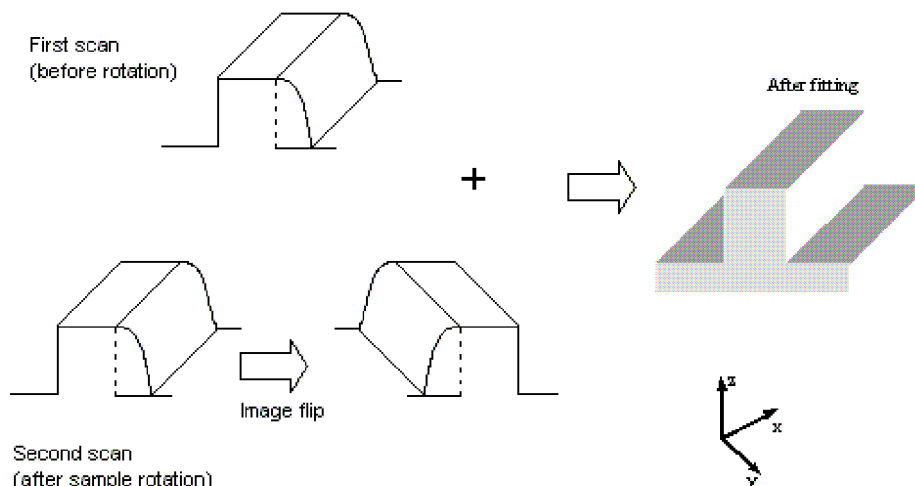


圖 2-27 量測 3D 疊合技術

在進行 3D 疊合技術時，需有特徵點才能疊合，且這些特徵點在兩次掃描量測時，須有一致特性，3D 疊合時，才會有正確結果，故利用委託設計之 3D 影像疊合軟體將所掃描之不同傾斜方向試片疊合時，需要借助立體特徵點以利辨識疊合精確性。

(1) 右傾斜試片進行量測後取出傾斜台，待旋轉試片 180 度後再次固定於傾斜台上，，進行第二次量測，如下圖 2-28 所示。



圖 2-28 傾斜與旋轉 180 度兩次掃描影像

(2) 利用上述方式可將同位置但相差 180 度方向之線寬量測，得到如圖 2-29 所示。並將圖像原始檔輸出成 ASCII 文件檔，如圖 2-30 所示。

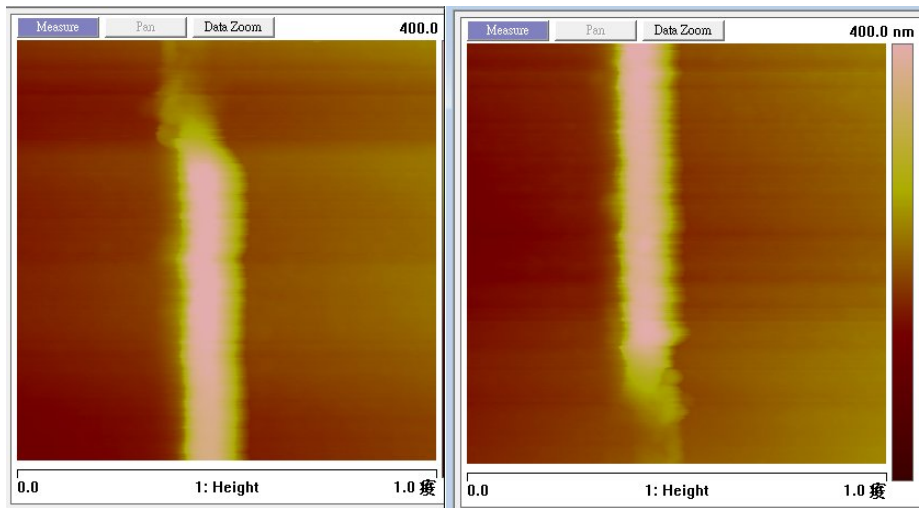


圖 2-29 掃描同一位置但相差 180 度方向之線寬形貌

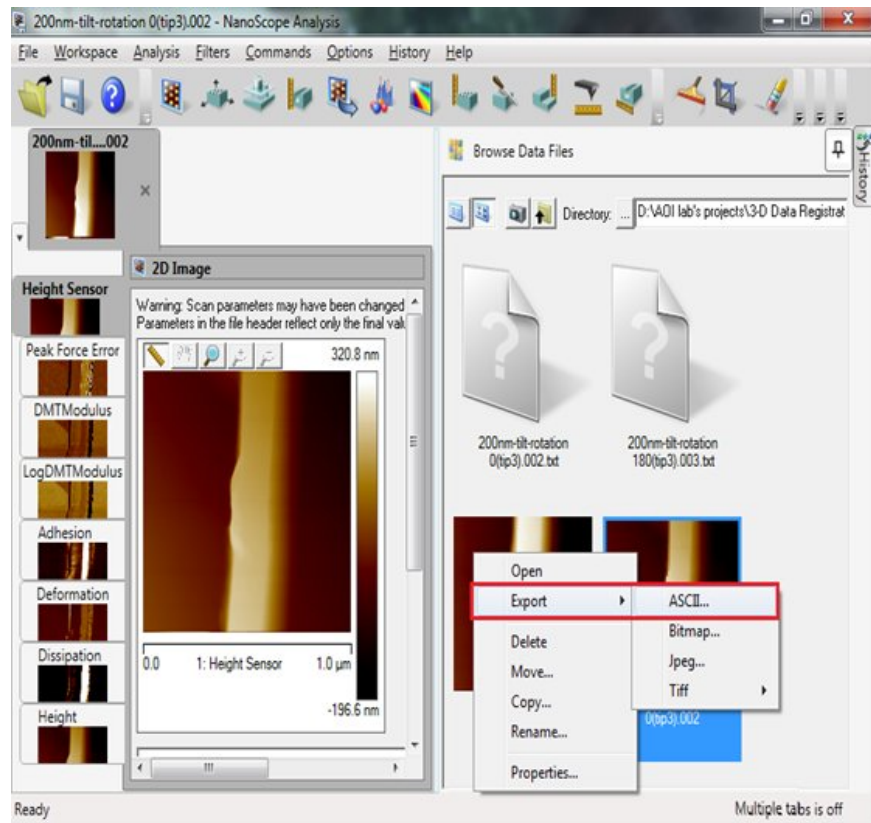


圖 2-30 將圖像檔案轉成 ASCII 文件檔

(3) 將兩文件檔輸入 3D 影像疊合軟體，利用內建 ICP(Iterative closest point)演算法，以線寬頂部平面及兩側基面將兩線寬圖形座標自動轉換縫合。

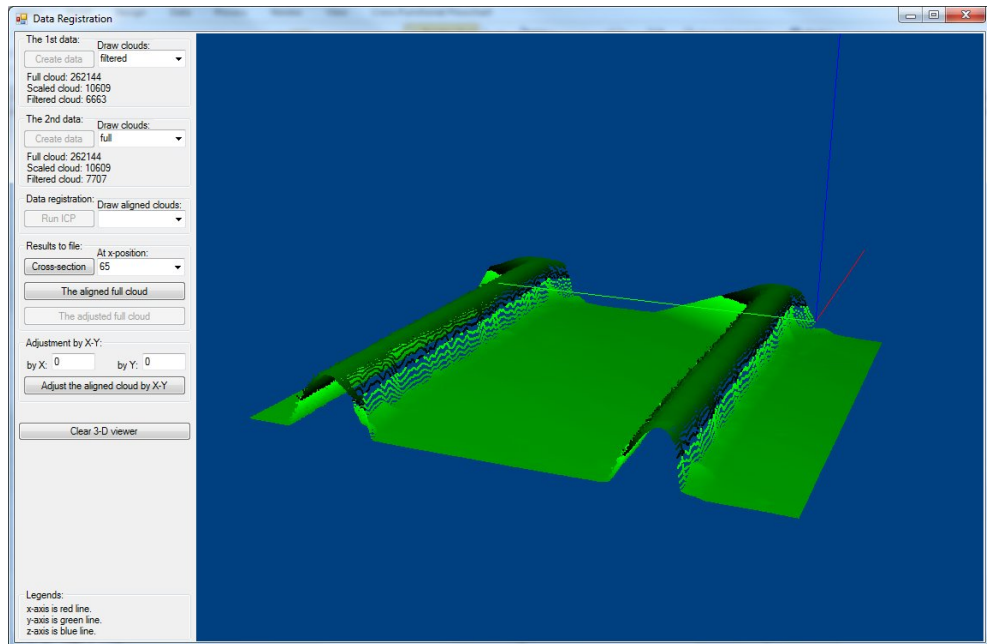


圖 2-31 疊合兩張量測圖像

(4) 以 cross-section 剖面疊合數據，進行軟體計算，可得到線寬值。

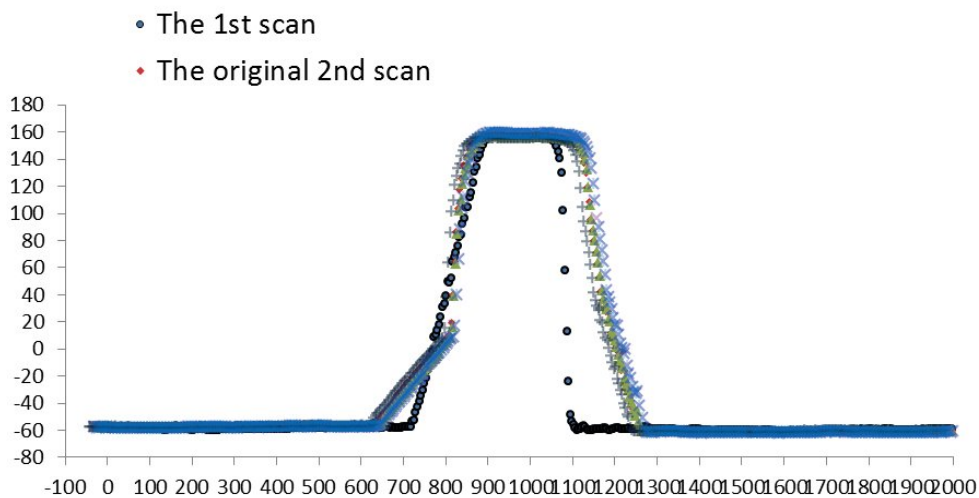


圖 2-32 cross-section 剖面數據疊合結果

2.量測數學模式建立

在做量測不確定度時須先建立量測數學模式。實際在量測線寬時，探針與待校標準件之接觸點位置，會一直變化，假設探針尖端為一圓弧，在量測圖像與使用縫補技術組合影像後，需修正探針直徑。對於尺寸量測系統，進行量測時會受到環境溫度影響，而使得待測尺寸會有熱膨脹影響。引此考慮探針直徑影響與熱膨脹係數可得下列式子：

$$L = (L_m - d)(1 + \alpha\Delta T) \quad (2-18)$$

其中

L_m ：使用 AFM 疊合技術得到線寬值

L ：線寬量測值

α ：待測試片材質的熱膨脹係數

ΔT ：待測試片溫度與 20 °C 之溫度

d ：AFM 探針直徑

同時考慮在量測線寬時，是針對掃描疊合後之影像作拉線求得截面尺寸，拉線時之截面尺寸路徑，與線寬試片邊緣方向之夾角不一定垂直時(角度為 θ)，會造成量測值有餘弦誤差，方程式可修正為：

$$L = (L_m - d) (1 + \alpha \Delta T) \cos \theta \quad (2-19)$$

其中

θ ：量測截面尺寸之拉線路徑與線寬邊緣方向相交角度

在量測時，實驗室環境規格為 $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$ ，所以 $|\Delta T| \leq 1 ^\circ\text{C}$ ，一般試片(Si)之熱膨脹係數 α 為 5.8×10^{-6} ，所以溫度造成膨脹影響為 $5.8 \times 10^{-6} \times L_m$ ，相對於 L_m 而言影響極小，可忽略不計。對於量測線寬時，量測截面尺寸之拉線路徑與線寬邊緣方向相交角度造成量測餘弦誤差，參考圖 5，拉線時，可先拉出與線寬邊緣方向平行線 L_A ，再拉出與 L_A 垂直之截面尺寸拉線 L_B ，因量測軟體會提供拉線角度，所以可以查驗 L_A 與 L_B 是否垂直，依多次測試結果，量測截面尺寸之拉線路徑與線寬邊緣方向相交角度可控制到小於 0.5° 之偏差值。對應於餘弦造成之誤差為 $L_m(1 - \cos\theta) \sim L_m$ ，為 $3.8 \times 10^{-5} \times L_m$ ，相對於 L_m 而言影響極小，可忽略不計。

量測方程式可修正為：

$$L = (L_m - d) \quad (2-20)$$

依據 ISO GUM 之量測不確定度估算方法，待測線寬值 L 的組合標準不確定度 $u_c(L)$ 為

$$u_c^2(L) = \left(\frac{\partial L}{\partial L_m} \right)^2 u^2(L_m) + \left(\frac{\partial L}{\partial d} \right)^2 u^2(d) \quad (2-21)$$

各項的靈敏係數可分別求得如下。

$$\begin{aligned} \frac{\partial L}{\partial L_m} &= 1 \\ \frac{\partial L}{\partial d} &= -1 \end{aligned} \quad (2-22)$$

3.不確定度分析

由上述可得知誤差源除了探針尖端直徑量測誤差外，主要為使用 AFM 疊合技術得到線寬值，對應誤差源為線寬重複性、AFM 定位解析度、AFM 校正追溯、下針時探針尖端損耗、探針量測磨耗、影像疊合誤差等。

(i)線寬重複性之標準不確定度 $u(L_1)$

量測線寬需經過幾個步驟，如量測掃描影像、影像疊合、修正探針直徑等，這些都會有重複性誤差，因個別之重複性無法進行獨立測試而得到，且待測試片本身也會製作不均勻性，故量測 5 個不同位置，以 5 次量測平均值為線寬量測值，所有特性之重複性能以量測 5 次之樣本標準差 X_1 來表示，因線寬量測值是 5 次量測平均值，所以重複性之標準不確定度 $u(L_1)$ 為 $\frac{X_1}{\sqrt{5}}$ ，自由度為 4。

(ii) AFM 定位解析度之標準不確定度 $u(L_2)$

量測線寬時，標稱尺寸為 L 時，對應量測範圍為 A (參考表 2.8)，使用 1024 點量測解析度，計算 AFM 定位解析度為 $\frac{A}{1024}$ nm，此為最大誤差量，估計其機率分布呈矩形分布，則可得 $u(L_2) = \frac{A}{1024 \times 2\sqrt{3}}$ ，估計相對不確定性為 20%，則可得自由度 $\nu(L_2) = 12$ 。

本系統經過評估後，其擴充不確定度表示如下，其中取 95% 的信賴水準，涵蓋因子為 2.14。

本系統經過評估後，其擴充不確定度表示如下，其中取 95% 的信賴水準，涵蓋因子為 2.14。

表 2.8 AFM 定位解析度之標準不確定度

L	量測範圍 $A(\text{nm})$	解析度 (nm)	不確定度 (nm)
$L < 100$	512	0.5	0.14
$100 < L < 200$	1024	1	0.29
$200 < L < 500$	1536	1.5	0.43
$500 < L < 1000$	2560	2.5	0.72

(iii) AFM 校正追溯之標準不確定度 $u(L_3)$

AFM 校正時是以 PTB 之 70 nm 線距標準片進行追溯。線距標準片之一倍標準不確定度為 0.0035 nm，對 2.8 μm 位置點校正(對應追溯不確定度為 $\frac{2.8 \times 0.0035}{0.07} = 0.14$ nm)，

0 到 2.8 μm 位移量進行線性修正，但還有誤差為儀器之非線性部份，參考儀器原廠規格為 0.5%，此為最大誤差量，估計其機率分布呈矩形分布，則可得 $u(L_3)$

$$= \sqrt{\left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L\right)^2 + 0.14^2} , \text{ 估計相對不確定性為 } 20\% , \text{ 則可得自由度 } \nu(L_3) = 12。$$

(iv) 下針時探針尖端損耗之標準不確定度 $u(L_4)$

量測線寬時，AFM 探針下針量測，往往會造成隨機之探針尖端損耗，下針次數至少需 2 次以上，保守估計為 5 次，本實驗以未使用的探針，經實際量測下針之磨耗量，下針 5 次之最大磨耗量為 2.8 nm，此為最大誤差量，估計其機率分布呈矩形分布，則可得 $u(L_4) = \frac{2.8}{2\sqrt{3}} = 0.81 \text{ nm}$ ，估計相對不確定性為 20%，則可得自由度 $\nu(L_4) = 12$ 。

