



103年度奈米國家型計畫執行報告

奈米技術計量標準計畫（6/6）

（第6年度）

全程計畫：自 98 年 1 月至 103 年 12 月止

本年度計畫：自 103 年 1 月至 103 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 103 年 12 月

【期末報告摘要資料】

科資中心編號				
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	103-1403-06-辛-01	
執行機構	財團法人工業技術研究院	審議編號	PG10303-0043	
年度	103	全程期間	98.01-103.12	
本期經費	22,278仟元			
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	100%	100%	0%
經費支用		預定支用經費	實際支用經費	支用比率
	當年	22,278仟元	22,243仟元	99.8
	全程	232,522仟元	232,369仟元	99.9
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 完成奈米二氧化鈦粒子之形貌、粒子粒徑、粒子組成、pH量測、導電度與表面電位等物理與化學特性分析，並進行重複性與穩定性分析，作為奈米二氧化鈦標準粒子驗證參考物質之依據。</p> <p>(2) 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術 完成BET比表面積系統之標準操作程序及量測不確定度評估，包括壓力、體積與溫度等以及追溯至SI單位等工作。於11月6日完成系統查驗會議，取得同意開放服務。</p> <p>(3) 奈米粒子/線功能性量測標準技術建立 完成Zeta電位校正系統之校正程序及不確定度評估，並通過系統查驗，可正式對外提供校正服務。</p> <p>2. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項：</p>			

(1) 薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術建立

完成利用高定向熱解石墨烯(Highly Ordered Pyrolytic Graphite, HOPG)之平面晶格常數作為標準，校正原子力顯微鏡(AFM)及掃描式穿隧電子顯微鏡(STM)之次奈米量測尺寸。經由雙向掃描方法可評估影像漂移量並對量測結果做修正補償。而掃描參數最佳化所得結果，經由快速傅立葉轉換選取倒晶格點後，可有效移除雜訊以得到高定向熱解石墨烯晶格之清晰影像，其最小晶格間距為0.246 nm。經統計分析過後可得到量測重複性為5%。

3. 奈米國際量測與產品標準推動分項：

(1) IEC TC 113 WG3: 兩項標準案進行中

- a) 一新工作標準計畫，編號及名稱 IEC 62607-4-4 「 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method」，11/07投票獲同意正式成案(approved new work, ANW)。
- b) 一技術規案(TS)計畫，編號及名稱 IEC/TS 62844 「 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products」，進行至技術規範草案階段投票(DTS)。

(2) 奈米標準諮議會(TNSC)：

a) 第一工作組(TWA1)進行兩件標準案：

- 1. 出版：出版編號TNS003-2013 「奈米技術—詞彙—第三部分—碳奈米體」(ISO/TS 80004-3:2010-Nanotechnologies- Vocabulary- Part 3: Carbon nano-objects之中文文化草案)
- 2. 進行至審議階段(TD)：中文文化草案 ISO/TS 80004-1:2010 Nanotechnologies-Vocabulary-Part 1: core terms，配合ISO會議結果修正，預計2015出版。

b) 第二工作組(TWA2)進行三件標準案：

- 1. 進行至徵詢階段(DCS)：「奈米技術—薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機」，預計2015出版。
- 2. 新成立兩工作提案：奈米電工產品質和風險評估準則、奈米技術-溶液粒子之監控系統。

c) 第三工作組(TWA3)進行一件標準案：

- 1. 持續進行至工作組草案(WD)：「奈米技術—液態粒子尺度測定法—電子顯微鏡」

d) 第四工作組(TWA4)進行一件標準案：

- 1. 進行至徵詢階段(DCS)：「奈米技術—材料規格—規格化奈米體的準則」，預計2015出版。

	<p>e)舉辦一場奈米標準諮議會(TNSC)會議、兩場工作組(TWAs)會議</p> <p>(3)標準組織參與運作</p> <p>a)協調專家參加ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS、ANF國際奈米標準會議共9人次，參與約40項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。</p> <p>b) TC 229決議與ISO TC35/SC9建立內部聯盟，並指派ANF為外派聯盟代表，指派台灣專家參與TC35/SC9/WG2(風力發電機葉片鍍膜)工作組會議之標準草案討論。</p>
英文摘要	<p>1. Measurement Standards for Nanoparticle/Nanowire Sizes and Functional Properties :</p> <p>(1) Establish reference TiO₂ nanopartiles :</p> <p>This project finished the physical and chemical characterizations for Titanium oxide nano particles, which is included morphology, particle size, composition, pH value, conductivity, and Zeta potential. Additionally, the repeatability and stability were completed.</p> <p>(2)Measurement Standards for Ambient Suspended Nanoparticles and Specific Surface Area :</p> <p>The instrument, standard operation process and measurement equation of BET system were established. The uncertainty sources of measurement results were evaluated and traced to SI units, including volum, temperature, pressure and etc. The calibration service is ready for the surface area of the nanomaterials.</p> <p>(3)Nanoparticle/Nanowire Functional Properties Measurement Standards :</p> <p>Completed the instrument calibration procedure (ICT) and the measurement system validation procedure (MSVP) of Zeta potential calibration system. The system can now provide calibration services with uncertainty values of suitable traceability.</p> <p>2. Measurement Standards for Thin Film :</p> <p>(1) Thin Film Surface CD Measurements and Characterization :</p> <p>Completed the calibration of atomic force mircroscope (AFM) and scanning tunneling microscope (STM) with measurement range of sub nanometer scale by the lattice constant of highly ordered pyrolytic graphite (HOPG). The clear image periodic lattice structure with lattice constant of 0.246 nm can be obtained throught appropriate fast fourier transform treatment and scanning parameters. Besides, the measurement uncertainty caused by image drift effect was also taken into consideration and the drift</p>