(v) 探針量測磨耗之標準不確定度 $u(L_5)$

量測線寬時，AFM 探針量測一次圖像需掃描 512 條線，往往會造成探針量測磨耗，本實驗以未使用的探針，經實際量測長範圍掃描之磨耗量，可擬合為一線性方程式 $y = 4 \times 10^{-7} \times L_d(\text{nm})$ 來表示磨耗量，其中 L_d 為探針掃描累積長度，且其單位為 nm，除一定要掃描 2 張圖像外，假設其它測試掃描以一個圖像估計，所以對於不同尺寸之線寬量測範圍 $X(\text{nm})$ ，其相對 L_d 可表示為：

$$L_d = X \times 512(\text{掃描線條數}) \times 2(\text{一條線來回各掃描一次}) \times 3(\text{圖像數}) = 3072 \times X$$

探針全程掃描長度所造成磨耗量為：

$$4 \times 10^{-7} \times 3072 \times X = 1.229 \times X \times 10^{-3}$$

估計其機率分布呈矩形分布對應之磨耗量，則可得 $u(L_5) = \frac{1.229 \times X \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}}$ (nm)，估計

相對不確定性為 20%，則可得自由度 $\nu(L_5) = 12$ 。

(vi) 影像疊合誤差之標準不確定度 $u(L_6)$

量測線寬時，需掃描互為旋轉 180 度位置之待測試片，可得到兩張圖像，再以疊合軟體將兩張圖像合而為一，影像疊合主要以線寬試片基底與線寬結構上表面之平坦處為特徵進行疊合，所以疊合誤差會與試片本身形貌有極大關係，在判斷影像疊合誤差，可以掃描圖像表面上之小凸點來進行比較，兩張掃描圖像在疊合時，都有各自座標旋轉與平移向量，但對於微小凸點而言，經不同座標旋轉與平移後，在疊合後，應有一致坐標值，實務上，可以微小凸點之偏移量當成疊合誤差 X_s ，此為最大誤差量，估計其機率分布呈矩形分布，則可得 $u(L_6) = X_s = \frac{X_s}{2\sqrt{3}}$ ，估計相對不確定性為 20%，

則可得自由度 $\nu(L_6) = 12$ 。

(vii) 探針尖端直徑量測誤差之標準不確定度 $u(d)$

量測線寬時，在完成兩張圖像疊合後，需再扣除探針尖端直徑，才能得到量測線

寬，完成量測掃描後，將 AFM 探針以 SEM 量測形貌，可得到探針尖端直徑，這部份量測不確定度包含 SEM 量測不確定度與數據分析探針尖端直徑重複性，參考 SEM 量測線距之量測不確定度：

70 nm 線距 < 700 nm : 0.15 nm (一倍標準不確定度)

重複進行數據分析探針尖端直徑，可得到標準差之重複性為 0.87 nm，合併這兩項，可得到不確定度 $u(d)$ 為：

0 nm 線距 < 700 nm : $u(d) = 0.88$ nm (一倍標準不確定度)

估計相對不確定性為 20 %，則可得自由度 $\nu(d) = 12$ 。

4. 組合標準不確定度

依據 ISO GUM 對不確定度之估算方法，組合標準不確定度為

$$u_c^2(L) = \left(\frac{\partial L}{\partial L_m}\right)^2 u^2(L_m) + \left(\frac{\partial L}{\partial d}\right)^2 u^2(d) \quad (2-23)$$

將上述計算結果帶入並以保守估計可得組合標準不確定度

$$u_c = [1.67^2 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}}\right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L\right)^2 + X_2^2]^{1/2} \quad (2-24)$$

5. 擴充不確定度

擴充不確定度為組合標準不確定度與涵蓋因子之乘積，而涵蓋因子係由有效自由度所對應之 t 值求得。有效自由度可應用 Welch-Satterthwaite 公式計算，在信賴水準為 95 % 下所對應之涵蓋因子 k 與擴充不確定度如下(參考表 2-9 與表 2-10 為量測 50 nm 線寬與 800 nm 線寬之不確定度分析表，以保守估計採用 $k = 2.14$)

$$u_c = [1.67^2 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}}\right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L\right)^2 + X_2^2]^{1/2} \quad (2-25)$$

有效自由度：15

涵蓋因子： $k = 2.14$

$$U = 2.14 [1.67^2 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}}\right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L\right)^2 + X_2^2]^{1/2} \quad (2-26)$$

表 2-9 不確定度分析表(線寬：50 nm)

不確定度源 x_i	標準不確定度 $u(x_i)$ (nm)	靈敏係數 $\frac{\partial f}{\partial x_i}$	不確定度分量 $\left \frac{\partial f}{\partial x_i} \right u(x_i)$ (nm)	自由度 $\nu(x_i)$
線寬量測儀讀值 $u(L_m)$	1.37	1	1.37	29
線寬重複性之標準不 確定度 $u(L_1)$	0.50			4
AFM 定位解析度之標 準不確定度 $u(L_2)$	0.14			12
AFM 校正追溯之標準 不確定度 $u(L_3)$	0.16			12
下針時探針尖端損耗 之標準不確定度 $u(L_4)$	0.81			12
探針量測磨耗之標準 不確定度 $u(L_5)$	0.18			12
影像疊合誤差之標準 不確定度 $u(L_6)$	0.95			12
探針尖端直徑量測誤 差之標準不確定度 $u(d)$	0.88	-1		41
<p>組合標準不確定度 $u_c = 1.63$ nm</p> <p>有效自由度 $\nu_{\text{eff}} = 42$, 涵蓋因子 $k = 2.02$</p> <p>擴充不確定度 $U = 3.30$ nm</p> <p>(95 %信賴水準)</p> <p>註 :線寬重複性之樣本標準差為 1.12 nm</p> <p>影像疊合時之微小凸點偏差為 3.29 nm</p> <p>$L = 50$ nm</p>				

表 2-10 不確定度分析表(線寬：800 nm)

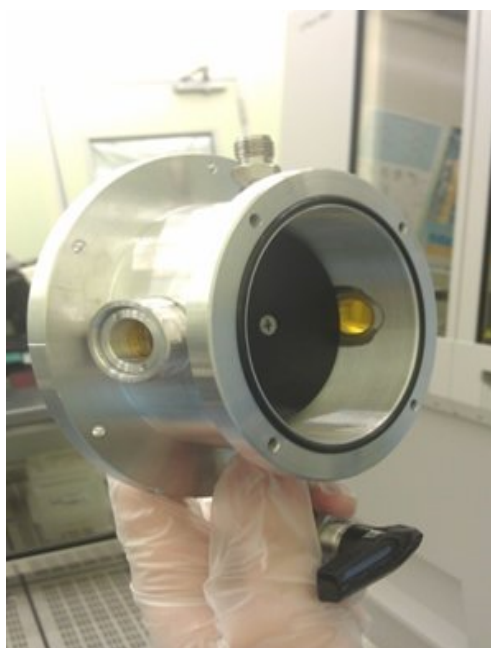
不確定度源 x_i	標準不確定度 $u(x_i)$ (nm)	靈敏係數 $\frac{\partial f}{\partial x_i}$	不確定度分量 $\left \frac{\partial f}{\partial x_i} \right u(x_i)$ (nm)	自由 度 $\nu(x_i)$
線寬量測儀讀值 $u(L_m)$	9.24	1	9.24	15
線寬重複性之標準不 確定度 $u(L_1)$	2.24			4
AFM 定位解析度之 標準不確定度 $u(L_2)$	0.72			12
AFM 校正追溯之標 準不確定度 $u(L_3)$	1.16			12
下針時探針尖端損耗 之標準不確定度 $u(L_4)$	0.81			12
探針量測磨耗之標準 不確定度 $u(L_5)$	0.91			12
影像疊合誤差之標準 不確定度 $u(L_6)$	0.88			12
探針尖端直徑量測誤 差之標準不確定度 $u(d)$	0.88	-1		15
<p>組合標準不確定度 $u_c = 9.24$ nm</p> <p>有效自由度 $\nu_{\text{eff}} = 15$, 涵蓋因子 $k = 2.14$</p> <p>擴充不確定度 $U = 19.78$ nm</p> <p>(95 %信賴水準)</p> <p>註 :線寬重複性之樣本標準差為 5.02 nm</p> <p>影像疊合時之微小凸點偏差為 30.25 nm</p> <p>$L = 800$ nm</p>				

(二) 薄膜表面特徵量測標準技術建立

(1) 腔體的 X-ray window 材質對 X-ray 的吸收率過高

由於密閉腔體的加工限制，起先以疊合的 Kapton 高分子材料做 X-ray window，疊合總厚度約 2 mm，使得 X-ray 強度大為降低；之後以單層 Kapton 薄片取代，一方面降低通入氣體流量(由原本 20000 sccm 降低至 1000 sccm)與抽氣時間(至幾十分鐘)，一方面單層 Kapton 材料延展性佳，能承受腔體內部氣流產生的變化程度，因此也提升了 X-ray 的可分析強度，如圖 2-33 所示。

(a)



(b)

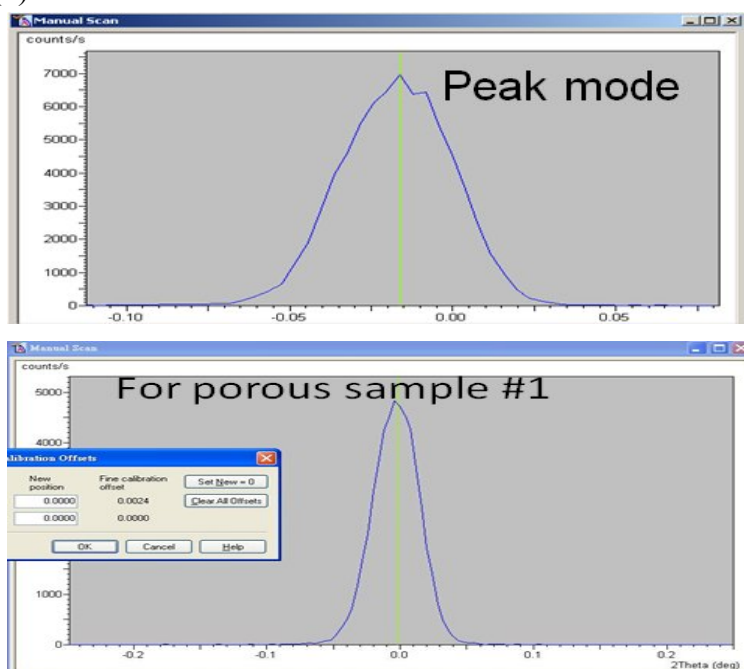


圖 2-33 (a)密閉腔體搭配 Kapton 高分子薄膜的 X-ray window，(b)X-ray 直射偵測器(加上衰減片)的強度由 7000 CPS 降低至 5000 CPS(透過 Kapton)的強度。

(2) 氣流流量受限於腔體及試片大小

XRR Goniometer 的載台為 $\pm 90^\circ$ 的旋轉台，受限於載重，密閉腔體需控制總重為 0.5 kg 左右，因此需降低原本大容量的氣體流量控制器，以增加流量解析度，其過程為修改 20 liter 的 MFC 至 1000 sccm 的容量，且通入腔體的總流量也由 1 liter 降低為 100 sccm(如圖 2-34 的說明)，實驗證實能配合 2 cm \times 2 cm 的多孔性薄膜試片，得到隨氣體比例變化的吸附/脫附曲線(約 7~10 個氣體比例)。

(a)改善前



(b)改善後



圖 2-34 氣體流量控制器由(a)單位 SLM 改為(b)單位 SCCM，總流量並由原 1 liter 降低為 100 sccm，以配合密閉腔體及試片大小的限制。

(3) 通氣時的腔體氣壓恆定問題

甲苯氣體具揮發性，因此必須在完全密閉的腔體進行通氣，並配合抽氣幫浦以排除氣體。當通入氣體只有 100 sccm 的流量，維持 6 min 左右的氣流恆定與 6 min 左右的程式量測時間，依 2-35 圖中壓力計所示，在 100 sccm 時的壓力顯示與空氣中一大氣壓下相同(± 0.00 bar)，因此可以確定量測過程在一大氣壓下進行。

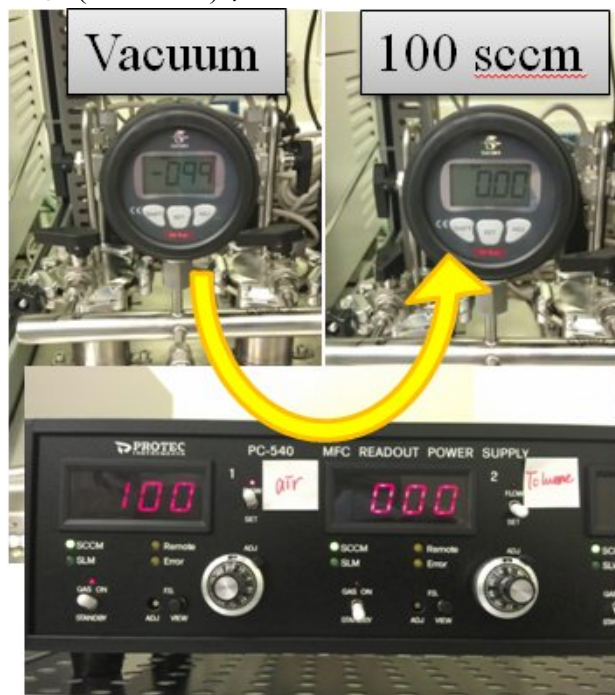


圖 2-35 密閉腔體在幫浦抽氣(左)與通入氣體(右)的壓力變化情形。

(三) 奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立

薄膜製程中難免會產生缺陷，此缺陷往往為影響產品元件良率與可靠度的關鍵。為瞭解缺陷對薄膜材料的影響，破壞韌性即為薄膜材料延伸存在缺陷時所需要的應力指標。在本次薄膜破壞韌性研究中，透過設計與黃光微影製程形成微小裂縫，用以找出缺陷對薄膜材料機械性質之影響，透過試驗與模擬驗證缺口大小與幾何形狀之影響。藉由本研究，將有助於瞭解薄膜在預裂縫破壞後受力變形的機械行為，進而尋找適合的參考材料，對未來薄膜破壞韌性量測標準的建立有所助益。用以強化國家實驗室技術能力與擴充量測技術提供產業界所需的檢測能力

【待改善之處】

(一) 薄膜結構參數量測標準及參數量測標準及參考物質量測技術建立

在量測線寬過程中，由於試片放至於傾斜台上會造成試片兩旁高度落差，在現今掃描載台上有高度限制下，會限制試片尺寸大小。因此於明年度改良成計量型 AFM 時，更換之移動載台相對於現今載台需減少其高度，以及增加傾斜台斜面面積，以增加量測片尺寸之大小。另外掃描線寬結構對探針損耗過大，在需要掃描兩張高解析度圖像之情況下容易於掃描過程中造成探針損壞，導致需更換新探針再重新掃描試片。此問題希望藉由之後機台原廠更新操作軟體時，提高探針掃描振幅最高限制值。因相同探針頻率及掃描速率下，振幅越高使探針與樣品結構接觸時間越少，此情況下越能降低探針磨損。

(二) 薄膜表面特徵量測標準技術建立

目前進行的多孔性薄膜吸附/脫附氣體實驗，分析觀察其膜厚變化時，由於是 PECVD 鍍製的低介電(Low-k)薄膜，因此膜厚變化均 $<1\%$ ，根據 NIST Practice guide[2-7]，膜厚膨脹效應(Swelling effect)應可忽略，對於半導體以外應用的多孔性薄膜需陸續研究其結構性質是否與氣體有交互影響，以確認量測品質。薄膜的多孔性結構需以其他檢測儀器輔佐驗證，如：穿透式顯微鏡(TEM)，雖以 X-ray 的尺度來說比 TEM 大很多，因此是較能展現試片的平均狀況，其他檢測工具則能提供局部結構現象以提供 XRP 的數據說明(如：孔隙結構造成吸附/脫附的遲滯現象等)。

根據多次再現性及重複性的實驗結果，得到的孔隙率與孔隙尺寸均有再現性，然而獨立的實驗數據顯示，試片的飽和吸收氣體比例有落差，因此期望增加的 DUV-UV 頻譜儀能輔助確認氣體流量控制器的氣體流量線性比例，尤其是通入到密閉腔體內的氣體比例監控。

(三) 奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立

在材料機械性質破壞韌性的量測上，目前雖有標準量測規範。但並無特定針對薄膜材料的破壞韌性量測準則。主要為薄膜材料屬於平面應力狀態，而規範中的材料大都為平面應變狀態。本次研究採用的高分子薄膜，由於薄膜尺寸效應($<1\ \mu\text{m}$)與材料

特性造成殘留應力影響十分明顯，試片產生捲曲現象，增加試驗量測與數據分析的困難性。本研究亦嘗試製作厚度 300 nm 的高分子薄膜試片，但試片狀況條件不佳。雖然，配合透過有限元素軟體的分析，用以輔助說明量測結果的可靠性，但在試驗量測數據計算的再現性結果不甚理想。因此，未來在此题目的探究上，需尋找更穩定的高分子參考材料作為研究標的。另一方面，對於不同種類的薄膜材料，在參考材料(Reference materials)的選取上亦需更進一步的探討與研究。

【後續工作構想及重點】

(一)薄膜結構參數量測標準及參數量測標準及參考物質量測技術建立

隨著線寬製程愈小，如 30 nm 或 22 nm 線寬製程，AFM 探針尺寸最小為 2~5 nm，對 CD 量測時造成誤差影響量相對而言會愈大，但 CD-SEM 會損壞試片形貌，而 TEM 則一定要切片才能量測，所以用 AFM 量測 CD 參數有其必要性。

應用於 50 nm 線寬以下試片，探針形貌、尺寸會是影響量測不確定度最重要影響因素。使用 superahsrp 超細探針，有較小的尖端直徑，但也因此較易磨耗探針尖端；探針耐磨性經鍍膜單分子薄膜層，可得到明顯改善尖端高度磨耗；深入研究，使用鍍膜探針，如何線上即時得到探針形貌，進而直接修正掃描量測影像，以提昇量測精度。因此未來研究主要課題為 AFM 探針形貌即時鑑別、探針形貌對量測結果之修正方法。

(二)薄膜表面特徵量測標準技術建立

多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置(mass flow system) (流量大小為 20000 sccm N₂)。

多孔性材料薄膜之孔徑量測研究(主要孔徑大小為 2 nm)。

在(a)吸附/(b)脫附曲線(如圖 2-29)可以發現光強度的落差很大，甚至光強度超過 Critical angle 時的強度(cps)。一般來說，當 X-ray 沿 Omega(橫軸)掃描試片時，超過臨界角(Critical angle)，代表 X-ray 脫離外部全反射(External total reflection)開始進入薄膜，因此根據穿透深度的定義，一部份的 X-ray 即被薄膜吸收，光強度必定驟降。根據下圖 2-36 所示，尤其在甲苯吸附情形時，光強度超過臨界角時的情況更為嚴重，此部分的物理動態變化情形將值得探討。

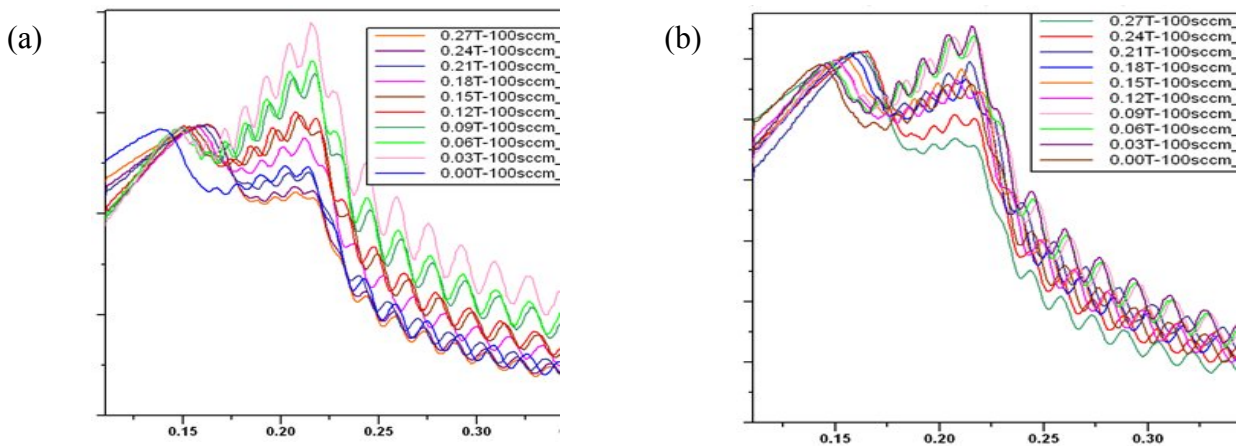


圖 2-36 X-ray 在臨界角(Critical angle)及之後隨 Omega 掃瞄角度的強度變化。(a)甲苯吸附曲線及(b)甲苯脫附曲線

此光譜變化現象目前不影響分析，只要將縱軸以 Linear 或 Square root 分析完密度參數後，接著改縱軸以 Logrithm 分析其週期性變化的曲線，臨界點附近波動的现象將大為減少，因此可以暫時忽略影響。

圖 2-37 為初步以 DUV-UV 光譜儀量測的 100%甲苯蒸氣情形，此量測方法為探針式(Probe)放在密閉試片腔體當中，由於密閉性不是很好，因此甲苯蒸氣對偵測強度顯得稀薄，且解析訊號亦不佳。這部分的實驗結果應該符合左上圖的趨勢變化(non in-situ)，隨甲苯/空氣比例由 0%到 100%的強度增加(參考 NIST Practice guide[2-7])，目的為確認氣體流量控制系統的線性比例，確保通入的氣體比例正確，保障量測品質。

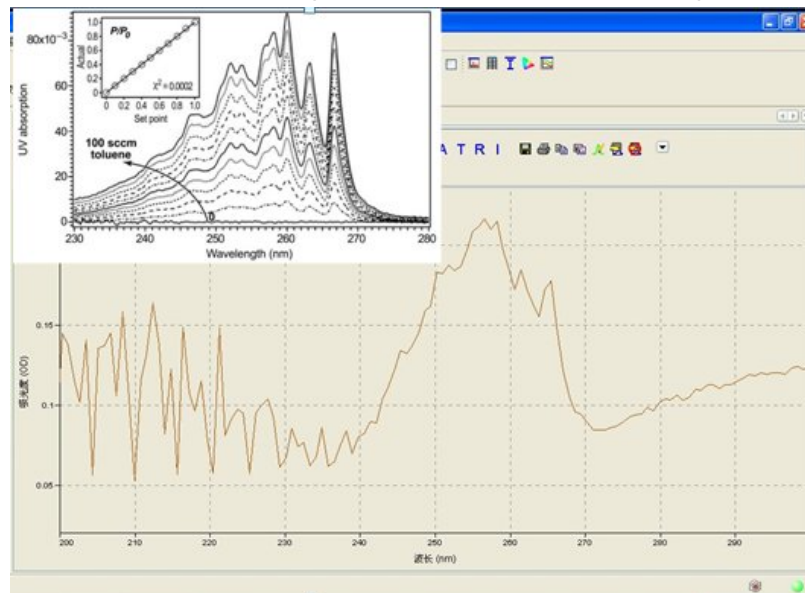


圖 2-37 甲苯激發光譜 240 nm~ 270 nm 的波長範圍。

目前孔徑尺寸分析的部分皆以一連串的氣體吸附/脫附作函數 Curve fitting 分析，非獨立氣體比例下的結果，因此單次實驗中只要具有趨勢，再現性分析的結果均呈現一致結果，所以此部分將可深入研究，並配合密閉式石英腔體(Quartz cell)，增加甲苯蒸氣的分析濃度，以確保量測參數一致。

(三)奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立

在本研究中對於薄膜破壞韌性量測，藉由試驗與模擬有初步的探討與瞭解。然而，目前在破壞韌性量測上仍以平面應變的規範準則為主。對於實際屬於平面應力狀態的薄膜而言，現有規範的適用性仍有待商榷，為解決此一問題，後續仍需投入進行探討。由於，薄膜材料的種類甚多，如高分子、金屬或是介電薄膜等。在量測性質的方法上配合薄膜材料的種類調整應該被加以考慮，而制訂相關量測標準方法亦為未來工作的努力方向。

另外，對於目前國際上量測薄膜機械性質規範如何落實至國內產業上亦是重點。本年度除將已進行校正的奈米壓痕量測系統參與 VAMAS 國際比對活動外，並邀請國內專家學者共同完成奈米壓痕量測規範 ISO 14577 的繁體中文化版本。這兩項工作的完成將有助於協助未來國內奈米壓痕量測規範的制訂。後續將進行國內奈米壓痕量測規範草案的撰寫，使得量測技術有一致性，以提昇國內的產業研發能力

三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫

【本年度目標】

- (一)協助奈米諮議會及各標準工作組(TWA)的運作推動，並促進跨領域的標準組織間之合作和建立聯合工作計畫與制定互補的標準。
- (二)重點參加 ISO/IEC/VAMAS/ANF 之 TC 相關會議、參與國際標準之制定、奈米相關國際標準文件資料之蒐集整理、更新國際奈米相關標準之發展資訊、徵詢國內對發展中提案意見、並依各個國際標準組織規定的流程對提案作意見陳述或修改提案內容。

【本年度成果】

- (一)奈米諮議會運作，整合國內的奈米標準的意見與需求。

諮議會於 FY98 由奈米國家型科技計畫辦公室、經濟部標準檢驗局指導設立，並委由工研院量測技術發展中心擔任秘書處，協助奈米標準技術諮議會之運作。目前有標準檢驗局、國衛院、環保署、工研院、電機電子公會、機器工業公會、台灣奈米技術產業發展協會、SEMI 台灣、微系統暨奈米科技協會、國家奈米元件實驗室、國家儀器科技研究中心、台大、成大、台積電、台灣永光化學、漢民科技、UL 台灣、閎康科技等奈米技術相關產政學研專家學者參加，並有諮議會三十位代表。奈米標準技術諮議會的成立，為國內外之奈米標準提供更多之貢獻及指導，我國奈米標準的制訂，將參照國內外需求，由國內專家學者組成技術工作組，起草制訂相關奈米標準，並藉諮議會作為與國際標準協調平台的運作，讓奈米標準的訂定與國際同步，同時讓台灣新興的奈米產品與科技產業獲得通行全球的保證。其架構經三年的運作，確定有 30 個組織會員，國內有 4 個工作組(TWAs)，共約 40 餘位專家，國外對應 ISO/IEC/VAMAS 等國際標準組織共有 10 專家，ISO/IEC 是以外部聯盟(Asia Nano Forum, ANF)的方式參與，VAMAS 是以工研院量測中心為會員直接參與。目前參與了超過 50 個以上國際標準的討論，帶回一手資訊，並推展主持標準案進行，至 2012 標準制定進展簡要如下：

TNS M017001-2012	奈米產品：表面粒子尺度測定法 - 掃描式電子顯微鏡	2012 出版
TNS A001001-2013	「奈米技術—奈米體(nano-objects)的術語與應義 - 奈米顆粒(nanoparticle)、奈米纖維(nanofibre)及奈米板(nanoplate)」	2013 出版
新提案	「奈米技術 - 詞彙 - 第三部分 - 碳奈米體」	2012/11
新提案	奈米壓痕量測標準	2012/11
新提案	TEM 液態奈米粒子量測標準	2012/11

IEC TS 62844 新提案	「Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products」	2012/10
---------------------	---	---------

FY101 第一次 TNSC 會議

台灣奈米標準技術諮議會 (Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 2012 年 7 月 19 日在台灣金融研訓院 501 室舉行 101 年第一次會議，由奈米國家型科技計畫總主持人吳重雨主持，會中進行諮議會技術工作組及秘書處工作報告與資料分享、TNSC 標準案討論、TNSC 標準文件內容授權其它單位使用案，會議主要結論：

1. 標準案：“奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板”投票結果討論
 結論：最終階段投票表決結果，同意票 18 票，不同意票 0 票，棄權 0 票，12 人未投票。本案通過審批草案階段。
 後續作業：勘誤後出版。暫不申請 CNS，主要之考量為 ISO 3 年 review cycle 中/CNS 對 ISO/TS policy 尚未確定。
2. TNSC 標準文件內容授權其它單位使用案
 案由：“奈米標章”之規範欲使用 TNSC 標準之內容，故請求諮議會授權 TNSC 標準文件內容授權其單位使用
 提案內容：授權秘書處，處理 TNSC 標準文件內容授權其它單位使用事宜，授權單位以政府相關部門及計畫執行單位為主，並以之互惠為原則。
 結論：無異議通過。(適用於奈米標章執行單位)
3. 諮議會技術工作組 1(TWA1)新任主席核定案(工研院奈米中心主任陳聯泰)
 結論：無異議通過，同意工研院奈米中心主任陳聯泰接任技術工作組 1 主席。

FY101 第二次 TNSC 會議

台灣奈米標準技術諮議會 (Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 2012 年 12 月 17 日在台灣金融研訓院舉行 101 年第二次會議，由奈米國家型科技計畫總主持人吳重雨主持，會中進行諮議會技術工作組及秘書處工作報告與資料分享、TNSC 標準案討論、新會員申請、舊會員出會等，會議主要結論：

1. 確認中科院材化應用所成為會員、確認工研院奈米中心出會(因中心改組後消失)
2. 諮議會技術工作組 1(TWA1)主席核定案：由工研院蘇宗燦所長回任。
3. 確認各工作組新工作提案。

100 年台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)各技術工作組(TWA)工作成果

TWA 1 部份

(1)奈米標準技術第一工作組(TWA 1)簡介：

- 成立宗旨：奈米技術標準之規劃、制訂與相關研究工作
- 奈米標準技術第一工作組任務：負責 Terminology and Nomenclature 技術
規劃、制訂活動之辦理
- 成立奈米標準技術第一工作組成員共 10 位(不含秘書)，來自研究單位代表比例占 10%、
學界單位代表比例占 50%及政府主管機關代表比例占 40%。

第一工作組成員：

主席：蘇宗燦 所長(工研院材料與化工研究所)		秘書：黃煌琦
第一工作組成員	單位代表	職稱
吳國龍	經濟部標準檢驗局	技正
阮國棟	行政院環境保護署環境檢驗所	所長
張宣武	行政院環境保護署永續發展室	組長
林慶隆	國家教育研究院編譯發展中心	主任
林鴻明	大同大學材料工程學系	教授
楊美惠	台灣大學化學系	教授
葉孟考	清華大學動力機械工程學系	教授
洪肇嘉	雲林科技大學環境與安全衛生工程系	教授
黃萬居	台北市立教育大學應用物理暨化學系	教授

(2)第一工作組活動與進度：

ISO/TS 27687:2008 — Nanotechnologies — Terminology and definitions for nano-objects — Nanoparticle, nanofibre and nanoplate 中文化文件，“奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板”投票結果確認與討論。本案通過審批草案階段。

後續作業：

- 勘誤後出版
- 暫不申請 CNS，主要之考量為
 - ISO 每 3 年 review cycle 中。
 - CNS 對 ISO/TS policy 尚未確定。
- 奈米技術一詞彙 – 第三部份—碳奈米體 (ISO/TS 80004-3: 2010— Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects)
中文化已完成，於 101 年 7 月或 8 月，提送 TNSC 進行徵詢階段(Draft Council Standard (DCS))。
- Nano-product 相關詞彙成立 Taskforce，由林鴻明 教授擔任 Leader。負責 Taskforce 之專

家成員遴選並即時進行討論。

- 第一次會議召開：101年1月18日(星期三)下午14:00~16:00

假於工業技術研究院光復院區6館202會議室辦理

- 會議內容探討：
- A. 主席致詞及 ISO TC229 去年下半年會議 WG1 進展分享
 - B. ISO/TC 229JWG1 已發行之標準文件中文化優先順序討論
 - C. Nano-product 相關詞彙(成立 Taskforce 或立項與否)討論
 - D. 討論議題

已中文化標準案說明與討論

1. 奈米技術 - 奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板(ISO/TS 27687: Nanotechnologies- Terminology and definitions for nano-objects–Nanoparticles, Nanofiber and Nanoplate)
2. 奈米技術 — 詞彙 — 第三部分 — 碳奈米體(Carbon nano-objects)
(ISO/TS 80004-3:2010, Nanotechnologies – Vocabulary –Part 3 : Carbon nano-objects)

會議總結： A. ISO/TC 229JWG1 已發行之標準文件中文化優先順序為

- a. ISO/TS 80004-1:2010 Nanotechnologies -- Vocabulary -- Part 1: Core terms
- b. ISO/TS 80004-7:2011 Nanotechnologies -- Vocabulary -- Part 7: Diagnostics and therapeutics for healthcare
- c. ISO/TR 11360:2010 Nanotechnologies -- Methodology for the classification and categorization of nanomaterials
- d. ISO/TR 12802:2010 Nanotechnologies -- Model taxonomic framework for use in developing vocabularies -- Core concepts

4份文件先購買取得正式版本，其中兩份TS文件由秘書處於3個月內，完成中譯初稿。兩份TR文件不翻譯，以英文版提供委員參閱。

B. Nano-product 相關詞彙成立 Taskforce，由林鴻明教授擔任 Leader。負責 Taskforce 之專家成員遴選並即時進行討論。

C. 兩份已中文化之標準案，

- a. 奈米技術 - 奈米體的術語與定義 - 奈米顆粒、奈米纖維及奈米板將於今年6月提交 TNSC 委員投票表決(階段5 審定階段)。
- b. 奈米技術 — 詞彙 — 第三部分 — 碳奈米體(Carbon nano-objects) 將於今年提交 TNSC 委員審閱(階段4 徵詢階段)。

中文化文件出版日以 TNSC 委員投票表決通過日為準。

- 第二次會議召開：101 年 11 月 27 日（二）下午 14:00 ~ 16:00
假於工業技術研究院光復院區 6 館 202 會議室辦理
會議內容探討：A. 主席致詞及 ISO TC229 今年上半年會議 WG1 進展分享
B. ISO/TC 229JWG1 之進展報告
C. Nano-product 詞彙(定義)之進展說明與討論(林鴻明教授)
D. 討論議題 新工作提案討論 (ISO 規範中文化)

會議總結：A. Nano-product 相關詞彙後續應成立新工作提案。

B. 成立新工作提案 中文化 ISO/TS 80004-1

Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1：Core terms

TWA 2 部份

(1)奈米標準技術第二工作組(TWA 2)簡介：

- 成立宗旨：奈米標準之規劃、制訂與相關研究工作
- 奈米標準技術第二工作組任務：負責 Measurement and Characterization 技術
規劃、制訂活動之辦理
- 成立奈米標準技術第二工作組成員共 9 位(不含秘書)，來自研究單位代表比例占 56%、
學界單位代表比例占 22%及產業界代表比例占 22%。

第二工作組成員：

主席：彭國勝 組長(國家度量衡標準實驗室)		秘書：金瑞熙
第二工作組成員		
林仁輝	成功大學微奈米科技研究中心	中心主任
李紫原	清華大學奈微與材料科技中心	中心副主任
謝詠芬	閎康科技股份有限公司	總經理
林進祥	台灣積體電路製造股份有限公司 製造技術中心	處長
蕭銘華	財團法人國家實驗研究院儀器科技研 究中心 微奈米加工技術廠	廠長
馬振基	清華大學工學院分子工程學系	教授
陳朝榮	工業技術研究院量測技術發展中心 長度研究室	正工程師
傅尉恩	工業技術研究院量測技術發展中心 長度研究室	研究員
姚斌誠	工業技術研究院量測技術發展中心	研究員

主席：彭國勝 組長(國家度量衡標準實驗室)		秘書：金瑞熙
第二工作組成員		
	主任室產業標準推動辦公室	

(2)第二工作組活動與進度：

- 第一次會議召開：101年7月12日(四)下午2時00分~4時00分假儀科中心綜合會議室(新竹市科學園區研發六路20號)辦理

會議內容探討：A.主席致詞(略)

B.TNSC與ISO標準制訂近況報告(略)

C.新申請工作提案說明與審議--奈米壓痕規範草案制定:

D.儀科中心奈米實驗室技術觀摩:

會議總結：A. 新申請工作提案說明與審議--奈米壓痕規範草案制定:

同意成立 Task Force，由吳忠霖博士擔任召集人並邀請技術專家規劃奈米壓痕規範草案制定事宜。

B. 儀科中心奈米實驗室技術觀摩:

感謝蕭銘華廠長安排此次儀科中心奈米實驗室的技術觀摩，歡迎委員們繼續提供觀摩奈米相關實驗室或工廠的機會以促進技術交流。

TWA 3 部份

(1)奈米標準技術第三工作組(TWA 3)簡介：

- 成立宗旨：奈米技術標準之規劃、制訂與相關研究工作
- 奈米標準技術第三工作組任務：負責 Health, Safety & Environmental issues 技術規劃、制訂活動之辦理
- 成立奈米標準技術第三工作組成員共 11 位(不含秘書)，來自研究單位代表比例占 28%、學界單位代表比例占 36%及政府主管機關代表比例占 36%。

第三工作組成員：

主席：楊重熙 主任(國家衛生研究院 奈米醫學中心)		秘書：黃煌琦
第三工作組成員	單位代表	職稱
陳秋蓉	勞工安全衛生研究所	副所長
劉宗勇	行政院環境保護署永續發展室	執行秘書
蔡春進	國立交通大學環境工程研究所	教授
王德原	行政院衛生署藥物食品檢驗局 第二組三科	科長

主席：楊重熙 主任(國家衛生研究院 奈米醫學中心)		秘書：黃煌琦
第三工作組成員	單位代表	職稱
林雲漢	行政院衛生署科技發展組	博士
廖寶琦	成功大學微奈米科技研究中心	教授
周志輝	國立中興大學食品暨應用生物科技學系	教授
鄭慧文	台北醫學大學藥學系	教授
賴惠敏	工業技術研究院生技與醫藥研究所 中草藥技術組	計畫經理
陳朝榮	工業技術研究院量測技術發展中心 長度研究室	正工程師

(2)第三工作組活動與進度：

- 第一次會議召開：101 年 12 月 5 日（四） 上午 10:00 ~ 12:00 (預計)
進行視訊會議
會議內容探討： A. 主席致詞及 ISO TC229 上半年會議 WG3 進展分享
B. 新申請工作提案說明與審議(液態奈米粒子 TEM 量測標準)。
會議總結：成立液態 TEM 新工作提案。

TWA 4 部份

(1)奈米標準技術第四工作組(TWA 4)簡介：

- 成立宗旨：奈米材料規格標準之規劃、制訂與相關研究工作
- 奈米標準技術第四工作組任務：負責 Material Specifications 技術
規劃、標準制訂活動之辦理
- 奈米標準技術第四工作組成員目前有 6 位(不含秘書)，來自研究單位代表比例占 33%、
學界單位代表比例占 67%。

第四工作組成員：

主席：林唯芳(國立台灣大學高分子科學與工程學研究所)		秘書：金瑞熙
第四工作組成員	單位代表	職稱
蔡豐羽	國立台灣大學材料系	教授
游萃蓉	國立清華大學材料系	教授
洪銘輝	國立清華大學材料系	教授
陳哲陽	工研院材化所	組長
林麗娟	工研院材化所	研究員

(2)第四工作組活動與進度：

- 第一次會議召開：101年11月29日(四)下午14:00~16:00假於台灣大學工學院綜合大樓238室辦理

會議內容探討：A. 主席致詞

B. 討論議題

1. Report the status of ISO nanomaterial specification
2. Discuss the working items of ISO Nanomaterials specifications: (1) Generic Specification for Nanopowder, (2) CNT dispersion determine the conversion of ISO spec to Taiwan Spec.

(二)規劃向 ISO 或 IEC 或 VAMAS 提案項目。

目前已有一項 IEC TC 113 WG3 前置提案 Preliminary Working Item(PWI)提案 ” General quality assessment for nano-electrotechnical products ”，六月已正式向 IEC 要求新工作提案(NWIP)正式投票，9月成案(編號: IEC TS 62844，主持人: 工研院量測中心姚斌誠)，各國對標準案 comments 的回覆，此草案是原主要是希望與建立奈米電機產品的通則性的檢驗標準，經過多次討論後(包含 risk aspects(EHS)部分)，這個部分可與奈米標章的需求相結合並可補足奈米標章不足，各國對標準案 comments 及現場討論之意見來看，主要有幾個看法: 1. 草案的內容過於艱澀(主要是 House of Quality(HOG)部分)，希望能簡化。2. EHS 部分意見過多，主要希望能多引用其他標準及加強 EHS 之描述。根據討論結果，本案預計於下年度春季會議前與各國專家討論修正成第一版之 working Draft(WD) (03/31/2013)，希望在 09/31/2013 有第一版 committee draft(CD)，本案共有六國八名專家。

(三)重點參加 ISO/IEC/VAMAS/ANF 之 TC 相關會議與奈米標準文件制定

國際奈米相關標準文件資料之蒐集整理，更新國際奈米相關標準之發展資訊、徵詢國內對發展中提案意見、並依各個國際標準組織規定的流程對提案作意見陳述或修改提案內容。協調專家參加 ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS 國際奈米標準會議共 7 人次，參與約 50 項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。

ISO TC 229

目前加入這個TC的會員國有34個，觀察會員國有11個，內部聯盟有29個(如IEC TC113, CEN TC352, REMCO及ISO 其它TCs)，外部聯盟有9個(BIPM, ANF, OECD, VAMAS, ECOS, ETUI, EC-JRC, IRMM, IUPAC)，共有4個工作組，已出版標準文件: 24份(3份國際標準(IS)、15份技術規範(TS)、6份技術報告(TR))，正在發展中標準草案文件約 25 份

ISO TC229與IEC TC 113聯合工作組1(JWG1) 目前約有標準案16案

JWG1標題：名詞與術語(Terminology and nomenclature)溝通和促進共同了解。

較為重要的標準案：編號80004系列，目前共有10個標準案，涵蓋核心名詞與術語、奈米物質、奈米...等

ISO TC229與IEC TC 113聯合工作組2(JWG2) 目前約有標準案15案

JWG2標題：測量和特徵檢測(measurement and characterization)

JWG1範疇：奈米技術測量，特徵和測試方法標準的發展，同時考慮到計量和參考物質的需求。

較為重要的標準案為奈米碳管的相關量測標準，共有9個標準案，其它有奈米粒子、奈米計量相關量測標準。

工作組3(WG3) 目前約有標準案13案

WG3標題：健康，安全和環境(EHS)

WG3範疇：以科學為基礎的健康，安全和環保方面的納米技術領域的標準發展。

較為重要的標準案為奈米標示的標準案(PG14)，這個標準案會影響上市的奈米產品的標示規範，其主要標準案發展方向為控制職業暴露於奈米材料的標準方法、確定相對毒性/奈米材料的潛在危害的標準方法、奈米材料的毒理學篩選的標準方法、奈米材料的使用對環境無害的標準方法、確保奈米材料/產品安全的標準方法。

工作組4(WG4) 目前共有標準案6案

WG4標題：材料規格(material specification)

WG4範疇：詳述材料成分和人造奈米材料的性能和特點，不包括重複的領域。

較為重要的標準案發展方向為通用型的奈米材料的描述標準，因WG4成立較晚，故標準案數量較少。

IEC TC 113

目前加入這個TC的會員國有17個，觀察會員國有15個，內部聯盟有7個(如ISO TC229及IEC 其它TCs)，外部聯盟有3個(ANF, IEEE, SEMI)，共有3個工作組，其中工作組1,2與ISO TC 229合作為聯合工作組，已出版標準文件：9份(1份國際標準(IS)、1份技術規範(TS)、1份公開技術規範 (PAS))，正在發展中標準草案文件約 23份

IEC TC 113工作組3(WG3) 目前約有標準案32案

WG3標題：效率評估(performance assessment)

WG3範疇：在奈米電磁及電子產品和系統技術領域的相關的標準化。

較為重要的標準案：奈米碳管電性量測、通用型的奈米材料的電性描述標準、目前朝應用端(如電池、LED、PV等)標準發展。

奈米諮議會(TNSC)

目前加入這個TC的台灣產業機構會員有30個，共有4個工作組，工作組對應ISO TC 229

及IEC TC 113各工作組，已出版標準文件: 2份(國內產業標準)，正在發展中標準草案文件約3份，主要的活動以收集台灣產業意見帶到ISO/IEC討論，並帶回草案內容與專家研究，以便能及時做出反應，部份標準案能在IEC提出，進一步推廣成國際標準。台灣現有奈米標準或規範: TNSC產業標準2個(3個制定中)、CNS名詞術語標準1個(1個量測標準審查中)、CNS光觸媒標準 11個、奈米標章產品規範38個(7個起草中)

表一: ISO TC 229 聯合工作組1(JWG1)標準案

計畫	名稱	狀態
PG01	TS 27687-2008 - Terminology and definitions for nano-objects - Nanoparticle, nanofibre and nanoplate (future TS 80004-2)	Published & revising
PG02	TR 12802-2010 - Nanotechnologies -- Model taxonomic framework for use in developing vocabularies -- Core concepts	Published
PG03	TS 80004-3:2010 Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects	Published
PG04	TR 11360:2010 Nanotechnologies — Methodology for the classification and categorization of nanomaterials	Published
PG05	ISO/TS 80004-1:2010 Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms	Published
PG06	TS 80004-4 - Vocabulary - Part 4 - Nanostructured materials, including nanodispersions	Published
PG07	TS 80004-5 - Vocabulary - Part 5 - Nano/bio interface	Published
PG08	TS 80004-6 - Vocabulary - Part 6 - Nanoscale measurement and instrumentation	Under development
PG09	TS 80004-7 - Vocabulary - Part 7- Diagnostics and therapeutics for healthcare	Published

計畫	名稱	狀態
PG10	TS 80004-8 - Vocabulary - Part 8 - Nanomanufacturing processes	Under development
PG11	TR 14786 - Framework for nomenclature models for nano-objects	Under development
PG12	TR 17302 - Framework for Identifying Vocabulary Development for Nanotechnology Applications in Human Healthcare	Drafting stage
提案	Vocabulary- Part 9: Electrotechnical products and system	Drafting stage
提案	Vocabulary- Part 10: photonics components and system	Drafting stage
提案	Vocabulary for science, technology and innovation indicators	Drafting stage
提案	Nanotechnologies- plain language guide to terminology	Drafting stage

表二: ISO TC 229 聯合工作組2(JWG2)標準案

計畫	名稱	狀態
PG01	TS 10797 Nanotubes -- Use of transmission electron microscopy (TEM) in walled carbon nanotubes (SWCNTs)	Publication process
PG02	TS 10798 Nanotechnologies -- Characterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis	Published
PG03	TS 10868 Nanotechnologies -- Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy	Published
PG04	TS 10867 :2010 Nanotechnologies -- Characterization of single-wall carbon nanotubes using near infrared photoluminescence spectroscopy	Published
PG05	TR 10929 Measurement methods for the characterization of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs)	Published
PG06	TS 11251:2010 Nanotechnologies. Characterization of volatile components in single-wall carbon nanotube samples using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry	Published
PG07	TS 11308 Nanotechnologies -- Use of thermo-gravimetric analysis (TGA) in the purity evaluation of single-walled carbon nanotubes (SWCNT)	Published
PG08	TS 10812 Nanotechnologies -- Use of Raman spectroscopy in the characterization of single-walled carbon nanotubes (SWCNTs)	Cancelled
PG09	TS 11888 Determination of mesoscopic shape factors of multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs)	Published

計畫	名稱	狀態
PG10	DTS 12025 Nanomaterials -- Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols	Under development
PG11	TS 62622 Artificial gratings used in nanotechnology -- Description and measurement of dimensional quality parameters	Under development
PG12	TS 13278 Carbon nanotubes -- Determination of metal impurities in carbon nanotubes (CNTs) using inductively coupled plasma-mass spectroscopy (ICP-MS)	Published
PG13	TS 16195 Nanotechnologies — Guidance for developing test materials consisting of nano-objects in dry powder form	Under development
PG14	TS 17466 Use of UV-Vis Absorption spectroscopy in the Characterization of Cadmium chalcogenide Semiconductor nanoparticles(Quantum Dots)	Drafting stage
PG15	(NWIP passed) Measurement method matrix for nano-objects – The M3 project	Drafting stage

表三: ISO TC 229 聯合工作組3(WG3)標準案

計畫	名稱	狀態
PG01	TR 12885 Health and safety practices in occupational settings relevant nanotechnologies	Published
PG02	ISO 29701 Endotoxin test on nanomaterial samples for in vitro systems, Limulus amoebocyte lysate (LAL) test	Published
PG03	ISO 10801 Nanotechnologies -- Generation of metal nanoparticles for inhalation toxicity testing using the evaporation/condensation method	Published
PG04	ISO 10808 Nanotechnologies — Characterization of nanoparticles in inhalation exposure chambers for inhalation toxicity testing	Published
PG05	TR 13014 Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic assessment	Published
PG06	TS 12901-1 Occupational risk management applied to Engineered nanomaterials Part 1:Principles and approaches	Published
PG07	ISO TR 13121 Nanomaterial Risk Evaluation	Under development
PG08	TS 12901-2 Nanotechnologies - Occupational risk management applied to engineered nanomaterials -- Part 2: Use of the control banding approach	Under development
PG09	TR 13329 Nanomaterials -- Preparation of Material Safety Data Sheet (MSDS)	Under development

計畫	名稱	狀態
PG10	TS 14101 Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method	Under development
PG11	TR 16197 Nanotechnologies - Guidance on toxicological screening methods for manufactured nanomaterials	Under development
PG12	TR 16196 Nanotechnologies - Guidance on sample preparation methods and dosimetry considerations for manufactured nanomaterials	Under development
PG13	NP 16550 Nanoparticles - Determination of muramic acid as a biomarker for silver nanoparticles activity	Drafting stage
PG14	TS 13830 Guidance on the labeling of manufactured nano-objects and products containing manufactured nano-objects	Drafting stage

表四: ISO TC 229 聯合工作組4(WG4)標準案

計畫	名稱	狀態
PG1	ISO/DTS 11931 Nanotechnologies -- Nano-calcium carbonate : Characteristics and measurement methods	Publish soon
PG2	ISO/DTS 11937 Nanotechnologies -- Nano-titanium dioxide : Characteristics and measurement methods	Publish soon
PG3	ISO/TS 12805 Nanotechnologies -- Materials specifications -- Guidance on specifying nano-objects	Published
PG4	TS 11931-2 Nano-calcium carbonate -- Part 2 Specifications in pigments and extenders	Work transferred to WG7 ISO/TC256
PG5	TS 11937-2 Nano-titanium dioxide-- Part 2: Specifications in pigments and extenders	Work transferred to WG7 ISO/TC256
PG6	ISO/DTS 17200 Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form -- Characteristics and measurements	Publish soon

表五: IEC TC 113工作組3(WG3)標準案

計畫	名稱	狀態
1	IEC/TR 62632 Nanoscale electrical contacts and interconnects	Under development
2	IEC/TS 62659 Nanomanufacturing - Large scale manufacturing for nanoelectronics	Under development
3	IEC/TS 62607-3-1 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 3-1: Luminescent nanoparticles - Quantum efficiency	Under development
4	IEC/TS 62607-4-1 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-1 Cathode nanomaterials for lithium ion batteries - Electrochemical characterisation, 2-electrode cell method	Under development
5	PNW 113-145 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products	Preliminary New Work Item
6	PNW/TS 113-148 Standardization of test samples for carrier transport measurements in thin-film organic/nano electronic devices	Preliminary New Work Item
7	PWI 113-128 Nanotechnologies - Reliability Assessment of Nano-Enabled Photovoltaic Devices	Preliminary Work Item
8	IEC 62565-3-1 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 3-1: Graphene - Blank detail specification	Preliminary Work Item
9	IEC 62565-3-2 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 3-2: Graphene - Detail specification for nano-ink	Preliminary Work Item

計畫	名稱	狀態
10	IEC 62565-4-1 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 4-1: Cadmium chalcogenide semiconductor nanoparticles (quantum dots) - Blank detail specification	Preliminary Work Item
11	IEC 62565-4-2 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 4-2: Cadmium chalcogenide semiconductor nanoparticles (quantum dots) - Detail specification for lighting applications	Preliminary Work Item
12	PWI/TR 113-68 Framework for Nomenclature Models for Nano-objects within IEC/TC 113/ISO/TC 229/JWG 1	Preliminary Work Item
13	PWI/TR 113-70 IEC nano-electechnology Standards Roadmap	Preliminary Work Item
14	PWI/TR 62565-1 Nanomanufacturing - Material specifications, Part 1 - Basic concept	Preliminary Work Item

表六: TNSC標準案

計畫	名稱	狀態
TNS M017001:2012	奈米產品：表面粒子尺度測定法 - 掃描式電子顯微鏡	出版
TNS A001001	「奈米技術—奈米體(nano-objects)的術語與應義 - 奈米顆粒(nanoparticle)、奈米纖維(nanofibre)及奈米板(nanoplate)」	出版中
新提案	「奈米技術 - 詞彙 - 第三部分 - 碳奈米體(carbon nano-objects)」	Under development
新提案	奈米壓痕量測標準	Under development
CNS 申請	TNS M017001:2012	審查中
IEC TC 113 NWIP	「Guideline for quality and risk assessment for nano electrotechnical products」	IEC TS 62844

【效益與影響】

奈米產品是新興科技產業，但現今國內外均缺乏相關標準。在全球化經濟的影響下，標準不只是研發生產製造檢驗之依據，也是經貿之採購及驗收依據，它關係著產品的安全、健康環保，所以在相關產業之生產檢驗、經貿及產品安全等檢驗關卡顯得格外重要。

為提升國內奈米相關產業的國際競爭力，奈米標準技術諮議會正可作為與國際標準協調的平台，讓標準的訂定與國際同步。支持國內積極發展奈米技術相關標準，建構資訊分享與交流平台，整合各界意見、凝聚共識，促進國內奈米產業加速發展。

目前奈米國家型科技計畫已進入第二期，會以奈米技術於各產業領域之應用為主，再加上國內最新奈米技術的發展，無論在前瞻研究、產品研發、奈米檢測技術、奈米標章驗證等均達國際尖端水準，所以標準的制訂對奈米產業發展至關重要。奈米標準技術諮議會成立後，更可為國內外的奈米標準提供更多貢獻及指導。

【執行中突破之困難】

台灣儘管在產品研發、製造能力深具優勢，但因非聯合國會員，無法藉由參與國際

標準組織 (ISO)、國際電工委員會 (IEC) 等國際性標準組織活動，主導相關國際標準制定，連帶影響國內業者商機。台灣目前為亞太奈米聯盟 (ANF) 15 個會員經濟體之一；依國際性標準組織架構機制與運作方式，可藉由在國內成立的工作小組，透過 ANF 向 ISO、IEC 提案、提供意見、提供技術內容等方式，參與、影響對台有利的國際標準制定。目前已成為 ISO TC 229 category A liaison 及 IEC TC 113 WG3 category D liaison 會員，可參與第一手標準討論，並有機會加入 IEC TC 113 提案的制定小組。

【後續工作構想及重點】

由於國際標準組織 (ISO、IEC)，以及其他先進國家如美、英、日、中國、以色列等均有標準制訂委員會等機構，並積極制訂奈米相關標準。因此奈米標準技術諮議會之成立及運作，將參考國際標準組織模式，屬於任務型之委員會，負責規劃與審定奈米相關標準的制訂；另一方面，也作為國際標準組織 ISO / TC 229 及國際電工委員會 IEC / TC 113 等奈米國際標準技術委員會所對應的國內委員會，除持續現有之標準制訂計畫，並持續協助制訂相關國際標準。從產業生產鏈發展主軸的展開來看，目前 ISO/TC 229、IEC/TC 113、BIPM、VAMAS、ISO/TC 201 及 ISO/TC 202 等國際標準組織，關注於上游奈米材料部分與奈米儀器方面標準的制定，組成元件的奈米相關標準議題較少著墨，在終端奈米產品方面暫時只有我國大力推動奈米標章的規範以及 IEC TC 113 發展的電磁產品標準，因此 IEC TC 113 產品端的相關標準發展是值得關注之方向。

四、成果與推廣

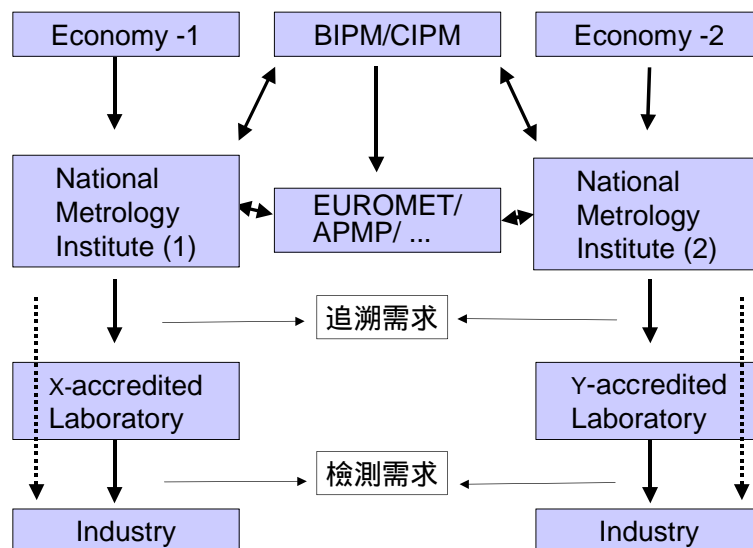
1.年度量化成果

項目		目標值【實際值】			
		奈米粒子/ 線之尺寸 形貌與功 能性量測 標準追溯 分項	薄膜結構 與特性量 測標準追 溯分項	奈米國 際量測 與產品 標準推 動	小計
專利	申請	0【1】件	1【1】件	0【0】件	1【2】件
	獲得	-【0】件	-【1】件	-【0】件	-【1】件
論文	國內期刊	2【7】篇	2【2】篇	0【1】篇	4【10】篇
	國內研討會	3【2】篇	6【1】篇	1【0】篇	10【3】篇
	國外期刊	1【2*】篇 (*含1篇SCI)	2【7*】篇 (*含7篇SCI)	0【0】篇	3【9*】篇 (*含8篇SCI)
	國外研討會	2【3】篇	4【4】篇	0【0】篇	6【7】篇
研究報告	技術	3【5】篇	5【5】篇	0【0】篇	8【10】篇
	訓練	2【2】篇	4【1】篇	2【3】篇	8【6】篇
學術 成就	研究團隊	跨團隊研究(清大、成大、中興、材化所、機械所與量測中心)。			
	博碩士培訓	清大、中興、台科大等共有 10【11】位博碩士參與計畫。			
	辦理學術活動	辦理國內研討會 2【6】場；論壇 2【2】場。			
技術 創新	技術移轉	技轉 2 件 200 千元【東海大學、成大、力昂三案，共 639.571 千元(不含稅)】。			
經濟效 益	共通/檢測技術服務	提供產學研校正服務 200【259】件，金額達 2,964 千元(由 NML 計畫統一繳交國庫)。			
社會影 響	資訊服務	接待參觀實驗室 65【96】人次。			
其他		參與或制訂技術規範或檢測方法 1【3】件			

2.推廣

國家標準實驗室服務業界是藉由標準量值之層層傳遞，間接服務各產業所需，欲直接彰顯其產業效益實屬不易。如圖所示，為能使標準層層傳遞，落實奈米標準量測之追溯，除藉由標準系統校正服務外，本中心因有著標準計量技術及規範之知能，亦協助工研院奈米中心檢測實驗室實驗室認證、辦理 APEC 相關活動辦理，協助工業局奈米標章檢測規範及認證體制之建立，雖不在本計畫之資源下執行，亦非國家標準實驗室之首要任務，但其目的在於完備追溯體系，使標準能順利往下傳遞，期能對國家產業有所助益。

推廣情形如下說明：



(1) 技術移轉：

- 1-1 東海大學 - 奈米拉伸技術於絲線韌性量測授權運用(授權金 110 千元)
- 1-2 成大 - X 光繞射儀量測技術能力建立技術智權運用(授權金 428.571 千元)
- 1-3 力昂 - 奈米量測實驗室合作及專利授權(授權金 101 千元)

(2) 舉辦技術研討會/論壇/參展/說明會

- 2-1 0522 舉辦「奈米粒徑量測技術研討會」，共有 22 家廠商；32 人次參加。
- 2-2 0604 舉辦「奈米壓痕量測技術研討會」，共有 16 家廠商；27

人次參加。

- 2-3 0704 舉辦「奈米計量標準技術論壇-以奈米粒子檢測標準與技術提升產業及民生發展」。
- 2-4 0809 舉辦「奈米薄膜量測技術研討會」，共有 12 家廠商；31 人次參加。
- 2-5 0809 舉辦「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，共有 10 家廠商；29 人次參加。
- 2-6 0920 舉辦「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，共有 11 家廠商；19 人次參加。
- 2-7 0921 舉辦「奈米薄膜量測技術研討會」，共有 9 家廠商；21 人次參加。
- 2-8 1002 舉辦「奈米薄膜標準技術論壇」。

(3) 舉辦 2011-2012 各國家實驗室間之粒徑量測比對活動

- A.背景：2010.11 APMP-TCL 與 WGMM 大會，決議由國家度量衡標準實驗室，擔任國際奈米粒子比對(APMP TCL / WGMM Supplementary comparison on Nanoparticle Size)之 Pilot Lab NMIJ 擔任 Co-pilot Lab。
- B.重要性：為各國國家實驗室間，**首次**針對奈米粒徑量測標準進行比對，有助於國際奈米粒子量測標準的相互調和一致，致使應用於生醫製藥、太陽能電池、電子產品等產品之品質管控、效益提升及環境健康安全的評估。
- C.結果：完成比對事前準備工作，包括各國家實驗室的問卷調查 於 2011 年 4 月邀請各國專家，舉辦國際會議，討論比對細節包括比對儀器、樣本與時程等。並進行樣本分裝與長期穩定性與均一性實驗等工作。量測比對於 2012 年 3 月開始進行，6 月結束。第一版報告(DraftA)於 11 月完成。並訂於 11 月於 APMP 大會上簡報結果。

(4) 參加奈米壓痕國際比對：

- A.緣起：APMP 與 VAMAS 的合作計畫
- B.主辦三單位：KRISS，NIM，NPL
- C.參與單位：包括英、德、法、瑞士、瑞典、西班牙、日本、台灣、大陸、美等國共 18 個實驗室。
- D.樣品：buck tungsten single crystal
buck silica (quartz glass)

bulk aluminium single crystal
 aluminium coating on sapphire (375 nm)
 aluminium coating on sapphire (1400 nm)

E.時程：2012.3.31 完成量測數據回傳。

F.比對結果：

KRISS 主辦單位目前仍未寄回相關報告資料，可能尚在整理中。但中心同仁傅尉恩博士參與 KRISS 於今年 09 月份舉辦的第二屆 WGMM 研討會，KRISS 奈米壓痕國際比對主辦負責人 Dr. Han 博士，有對國際比對內容結果進行初步報告，本中心的比對結果重覆性(Repeatable)佳，且皆在管制範圍內。

G.檢討：

目前尚未收到主辦單位的完整報告，故在本報告技術創新項次，已說明此次比對的方式與量測的數據結果。

(5) 計畫迄今新擴建的 10 套國家標準量測系統：角度校正系統-大角度校正系統(D07)、角度校正系統-小角度校正系統(D08)、階高校正系統(D21)、奈米薄膜量測系統 (D22)、奈米壓痕量測系統(N10)、力量比較校正系統(四)(N11)、奈米粒徑量測系統(D26)、微流量量測系統(F11)、晶圓表面奈米微粒粒徑校正系統(D27)、掃描式電子顯微量測系統(D28)，FY101 共提供 259 件的服務、收入 2,964 仟元，共由 NML 計畫統一繳庫。

系統名	服務廠商名/樣品名
角度校正系統-大角度校正系統(D07)	工業技術研究院量測技術發展中心(分度盤)、名家股份有限公司(分度盤) 工業技術研究院量測技術發展中心(分度盤)、漢翔航空工業股份有限公司(多邊規)、久冠測量儀器有限公司(分度盤)、內政部國土測繪中心(分度盤)
角度校正系統-小角度校正系統(D08)	國立中興大學機械系(角度感測器)、財團法人台灣電子檢驗中心(電子水平儀)、原形精密儀器股份有限公司(電子水平儀)、財團法人精密機械研究發展中心(電子水平儀)、亞崴機電股份有限公司(電子水平儀)、工業技術研究院機械與系統研究所(電子水平儀)、台灣檢驗科技股份有限公司(電子水平

	儀)、工業技術研究院量測技術發展中心智慧計量系統實驗室(電子水平儀)、日月光半導體製造股份有限公司原形精密儀器股份有限公司
階高校正系統(D21)	樣品名：階高標準片 三朋儀器股份有限公司 久正光電股份有限公司 工業技術研究院材料與化工研究所 工業技術研究院影像顯示科技中心 中華映管股份有限公司 元太科技工業股份有限公司 友達光電股份有限公司 日月光半導體製造股份有限公司、台灣艾迪科精密化學股份有限公司、台灣杜邦股份有限公司、台灣東洋彩光股份有限公司 台灣積體電路製造股份有限公司 同欣電子工業股份有限公司 旭能光電股份有限公司、艾克爾國際科技股份有限公司 亞太優勢微系統股份有限公司 亞太優勢微系統股份有限公司、和喬科技股份有限公司 奇美電子股份有限公司 旺宏電子股份有限公司 欣興電子股份有限公司、矽品精密工業股份有限公司 南茂科技股份有限公司、茂德科技股份有限公司、凌巨科技股份有限公司 景碩科技股份有限公司、晶元光電股份有限公司、華上光電股份有限公司 華亞科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、華新麗華股份有限公司、隆達電子股份有限公司 新世紀光電股份有限公司、鉅晶電子股份有限公司、頌邦科技股份有限公司 誼虹科技股份有限公司 璨圓光電股份有限公司 禧通科技股份有限公司 聯亞光電工業股份有限公司 聯勝光電股份有限公司 聯華電子股份

	<p>有限公司 8AB 廠、瀚宇彩晶股份有限公司、穩銀科技股份有限公司</p>
<p>奈米薄膜量測系統 (D22)</p>	<p>力晶科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、工業技術研究院能源與環境(二氧化矽薄膜片)、中華映管股份有限公司(線距標準片)、中華映管股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、友達光電股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、日月光半導體製造股份有限公司中壢分公司(二氧化矽薄膜片)、台灣半導體股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、台灣恩智浦半導體股份有限公司(線距標準片)、台灣通用器材股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、台灣嘉碩科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、台灣積體電路製造股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、兆遠科技股份有限公司(線距標準片)、合晶科技股份有限公司(線距標準片)、奇力光電科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、奇美電子股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、旺宏電子股份有限公司(線距標準片)、昇陽光電科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、采鈺科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、南亞科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、南茂科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、英穩達科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、茂迪股份有限公司園區分公司(二氧化矽薄膜片)、凌巨科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、國立成功大學微奈米科技中心(線距標準片)、國立清華大學 奈材中心(線距標準片)、勝華科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、富元精密鍍膜股份有限公司(二氧</p>

	化矽薄膜片)、晶元光電股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、晶元光電股份有限公司(南科廠 S1)(二氧化矽薄膜片)、晶品光電(常州)有限公司(二氧化矽薄膜片)、華信光電科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、新世紀光電股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、新唐科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、瑞晶電子股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、鉅晶電子股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、誼虹科技股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、聯景光電股份有限公司(二氧化矽薄膜片)、聯華電子股份有限公司(二氧化矽薄膜片)
奈米壓痕量測系統(N10)	力晶科技股份有限公司(半導體薄膜)
力量比較校正系統(四)(N11)	中原大學機械系(高分子薄膜)
奈米粒徑量測系統(D26)	尚偉(苯乙烯球)、成大(苯乙烯球)
微流量量測系統(F11)	奇美醫院(光電開關式流量計)、高雄榮總(光電開關式流量計)、巨研科技(光電開關式流量計)、台耀化學(光電開關式流量計)
晶圓表面奈米微粒粒徑校正系統(D27)	國立清華大學(苯乙烯球)
掃描式電子顯微量測系統(D28)	南亞科技(線距標準片)、台積電(線距標準片)、鉅晶電子(線距標準片)、華亞科技(線距標準片)、工研院電光所(線距標準片)

陸、結論與建議

一、奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫

(一)奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質建立

奈米標準計畫中的奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項的主要目的，在於完成奈米粒徑標準參數之量測追溯與計量技術研發，以建立維持國家最高奈米粒徑標準，並透過參與國際比對，獲得國際認可，建立奈米粒徑標準之國際追溯性。其次，配合國家工業、科技

發展，因應產品外銷、政府機構、以及公證團體儀器校正與追溯之需求，進行奈米粒徑標準之建置，構建完整之奈米粒徑標準追溯體系。再者，從事計量標準技術之基礎研究，提升國家實驗室技術能力，使技術生根。國家度量衡標準實驗室在奈米粒子計量標準研究中，已陸續建立動態光散射法、微分電移動度分析法、電重力氣膠平衡法與掃描式電子顯微量測系統等四套奈米粒徑量測系統。其中三套儀器均是假設粒子是圓球狀的特性來量測奈米粒子的直徑，有鑑於產業所大量生產的奈米材料並非全是圓球狀，除量測其粒徑外，也有必要瞭解其形貌，本計畫於 FY98 購買場發射環境掃描式電子顯微鏡，可量測各種形狀的奈米粒子及所量得尺寸，FY99 派員至美國 NIST 研習 SEM 相關量測技術，完成量測系統評估，使 SEM 量測結果能追溯到 SI 單位的公尺定義，並與微分電移動分析法及動態光散射法，用於研究奈米粒子的等效粒徑。同時研究 ISO TC 229 所建議的 8 個奈米粒子量測參數：Physical state of Material (agglomeration/aggregation)、Chemical composition、Size/distribution、Shape、Solubility/Dispersibility、Surface Charge、Surface Area、Surface chemistry 等。本計畫已於 FY93 - FY94 年完成動態光散射法(Dynamic Light Scattering, DLS)量測系統的建置與評估。於 FY95 - FY96 繼續研究靜電力分離法均一化粒徑量測技術，其中已於 FY95 完成微分電移動度分析法(Differential Mobility Analysis, DMA)量測系統及電重力氣膠平衡法(Electro-gravitational Aerosol Balance, EAB)量測系統的建置。FY101 擴展 DMA 系統，建置標準粒子計數器偵測效率校正法，結合 DMA 技術與 FCAE 與凝結粒子計數器(Condensation Particle Counter, CPC)等儀器，完成系統的建置。

從奈米材料被研究出來及應用於工業產品或民生產品後，大家就開始擔心對環境及人體的安全危害，有關奈米材料毒性、環境安全衛生等研究是大眾關心的議題，國際標準組織 ISO 的奈米技術諮議會 TC 229、OECD(Organization for Economic Co-operation and Development)及各國勞工安全衛生組織(如美國 National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH)都認為奈米材料驗證參考物質對奈米技術的研究發展及環境安全衛生相關研究非常重要，國際上量測標準相關機構如凡爾賽先進材料與標準計畫會議 VAMAS(Versailles Project on Advanced Materials and Standards)、歐盟參考物質與量測研究所 IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements)、美國 NIST 等開始製備各種奈米材料驗證參考物質及舉辦奈米材料的國際比對 本計畫已於 FY98 完成 100 nm 至 500

nm 的聚苯乙烯球研製，亦於今年開始研製國內產業所需的奈米粒子驗證參考物質，包括奈米銀粒子及奈米二氧化矽粒子的製程技術，於 FY101 依 ISO Guide 34，開始進行研究驗證流程，及舉辦奈米粒子量測國際比對活動，期能滿足國內奈米標章及奈米技術應用產業的標準追溯需求及達成奈米粒子量測標準的國際一致性。

(二)奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

當系統或零組件的尺寸逐漸趨近奈米等級時，材料的物理特性或是結構的機械特性都將與其在巨觀結構時大不相同，因此奈米微觀力學(Nanomechanics)、奈米磨潤學(Nanotribology)等微觀材料物性與機械性質的量測分析研究，也變為愈來愈重要。奈米微力標準的建立，就是要提供微觀力學研究中，微小力量的標準追溯。此微力標準量測技術結合了微小力量量測、驅動技術與標準追溯方法。其應用範圍將包含微/奈米材料或結構測試中，所有與力量相關之測量。例如：薄膜硬度量測、微/奈米結構之楊氏模數(Young's modulus)量測、微/奈米結構之塑性(plasticity)量測、微懸臂樑之力常數(the force constant of cantilever)量測等。目前國際標準組織 ISO 在微力標準化之相關活動，為探針之正向力常數量測(Surface chemical analysis — Scanning-probe microscopy – Determination of cantilever normal spring constants) [1-12]，負責之工作小組為 ISO TC 201/SC9/WG5，目前之狀態為”Under development”。而現階段之微力國際比對重點，主要也是因應上述未來標準之制定而架構在微懸臂樑之力常數量測上[1-13]。為了日後微力國際比對之參與，本計劃也將於明年 FY102 以此靜電力平衡微力機構，用於微懸臂樑力常數之國際比對量測，研究以微懸臂樑作為微力傳遞標準之可行性，確保微力量測能力之國際等同。

二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

(一)薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術建立

完成建立線寬量測技術，並進行量測方程式、主要不確定度源與最佳量測能力分析，其量測範圍 50 nm 到 1 μm，本量測技術經過評估後，其擴充不確定度表示如下，其中取 95 % 的信賴水準，涵蓋因子為 2.14。

$$U = 2.14 \left[1.672 + \left(\frac{X_1}{\sqrt{5}} \right)^2 + \left(\frac{0.5\%}{2\sqrt{3}} \times L \right)^2 + X_2^2 \right]^{1/2}$$

其中

X_1 ：線寬量測重複性

X_2 ：影像疊合誤差之標準不確定度

L：線寬

將來除依循國際規範達成量測系統穩定與追溯性外，並配合參與國際的比對活動，及進一步修訂符合國內量測標準的規範制定，用以落實於產業面的應用與提昇國家實驗室的技術水準。

(二)薄膜表面特徵量測標準技術建立

本年度已整合氣體流量設備與現有XRR量測技術，規劃並建立X-ray porosimetry量測技術，亦完成一低介電(Low dielectric constant, Low-k)多孔性材料薄膜的孔隙率(Porosity, %)及孔徑尺寸分佈(Pore size distribution, 主要直徑尺寸約1.3 nm)分析研究。藉由氣體吸附/脫附的物理現象，NIST查核片#1的實驗結果 (reflectivity curve) 顯示試片至30%甲苯即飽和，孔隙率約為38%~40%；高斯函數的分佈結果，pore size主峰在1.2~1.3 nm (diameter)；將氣體吸附與脫附實驗結果比較，則無明顯遲滯現象(Hysteresis loop)，表示試片內為獨立奈米孔隙分佈。

下年度將完成此薄膜系統新擴建的不確定度評估技術，增加本系統均勻薄膜量測以外的能量，期望建立孔隙等結構性薄膜的量測能力。

(三)奈米薄膜機電特性與化學性質量測標準技術建立

薄膜材料機械性質量測中，由於待測薄膜的種類繁多與傳統塊材上運用相對應的規範有所差異，對於規範內容的適用性評估值得探究。加上材料計量領域為目前逐漸受到重視的研究議題，在材料計量的國際比對活動與研討會亦增加不少，並且持續受到各國研究計量單位的關注。透過基礎研究有利於培養未來參與制訂及建立新規範的能力。此外，對於不同量測技術如奈米壓痕或奈米拉伸量測系統，針對不同薄膜材料所萃取的機械性質資料庫建立亦為一值得發展的方向。目前，對內強化與擴充現有量測系統的功能性，以提昇國家實驗室的量測能力；對外則達成符合國際量測規範的追溯性與一致性。更進一步制訂符合國內量測標準的規範，用以落實於產、學、研的應用面。

三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫

今年在標準制訂上已有實質的進展，未來我國奈米標準的制訂，將持續現有的計畫，完成標準制定，並加強參照國內外需求，由國內專家學者組成之技術工作組，持續起草制訂相關奈米標準，並藉諮議會作為與國際標準協調平台的運作，讓奈米標準的訂定與國際同步，同時讓台灣新興的奈米產品與科技產業獲得通行全球的保證。奈米標準技術諮議會正可作為與國際標準協調的平台，讓標準的訂定與國際同步；同時積極加強奈米技術相關標準之資訊分享與交流平台，整合各界意見、凝聚

共識，促進國內奈米產業加速發展。透過參加這些設有奈米技術委員會(TC)型態的國際、區域與各國標準化組織，以及特定產業或議題相關之國際同盟組織(如 ANF，亞洲納米論壇)的合作，可以調和奈米的用語與命名、特性測試方法、生醫/環境標準測試方法，免去後續不同地區標準需調和的問題，並將可支持我國推展奈米科技相關之技術開發、社會上公眾的接受度及市場擴散等各面向之效益。除推動國際一流水準的奈米標準，俾便對於奈米技術商品化過程中的每一個階段，能真實地理解與掌握製造過程，確保產品品質，更進一步地，溝通調和國際標準，增進環境、健康與安全等風險評估，藉由具公信力的量測數據，消釋大眾對於奈米產品功效與安全疑慮，從而促進奈米技術的蓬勃發展與商品化。

附 件

附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單.....	151
附件二、國外出差人員一覽表.....	151
附件三、專利成果統計一覽表.....	153
附件四、論文一覽表.....	154
附件五、研究報告一覽表.....	158
附件六、研討會/成果發表會/說明會一覽表.....	160
附件七、研究成果統計表.....	161
附件八、中英文對照表.....	162
附件九、參考文獻索引.....	165
附件十、期末審查意見回覆.....	168

附件一、 新台幣參百萬元以上儀器設備清單

單位：新臺幣仟元

儀器設備名稱	主要功能規格	預算數	單價	數量	總價	計畫執行中之功能
無						

附件二、 國外出差人員一覽表

短期訓練

出差性質	主要內容	出差機構/國家	期間	參加人員姓名	在本計畫擔任之工作	對本計畫之助益	計畫書項次
發表論文	參加第三十一屆美國氣膠學會會議 (American Association for Aerosol Research) 並發表論文。	美國	101.10.07-101.10.15	陳國棟	奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術研究成員	蒐集國際研究進度，並發表國際論文，增加國際能見度。	1
發表論文	參加 IMEKO 2012 World Congress 國際研討會，發表口頭報告與海報型式論文	韓國	101.9.8-101.9.15	陳生瑞	奈米粒子/線功能性量測標準技術研究成員	蒐集國際研究進度，並發表國際論文，增加國際能見度。	2
發表論文	參加 Thin Film 2012 Conference，進行口頭報告	新加坡	101.7.13-101.7.18	張詠晴	薄膜表面特徵量測標準技術研究成員	蒐集國際研究進度，並發表國際論文，增加國際能見度。	3
參加會議	參加 Asia Pacific Metrology Programme (APMP) 年度會議	紐西蘭	101.11.21-101.11.29	陳生瑞	奈米粒子/線功能性量測標準技術研究成員	透過參與材料計量領域年會，與各國材料計量單位交流有關材料計量的追溯與量測不確定度的評估，來維持在材料計量上的國際等同，以及達成在材料計量量測標準上共識。	4
發表論文	參加 27th Annual	美國	101.10.21-	劉惠中	分項計畫主	蒐集國際研究進度，並發	5

出差性質	主要內容	出差機構/國家	期間	參加人員姓名	在本計畫擔任之工作	對本計畫之助益	計畫書項次
	Meeting of the American Society for Precision Engineering 研討會, 發表論文		101.10.26		持人	表國際論文, 增加國際能見度。	
參加會議	參加 IEC TC 113 上半年 meeting,	日本	101.5.21-101.5.26	姚斌誠	分項計畫主持人	參與國際標準活動, 收集奈米標準發展資料。	6
參加會議	參加 ISO TC229 14th Meeting "Nanotechnologies" & Working groups 會議	義大利	101.6.9-101.6.17	姚斌誠	分項計畫主持人	參與國際標準活動, 收集奈米標準發展資料。	7
參加會議	參加 37th VAMAS Steering Committee (SC37) meetings	南非	101.05.04-101.05.12	傅尉恩	計畫主持人	參與國際標準活動, 收集奈米標準發展資料。	8
參加會議	參加 2012 下半年 IEC TC 113 meeting	美國	101.10.14-101.10.21	姚斌誠	分項計畫主持人	參與國際標準活動, 收集奈米標準發展資料。	9

長期訓練

項次	出差性質	主要內容	出差機構/國家	期間	參加人員姓名	在本計畫擔任之工作	對本計畫之助益
1	客座研究	日本 NMIJ 進行客座研究, 研習氣膠粒子濃度校正系統	日本	101.6.25-101.8.18	陳國棟	奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術研究成員	透過客座研究可加速國內技術升級速率, 有效學習國際之最新技術發展。

附件三、專利成果統計一覽表

專利申請：

類別	專利名稱	申請日期	專利申請國	申請案號	申請人	所屬分項
發明	物件特性量測系統	20120127	美國	13/359,585	劉子安	薄膜
發明	基於靜電式位移偵測與致動技術之力量量測裝置與方法	20120308	美國	13/415,526	陳生瑞、潘小晞	粒子

專利獲證：

類別	專利名稱	申請日期	獲証日	專利申請國	申請案號/專利號碼	申請人	所屬分項
發明	檢測晶圓表面缺陷及微粒之光偏振量測裝置及方法	20070821	20120312	中華民國	96130825 / I357628	劉承揚、劉子安、傅尉恩	薄膜分項

附件四、論文一覽表

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
靜電偵測與致動之微力量測系統	2012/01/01	量測資訊	陳生瑞、潘小晞、林以青	國內期刊	5	中華民國	粒子分項
Inter-Laboratory Comparison of Optical Properties Performed on Intralipid and India Ink	2012/04/28	Biomedical Optics	何信佳	國外期刊	3	美國	粒子分項
微力標準技術之發展專輯前言	2012/01/01	量測資訊	潘小晞、陳生瑞	國內期刊	2	中華民國	粒子分項
A Gauge Study for Dynamic Light Scattering and Differential Mobility Analyzer Instruments(SCI)	2012/08/27	Journal of testing & evaluation	王福琨、陳鴻麟、余大昌	國外期刊	4	美國	粒子分項
奈米銀粒子參考物質之製作與粒徑量測	2012/03/01	量測資訊	陳國棟	國內期刊	5	中華民國	粒子分項
奈米銀粒子參考物質製作與量測分析	2012/03/28	台灣奈米會刊	翁漢甫、陳國棟	國內期刊	5	中華民國	粒子分項
奈米粒子計量技術發展與標準粒子介紹	2012/09/20	台灣奈米會刊	翁漢甫、余大昌、何信佳、陳國棟	國內期刊	9	中華民國	粒子分項
微力偵測元件之特性研究	2012/01/01	量測資訊	潘小晞、林以青、陳生瑞	國內期刊	5	中華民國	粒子分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
變阻式懸臂樑電路設計建議	2012/01/01	量測資訊	潘小晞	國內期刊	4	中華民國	粒子分項
奈米計量在環境、健康和安全的發展趨勢	2012/10/19	環境奈米科技論壇	何信佳	國內研討會	10	中華民國	粒子分項
氣膠奈米粒子濃度量測技術研究	2012/11/13	海峽兩岸計量學術研討會	何信佳	國內研討會	27	中華民國	粒子分項
Calibration of a Condensation Particle Counter by Aerosol Particle Number Concentration System with Uncertainty Analysis	2012/10/09	American Association for Aerosol Research	陳國棟、余大昌	國外研討會	1	美國	粒子分項
Green Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticle for Reference Material	2012/10/11	American Association for Aerosol Research	陳國棟	國外研討會	1	美國	粒子分項
Geometric Measurement of Rockwell Diamond Indenter Using Traced Micro-CMM in CMS	2012/09/12	XVII IMEKO World Congress	潘小晞、陳生瑞	國外研討會	1	韓國	粒子分項
Material removal mechanism of Cu-CMP studied by nano-scratching under various environmental conditions(SCI)	2012/03/12	Wear	傅尉恩、陳彰炤、黃國雄、張詠晴	國外期刊	7	美國	薄膜分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
Reliability assessment of ultra-thin HfO ₂ films deposited on silicon wafer(SCI)	2012/09/30	Applied Surface Science	傅尉恩、張家維、張詠晴、姚智凱、廖峻德	國外期刊	6	美國	薄膜分項
使用 XR 與 XPS 分析二氧化鈣薄膜退火之膜層結構變化	2011/12/23	台灣奈米會刊	張詠晴、傅尉恩	國內期刊	9	中華民國	薄膜分項
HfO ₂ 奈米薄膜厚度量測分析	2011/12/21	中國工程師學會會刊-工程 雙月刊	張詠晴、傅尉恩	國內期刊	8	中華民國	薄膜分項
Mechanical Properties of Copper Micrometer Pillars Fabricated by Intermittent MAGE Process(SCI)	2011/08/01	International Journal of Electrochemical Science	林景崎、陳譽升、黃振峰、楊仁泓、張庭綱、吳忠霖、黃衍任、陳庭韶	國外期刊	13	塞爾維雅	薄膜分項
Variation in Protein Intake Induces Variation in Spider Silk Expression(SCI)	2012/02/20	PLoS ONE	吳忠霖、卓逸民	國外期刊	9	美國	薄膜分項
Deformation of polystyrene nanoparticles under different AFM tapping loads	2012/05/14	Proceedings of SPIE	何柏青、傅尉恩、劉惠中、潘善鵬、張詠晴、林宏旻、陳彥甫	國外研討會	9	美國	薄膜分項
Implementation of Complementary Metal–Oxide–Semiconductor	2012/06/20	Japanese Journal of Applied Physics	孫志銘、吳忠霖、王傳蔚、張俊羿、葉銘	國外期刊	5	日本	薄膜分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
Microelectromechanical Systems Lorentz Force Two Axis Angular Actuator(SCI)			泉、方維倫				
Determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by X-Ray Methods	2012/07/16	Thin Films Conference	張詠晴、傅尉恩、吳忠霖、何柏青	國外研討會	12	新加坡	薄膜分項
Environmentally induced post-spin property changes in spider silks: influences of web type, spidroin composition and ecology(SCI)	2012/01/30	Biological Journal of the Linnean Society	吳忠霖、卓逸民	國外期刊	9	英國	薄膜分項
Post-secretion processing influences spider silk performance(SCI)	2012/05/23	Journal of the Royal Society Interface	吳忠霖、卓逸民	國外期刊	9	英國	薄膜分項
Surface Mechanical Property Assessment of Ultra-Thin HfO2 Films	2012/07/15	Thin Films Conference	張詠晴、何柏青、傅尉恩	國外研討會	12	新加坡	薄膜分項
Uncertainty evaluation of pitch standard calibrated by Scanning Electron Microscopy (SEM)	2012/11/13	海峽兩岸計量學術研討會	何信佳、翁漢甫、陳國棟、張明偉、余大昌、傅尉恩	國內研討會	8	中華民國	薄膜分項
AFM Linewidth Measurement	2012/10/24	Annual Meeting of the	陳亮嘉、Nguyen Van	國外研討會	4	美國	薄膜分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
Employing 3-D Image Registration on Multi-View Scans		American Society for Precision Engineering	Thai、劉惠中、何柏青				
2012 奈米產業技術標準發展現況	2012/09/03	台灣奈米會刊	姚斌誠	國內期刊	8	中華民國	國際標準分項

註：論文於發表後，須完成單位內技術管理程序的系統登錄，才可列入登錄時間所屬年度之成果。

附件五、研究報告一覽表

報告名稱	發表日期	語言	密等	頁數	作者	所屬分項
靜電偵測與致動力量量測系統之補償靜電力不確定度評估研究報告	2012/10/9	中文	非機密	16	陳生瑞	粒子分項
奈米粒徑標準參考物質生產作業指引手冊	2012/10/22	中文	機密	9	翁漢甫	粒子分項
奈米粒徑標準參考物質分裝作業程序	2012/10/22	中文	機密	6	翁漢甫	粒子分項
奈米粒徑量測系統校正程序-標準粒子計數器偵測效率校正	2012/11/9	中文	非機密	10	陳國棟、余大昌	粒子分項
奈米粒徑量測系統評估報告-標準粒子計數器偵測效率校正	2012/11/9	中文	非機密	34	余大昌、陳國棟、翁漢甫、何信佳	粒子分項
日本 NMIJ 客座學習氣膠粒子濃度系統之訓練報告	2012/10/29	中文	機密	30	陳國棟	粒子分項
第 20 屆 IMEKO World Congress 2012 出國報告	2012/12/03	中文	非機密	14	陳生瑞	粒子分項

報告名稱	發表日期	語言	密等	頁數	作者	所屬分項
AFM 量測能力分析測試報告	2012/7/5	中文	非機密	17	何柏青	薄膜分項
AFM 線寬影像疊合技術期中執行報告	2012/8/21	中文	非機密	57	陳亮嘉、Nguyen Van Thai	薄膜分項
線寬校正系統評估報告	2012/11/12	中文	非機密	15	何柏青、劉惠中	薄膜分項
線寬校正程序	2012/11/9	中文	非機密	19	何柏青、劉惠中	薄膜分項
X 光反射儀(XR)量測多孔隙薄膜之實驗裝置與分析方法	2012/11/20	中文	非機密	6	張詠晴	薄膜分項
新加坡 Thin Films 2012 薄膜研討會與口頭報告成果 出國報告	2012/8/9	中文	非機密	13	張詠晴、傅尉恩、何柏青	薄膜分項
VAMAS 37th Steering Committee Meeting 出國訓練報告	2012/10/29	中文	非機密	9	傅尉恩	國際標準分項
第 14 屆 ISO/TC229 會議的報告	2012/10/22	英文	非機密	25	姚斌誠、蘇宗榮、楊重熙、林唯芳	國際標準分項
IEC TC 113 2012 下半年會議報告	2012/10/31	中文	非機密	5	姚斌誠	國際標準分項

附件六、研討會/論壇一覽表

項次	研討會名稱	舉辦期間 (起~迄)	舉辦 地點	廠商 家數	參加 人數
1	奈米粒徑量測技術研討會	2012/5/22	新竹	22	32
2	奈米壓痕量測技術研討會	2012/6/4	新竹	16	27
3	奈米計量標準技術論壇-以奈米粒子檢測標準與技術提升產業及民生發展	2012/7/4	台北	7	7
4	奈米薄膜量測技術研討會	2012/8/9	台中	12	31
5	奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會	2012/8/9	台中	10	29
6	奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會	2012/9/20	台南	11	19
7	奈米薄膜量測技術研討會	2012/9/21	台南	9	21
8	奈米薄膜標準技術論壇	2012/10/2	台北	7	7

附件七

研 究 成 果 統 計 表

成果 項目 分項計畫名稱	專利權 (項數)		著作權 (項數)	論文 (篇數)		一般研究報告 (篇數)			技 術 創 新 (項數)				技術 引進 (項數)	技術移轉		技術服務		研討會/論壇		
	獲證	申請		國內 發表	國外 發表	技 術	調 查	訓 練	產 品	製 程	應 用 軟 體	技 術		項 數	家 次	項 數	家 次	場 次	人 數	日 數
1.奈米粒子/線之尺寸 形貌與功能性量測標 準追溯分項	0	0		9	5	5		2	-	-	-	-	-	3	3	10	259	8	173	7
2.薄膜結構與特性量 測標準追溯分項	1	2		3	11	5		1												
3.奈米國際量測與產 品標準推動分項	0	0		1				3												
小 計	1	2	-	13	16	10		6	-	-	-	-	-	3	3	10	259	8	173	7
合 計	1	2	-	29		16			-				-	-		-	-			

註：

- 註：(1) 技術創新一欄中所謂產品係指模型機、零組件、新材料等。
- (2) 專利權及著作權項數以當年度核准項目為主，若為申請中案件則於次年度中列報。
- (3) 研討會含在職訓練、成果發表會及說明會。

附件八、中英文對照表

簡 稱	全 名	中文譯名
AFM	Atomic Force Microscope	原子力顯微鏡
APMP	Asia-Pacific Metrology Programme	亞太計量組織
ASTM	American Society for Testing and Materials	美國材料試驗協會
BCC	Business Communications Company	美國專業市調公司
BET	Brunauer, Emmett, and Teller	BET 比表面積量測方法
BIPM	Bureau International des Poids et Mesures 《International Bureau of Weights and Measures》	國際度量衡局
BNM	Bureau National de Me'trologie	法國國家計量局
CEM	Centro Español de Metrologia	西班牙
CMS	Center for Measurement Standards	量測技術發展中心
CPC	Condensation Particle Counter	凝核計數器
CRM	Certified Reference Material	驗證參考物質
CSIRO	Commonwealth Science and Industrial Research Organization	澳大利亞聯邦科學與工業研究院
DCIC	Drift-Corrected Image Composition	飄移修正影像合成
DLCA	Diffusion-Limited Cluster Aggregation	擴散限制集群聚集
DFM	Danish Institute of Fundamental Metrology	丹麥基礎計量研究院
DLS	Dynamic Light Scattering	動態光散射法
DMA	Didderential Mobility Analyzer	微分型電移動度分析儀
DUV	Deep ultraviolet	深紫外
EAB	Electro-gravitational Aerosol Balance	電重力氣膠平衡法
FE-ESEM	Field Emission Enviromental Scanning Electron Microscope	場發射環境掃描式電子顯微鏡
GUM	Central Office of Measures (Glowny Urzad Miar GUM) POLAND	波蘭計量組織
GXR	Grazing Angle X-ray Reflectometry	X 射線掠角反射術
ICT	Instrument Calibration Technique	儀器校正程序
IMGC	Instituto di Metrologia 'G. Colonnetti	義大利國家計量標準組織
IRMM	Institute for Reference Materials and Measurements	參考物質與量測研究所
ISO	the International Organization for Standardization	國際標準組織
KRISS	Korea Research Institute of Standards and Science	韓國標準與科學研究院
LDV	Laser Doppler Velocimetry	雷射都卜勒流體測速
MEIS	Medium Energy Ion Scattering	中等能量離子散射

簡 稱	全 名	中文譯名
METAS	Swiss Federal Office of Metrology and Accreditation	瑞士國家計量局
MSDS	Material Safety Data Sheets	物質安全資料表
NIM	National Institute of Metrology	中國計量科學研究院
NIST	National Institute of Standards and Technology	美國國家標準與技術研究院
NMi	Nederlands Meetinstituut 《Netherlands Measurements Institute》	荷蘭量測研究院
NMIJ	National Metrology Institute of Japan	日本國家計量研究院
NML	National Measurement Laboratory , R.O.C	中華民國國家度量衡標準實驗室
NPL	National Physical Laboratory	英國國家物理實驗室
NRLM	National Research Laboratory of Metrology	日本計量研究所(現已改為 NMIJ)
NSF	National Science Foundation	美國國家科學基金會
OELs	Occupational Exposure Limits	職業暴露限制
OFMET	the Swiss Federal Office of Metrology	瑞士國家計量辦公室
PIV	Particle Image Velocimetry	粒子影像流速儀
PFG-NMR	Pulsed Field Gradient Nuclear Magnetic Resonance	脈衝梯度場核磁共振法
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt	德國聯邦物理技術研究院
RLCA	Reaction-Limited Cluster Aggregation	減黏附限制集群聚集
RM	Reference Material	參考物質
SAXS	Small Angle X-Ray Scattering	小角度 X 光散射
SE	Spectroscopic Ellipsometry	橢圓偏光量測術
SEM	Scanning Electron Microscope	掃描式電子顯微鏡
SPIP	Scanning Probe Image Processor	探針掃描影像處理軟體
SPM	Scanning Probe Microscope	掃描探針顯微鏡
SRD	Standard Reference Data	標準參考數據
SRM	Standard Reference Material	標準參考物質
STM	Scanning Tunneling Microscope	穿隧掃描顯微鏡
SWE	Single Wavelength Ellipsometer	單波長橢圓偏光儀
TC	Technical Committee	技術委員會
TEM	Transmission Electron Microscope	穿透式電子顯微鏡
TSEM	Traced Scanning Electron Microscope	追溯型掃描式電子顯微鏡

簡 稱	全 名	中文譯名
VNIIIM	DI Mendeleev Institute for Metrology	俄羅斯計量組織

附件九、參考文獻索引

編號	出處
奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項	
1-1	ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers
1-2	ISO/IEC Guide 98-3:2008, Uncertainty of measurement -- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
1-3	http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?e#mid .
1-4	層流式流量計校正報告, F120225A, 國家度量衡標準實驗室, 2012
1-5	數字型壓力計校正報告, P120173A, 國家度量衡標準實驗室, 2012
1-6	數字型壓力計校正報告, P120174A, 國家度量衡標準實驗室, 2012
1-7	電阻式溫度計校正報告, T120181A, 國家度量衡標準實驗室, 2012
1-8	Aerosol Technology Properties, Behavior, and Measurement of Airborne Particles. William C. Hinds. Wiley, New York (1999). ISBN 0-471-19410-7
1-9	氣膠電流計測試報告, 10107C01646-1-1-01, 量測技術發展中心, 2012
1-10	J.B. Camp. T.W. Darling and R.E. Brown, "Macroscopic variations of surface potentials of conductors", J. Appl. Phys., 69, 7126-7129, 1991
1-11	Pollack S E, Schlamminger S and Gundlach J H 2008 Temporal extent of surface potentials between closely spaced metals Phys. Rev. Lett. 101 071101
1-12	ISO TC 201/SC 9/WG 5: Determination of cantilever normal spring constants
1-13	M-S Kim and J R Pratt, "SI traceability: Current status and future trends for forces below 10 microNewtons", Measurement 43 (2010) 169-182
薄膜結構與特性量測標準追溯分項	
2-1	Dmitry V. Gorelikov, Jason Remillard, and Neal T. Sullivan, "CD-SEM-based Critical Shape Metrology of integrated circuits," Proceedings of SPIE Vol. 5375, pp 605-613 (2004)
2-2	J. Foucher, A. Pikon, C. Andes, J. Thackeray, Impact of Acid Diffusion Length on Resist LER and LWR measured by CD-AFM and CD SEM, Proc. of SPIE Vol. 6518 pp. 65181Q (2007)
2-3	Bunday, B. Allgair, J. Solecky, E.; Archie, C. Orji, N. G. Beach, J. Adan, O. Peltinov, R. Bar-zvi, M. Swyers, J., "The Coming of Age of Tilt CD-SEM," Proceedings of the SPIE, Volume 6518, pp. 65181S

編號	出處
	(2007).
2-4	J. R. Price, P. R. Bingham, K. W. Tobin, and T. P. Karnowski, "Estimating cross-section semiconductor structure by comparing top-down SEM images," in Machine Vision in Industrial Inspection XI, Proc. SPIE 5011, pp. 161–170 (2003)
2-5	Philip R. Bingham, Jeffery R. Price, Kenneth W. Tobin, Thomas P. Karnowski, Semiconductor sidewall shape estimation, Journal of Electronic Imaging, Vol. 13, pp. 474-485 (2004)
2-6	Elias Stathatos, Panagiotis Lianos, Vasko Jovanovski and Boris Orel, "Dye-sensitized photoelectrochemical solar cells based on nanocomposite organic–inorganic materials," Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, Vol. 169, pp. 57-61, 2005.
2-7	Christopher L. Soles, Hae-Jeong Lee, Eric K. Lin and Wen-li Wu, "Pore characterization in Low-k dielectric films using X-ray reflectivity: X-ray porosimetry," (Practice guide) NIST Polymer division, 2004.
2-8	W. D. Nix, "Mechanical properties of thin films," Metallurgical Transactions A, Vol.20A, No.11, pp.2217-2245, 1989
2-9	J. A. Schweitz, "Mechanical characterization of thin films by micromechanical techniques," MRS Bulletin, Vol.17, No.7, pp.34-45, 1992
2-10	R. P. Vinci and J. J. Vlassak, "Mechanical behavior of thin films," Annual Review of Materials Science, Vol.26, pp.431-462, 1996
2-11	A. Llzhofer, H. Schneider and C. Tsakmakies, "Tensile testing device for microstructured specimens," Microsystem Technologies, Vol.4, pp.46-50, 1997
2-12	T. Yi and C. J. Kim, "Measurement of mechanical properties for MEMS materials," Measurement Science and Technology, Vol.10, pp.706-716, 1999
2-13	T. Yi, L. Li and C. J. Kim, "Microscale material testing of single crystalline silicon : Process effects on surface morphology and tensile strength," Sensors and Actuators A, Vol.83, pp.172-178, 2000
2-14	W. N. Sharpe, Bin Yuan and R. L. Edwards, "A new technique for measuring the mechanical properties of thin films," Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.6, issue.3, pp.193-199,

編號	出處
	September 1997
2-15	Sauber JB, Lee LH. Determination of fracture properties in IC plastic packages. Appl Fract Mech Electron Packag Mater 1995;11:195–204.
2-16	Wu TY, Thiel GH. Fracture toughness of flip-chip encapsulants. Appl Fract Mech Electron Packag Mater 1995;11:205–10.
2-17	International Standard ISO 13586, Plastic – Determination of fracture toughness (GIC and KIC) – Linear elastic fracture mechanics (LEFM) approach
2-18	ASTM (American Standards for Testing Methods) Standard. Standard test methods for plane-strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials. ASTM designation: D5045–96, 1998. p. 314–22.
2-19	ASTM (American Standards for Testing Methods) Standard. Standard test method for plane strain fracture toughness of metallic materials. ASTM designation: E399–90, 1998. p. 413–33.
2-20	Wei Chua, Xuezheng Zhaoa, Joseph Fu, Theodore Vorburger, “Study of an image stitching method for linewidth measurement,” Proceedings of SPIE Vol. 5446, 2004.

附件十

審查意見表

計畫名稱：奈米技術計量標準計畫（4/6）

101 年度 細部計畫審查

期中報告

期末報告

建議事項	說明
<p>A 委員</p> <p>1.該奈米技術計量標準計畫，對於奈米粒子/線及薄膜結構之量測標準進行技術建立，並完成國際奈米量測及標準推動等等項目。</p> <p>2.該計畫內容中，於奈米粒子量測部份，提出以石墨爐式原子吸收光譜法進行乾燥及原子化的步驟，但其利用爐管進行加熱之溫度差範圍較大，是否注意到空氣流動、擺放位置及熱輻射之影響，並提出減少其他因數所造成誤差之解決方法。</p> <p>3.於薄膜結構利用 AFM 量測待測試片時，會利用試片傾斜避免量測干涉狀況，但試片傾斜角度對於量測過程及量測結果是否會造成影響，請提出具體說明。</p> <p>4. 該計畫工作項目與計畫經費使用情況皆符合預期進度，與查核點無差異。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p> <p>感謝委員的指導與建議。(1)計畫在進行檢量線的量測時，每個點的相對標準偏差都非常小(1.6~4.2%)，可見分析方法相當穩定。因此，我們認為熱輻射之影響可以忽略。(2)對於其他因數所造成誤差，其中最有可能就是基質造成樣品內訊號正偏差或是負偏差，此點我們利用添加一定濃度之銀離子，監控回收率來判定樣品基質是否造成分析定量上的誤判，三種銀奈米粒子的添加回收率落在 90~115%之間，可確定此分析數據不受樣品基質影響。(3)分析樣品結束後，亦針對檢量線其中一個濃度(5 ppb)重複測定，分析之數值回收率落在正負 20%的偏差內，因此可確認分析過程系統的偵測訊號無明顯飄移。</p> <p>感謝委員的建議與指導，AFM 量測是三維量測，同時得到三軸座標值，再進行角度旋轉，使得量測形貌旋轉到水平平面，所以不會對量測值造成影響。</p> <p>感謝委員的肯定與支持。</p>
<p>B 委員</p> <p>5.「奈米技術計量標準計畫為 6 年期之計畫，101 年為執行之第 4 年，執行成果頗為扎實，除利用參加國際研討會宣導成果與影響力外，亦應與國內各學研機構切磋」。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持，並將依委員的建議辦理。</p>

建 議 事 項	說 明
<p>6.成果報告書第 137 頁將本年度量化成果整理呈現一目瞭然。惟成果對照尚有少部份項目未達原規劃目標，宜增加篇幅作差異說明。</p> <p>7.計畫成果第 22 頁列出歲入繳庫之成果，今年度繳庫數 37 萬餘元，建議後續年度目標可隨 6 年計畫之執行逐年增加與調高。</p>	<p>感謝委員的建議與指導，針對量化成果計畫均已達成或超越目標，補充如下並將修訂於會後第二版執行報告中：碩博士生培訓目標 10 位/達成 11 位；研討會目標 2 場/達成 6 場；論壇目標 2 場/達成 2 場；技轉目標 2 件 200 千元/達成 3 件 639.571 千元；校正件目標 200 件/達成 259 件；接待參觀實驗室目標 65 人次/達成 96 人次；參與或制訂技術規範或檢測方法目標 1 件/達成 3 件。</p> <p>感謝委員的建議與指導。</p>
<p>C 委員</p> <p>8.計畫報告所載「標稱粒徑包括 20nm、60nm 以及 70nm。其樣品粒徑分布分別為 2.1%、1.4%與 1.4%」之敘述並不明確。請說明其物理意義為何？</p> <p>9.請說明在薄膜量測標準中之線寬量測技術其擴充不確定度之公式是如何求得？並請說明 50nm 線寬量測之不確定度為何？</p> <p>10. 計畫書報告第 159 頁之研究成果統計表所載之量化成果是否已達成目標值。請請說明技術服務 259 家次是否為 101 年度之成果</p>	<p>感謝委員的指導與建議，針對粒徑分布定義說明如下，使用動態光散射法量測粒徑時，我們除了會得到粒徑大小，儀器也會提供一個指標來顯示樣品的分散狀況，其意義為評估樣品多重分佈的程度，換句話說就是粒徑分布的寬或窄的程度。其值越小，代表樣品的均勻度越高，分布越窄；相反的，其值越高，代表樣品越不均勻，分布越寬。其數值是粒徑常態分布圖中的一倍標準差除上其平均值以百分比呈現其值。</p> <p>感謝委員的建議與指導，相關內容已撰寫於校正系統評估報告，第 3 章為不確定度分析程序，參考 ISO GUM，將每一誤差因素列出並進行個別量測不確定度分析，最後彙整成擴充不確定度之公式。技術報告並受工研院技資文件流通管理辦理進行管理。</p> <p>50 nm 線寬量測之不確定度，經進行實際量測，可得到重複性、影像疊合誤差與線寬值，再代入將擴充不確定度公式，便可得到 50 nm 線寬量測之擴充不確定度為 3.3 nm。</p> <p>感謝委員的建議與指導，針對量化成果計畫均已達成或超越目標，補充如下並將修訂於會後第二版執行報告中：碩博士生培訓目標 10</p>

建議事項	說明
值？	位/達成 11 位；研討會目標 2 場/達成 6 場；論壇目標 2 場/達成 2 場；技轉目標 2 件 200 千元/達成 3 件 639.571 千元；校正件目標 200 件/達成 259 件；接待參觀實驗室目標 65 人次/達成 96 人次；參與或制訂技術規範或檢測方法目標 1 件/達成 3 件。
<p>D 委員</p> <p>11. 全程計畫有 3 分項, 分為奈米粒子, 薄膜量測, 與推動, 依計畫報告看, 技術與推動執行良好; 當年經費支用為 91%, 請說明。</p> <p>12. 在各分項目標達成程度欄, 敘述類似日誌, 雖然可了解其發展, 但不易了解其重點, 可在與計畫目標直接相關部分, 將重點標示出來。例: 在奈米粒子參考物質建立及驗證方法中, 與查核點直接有關之事件應標示出來; 在薄膜量測分項及推動分項也可以如此說明。</p> <p>13. 技術比較表為一重要指標, 可了解 NML 在國際技術位置, 應在各項目都有此表, 請補加。</p> <p>14. 在 p. 47 技術比較表上, NIST 粒徑大小為何? 另在低濃度上, NML 狀況如何?</p> <p>15. 在 p.53 薄膜製作規格圖上, 其厚度為 500nm, 誤差是否會對機械性質量測有影響?</p>	<p>感謝委員的建議與指導, 因該本執行報告依合約規定, 須於 12 月 5 日函送標檢局, 故報告中的經費動支為截至 11 月 30 日的動支情形, 至 12 月 24 日計畫結案日止, 經費已全數動支。</p> <p>感謝委員的建議與指導, 目標達成程度欄所撰寫的工作內容, 全為計畫為達成該目標所進行的工作, 包括產學研的拜訪蒐集最新資訊、學研合作加速研發、元件的採購, 論文發表的成果宣告, 均是為達成該目標所投入的努力, 並將是研發歷程的佐證, 亦可為專利申請的依據。查核點的對照補充, 將於會後第二版執行報告中完成資料補充。</p> <p>感謝委員的建議與指導, 補充說明如附件。</p> <p>感謝委員的建議與指導, NIST 部分為 80 nm 的粒子所作的評估結果。低濃度的部份, 國際上目前皆在進行研究, 由於其有雜訊較高的困難點需克服。因此計畫目前已蒐集相關文獻, 規劃於未來往低濃度進行研究與開發。</p> <p>感謝委員的建議與指導, 薄膜拉伸試驗需藉由薄膜截面積來換算單位面積內所承受的應力值, 因此厚度誤差將影響應力的計算結果, 對於薄膜楊氏模數的量測將會產生影響, 故本計畫薄膜製程厚度藉由參數化氣相沉積薄膜與配合薄膜厚度量測儀調整膜厚 500 nm 的製程參數。</p>

建 議 事 項	說 明
<p>E 委員</p> <p>16.奈米銀粒子之形貌不易由 SEM 觀察，宜以 TEM 觀察。形貌對其化性及物性極具影響，宜發展分析其它形貌。</p> <p>17.奈米銀粒子上之穩定劑對其化性極具影響，宜發展分析方法。</p> <p>18.部份量化指標未達成，直補充說明。</p>	<p>感謝委員的建議與指導，委員的建議將是我們規劃的重要依憑。</p> <p>感謝委員的建議與指導，委員的建議將是我們規劃的重要依憑。</p> <p>感謝委員的建議與指導，針對量化成果計畫均已達成或超越目標，補充如下並將修訂於會後第二版執行報告中：碩博士生培訓目標 10 位/達成 11 位；研討會目標 2 場/達成 6 場；論壇目標 2 場/達成 2 場；技轉目標 2 件 200 千元/達成 3 件 639.571 千元；校正件目標 200 件/達成 259 件；接待參觀實驗室目標 65 人次/達成 96 人次；參與或制訂技術規範或檢測方法目標 1 件/達成 3 件。</p>

粒子分項-奈米粒子參考物質研製技術

技術名稱	技術領先國家現況	NML 目前技術狀況
奈米粒子驗證參考物質	<p>美國：</p> <p>PSL:SRM 1964 (60 nm)、SRM 1963a (100 nm)</p> <p>Au: SRM 8011 (10 nm、SRM8012 (20 nm)、SRM 8013(60 nm)</p> <p>日本：</p> <p>PSL: JSR (30 nm-1 μm)</p> <p>TiO₂: AIST (15 nm、 250 nm)</p> <p>歐盟：</p> <p>Silica: IRMM-304 (30 nm)</p>	<p>PSL: 100 nm ~500 nm</p> <p>奈米銀: 20 nm、 60 nm 與 70 nm。</p>

粒子分項—奈米粒子環境懸浮量測技術

技術或量測系統名稱	技術領先國家現況	NML 目前技術狀況
奈米粒子環境懸浮量測	美國 NIST：利用粒子霧化、帶電、計數、以及 DMA 分餾技術，配合氣膠電流檢測技術，發展出粒子濃度標準技術： 12000 個/c.c. ± 4.8 %， 3000 個/c.c. ± 6.5 %， 500 個/c.c. ± 27 %，	已完成濃度計數器校正系統建置。 達成規格：粒徑 50 nm~200 nm，濃度(10^3 至 10^4) 個/c.c. ± (2.3 %~2.4 %)

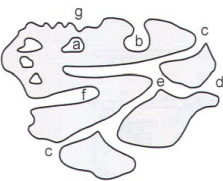
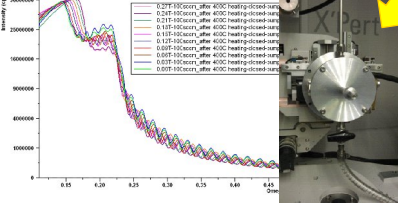
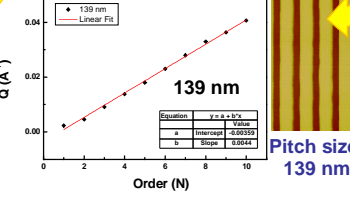
粒子分項—奈米粒子/線功能性量測標準技術

國際技術比較	本計劃	韓國 KRISS	中國 NIM	美國 NIST	英國 NPL	德國 PTB
力量量測範圍	200 μ N 以下	200 μ N 以下	200 μ N 以下	300 μ N 以下	200 μ N 以下	10 μ N 以下
受力偵測技術	創新差動電容偵測與靜電力補償技術	商用天平	已開始規劃建構微力量標準，初步可能先使用商用天平	光學干涉儀與靜電力補償技術	光學干涉儀與靜電力補償技術	Disk pendulum 與靜電力補償技術
靜電施力不確定度	< 5 nN	< 10 nN		< 5 nN	< 20 nN	< 0.1 nN (目標)
SI 追溯性	可追溯至電量與長度基本量	需追溯至法碼質量		可追溯至電量與長度基本量	可追溯至電量與長度基本量	需追溯至法碼質量

薄膜分項—線寬與單層晶格階高量測技術：

國際技術比較	ITRI CMS	NIST	PTB
Linewidth (50 nm 線寬)	U=3.3 nm AFM+雙傾斜180度影像疊合技術	U=1.6 nm CD-AFM	U=2 nm 3D-AFM
LER/LWR	U=0.34 nm(50 nm 線寬)/量測範圍：50 nm~1000 nm AFM	無進行評估 量測範圍 >40 nm CD-AFM	無進行評估 量測範圍 >40 nm 3D-AFM
Crystallattice 單層階高量測能力	0.340 nm (第一年完成量測系統建立)	0.136 nm	0.314 nm

薄膜分項—多孔材料薄膜厚度量測技術：

技術或量測系統名稱	技術領先國家現況	NML目前技術狀況
多孔性薄膜厚度檢測 (Thickness of Porous Thin Film)	<p>美國: 建立量測系統, 並提供 practice guide (裝置及量測)。</p> <p>韓國: 建立量測系統, 並評估量測不確定度。</p> <p>日本: 學術研究單位已具有 SAXS 檢測能力。</p>	<p>原僅有 XRR 檢測能力, SAXS 量測理論基礎及在 NSRRC 的 SAXS 實驗分析數據。</p> <p>新系統擴建完成將成為國內第一具非破壞性以 X 光分析奈米孔隙薄膜 (~2nm) 的技術。</p>
		 <p>Pitch size: 139 nm</p>

薄膜分項—薄膜機械性質量測技術：

技術或量測系統名稱	技術比較國際計量單位	美國 NIST	英國 NPL	本計畫執行後預估完成狀況
薄膜破壞韌性量測技術	美國、英國	利用奈米壓痕量測系統製造半導體介電脆性薄膜材料裂縫, 並配合電子顯微鏡量測其裂縫大小, 用以評估薄膜破壞韌性。	採用英國 Micro Materials Ltd. 的奈米壓痕量測系統, 進行動態 200 kHz 的衝擊能量評估並計算薄膜材料的奈米壓痕破壞阻抗 (Indentation fracture resistance)。	利用現有奈米拉伸系統設計與製造參考高分子薄膜試件量測薄膜破壞韌性, 研究之成果可作為未來建立規範之參考, 對於產業研發與檢測工作有所助益。