raft rate was evaluated to modified the measured results. The repeatability of measurement 5 % had been evaluated.

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

(1) IEC TC 113 WG3: two standard projects in progress

- a) A new work proposal, IEC 62607-4-4 「 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method 」 , had been approved for new working item at 11/08 (ANW).
- b) A technical specification (TS) project, IEC / TS 62844 「 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products 」 , proceeded to the Draft Technical Specification (DTS) voting.

(2) Taiwan Nano Standard Council (TNSC):

- a) Working Group 1(TWA1) has two standard projects :
 - 1. published: Publication number TNS003-2013 「 Nano Technology - Vocabulary - Part III - carbon nano body 」 (traditional Chinese version of ISO / TS 80004-3:2010-Nanotechnologies- Vocabulary - Part 3: Carbon nano)
 - 2. Technical working area draft: Cultural draft ISO / TS 80004-1:2010 Nanotechnologies -Vocabulary-Part 1: core terms , harmonizing with ISO TC 229 project
- b) Working Group 2 (TWA2) has 3 standard projects :
 - 1. Draft Council Standard (DCS) : 「 Nanotechnology - Determination of indentation film materials - nano-indentation test machine 」
 - 2. Two new working items proposal: guidelines for quality and risk assessment for nano electrical product, nanotechnology - particles monitoring system in liquid phase.
- c) Working Group 3 (TWA3) has one standard project:
 - 1. working draft (WD) : 「 Nanotechnology - Liquid particle size measurement method - electron microscopy 」
- d) Working Group 4 (TWA4) has one standard project:
 - 1. Draft Council Standard (DCS) : 「 Nanotechnology - Material specifications - nano indentation guidelines 」
- e) One Taiwan Nano Standard Council (TNSC) meetings and two working groups (TWAs) meetings were held during 2014.

(3) international standards organizations operation

- a) Coordination of experts to participate in ISO TC 229, IEC TC 113,

VAMAS international nanotechnology standard meeting: 9 experts; participating about 40 draft standard projects.

b) TC 229 resolution: to establish internal alliances with ISO TC35/SC9 and assign ANF representative as the outgoing liaison officer, expanding Taiwan's TC activities to TC35/SC9/WG2.

本計畫執行成果之實質影響與重要性：

A. 鋪設奈米產品全球貿易平順的大道：

在世界各國投入大量的資金於奈米科技研究後，奈米技術被應用於生技、食品、紡織、材料、家電...等等貼近人們生活需求的各個層面，隨著產品量與種類日益增加，奈米材料對人體及環境的影響，被積極且廣泛的關注與討論，產品安全性標準驗證規範與標示，已逐漸成為國際上對奈米產品安全化發展的管理趨勢，如歐盟執委會(European Commission)於2013年9月11日提交法規修訂案於世界貿易組織(WTO)，明確要求標示存在於食物中的工程奈米物質(engineered nanomaterials, ENMs)；法國發佈強制性奈米報告之申報(2013生效)；ISO草擬奈米製造物和產品的標示準則；美國食品藥物管理局(FDA)對奈米相關的食品化妝品等產品進行多的項研究，並起草相關指引，於國內，立法院亦於2013年通過附帶決議(立法院公報第102卷第71期院會紀錄)：要求將奈米物質進行登錄管理；而本計畫建立與國際接軌的檢測方法與量測標準，將可提供因應產業外銷，對於奈米物質的產品，提供國際認可的定量奈米標示，並滿足國內相關主管機關，管理時之檢測儀器校正需求，以量測的準確度，強化政策推動的公信力；並以與國際接軌的量測標準，減少產品通過國際檢測驗證的貿易障礙，提升台灣全球貿易的競爭力。

B. 以標準支撐奈米科技環境健康安全(EHS)議題安全管理機制的擬訂：

根據2012年ISO/TR 13014規定：奈米相關產品需要有各項物性及化性資料，進行安全性及毒性評估才有意義，本計畫針對奈米粒子八大參數(Particle size / Size distribution, Agglomeration state / Aggregation, Shape, Composition, Surface area, Surface chemistry, Surface charge, Solubility / Dispersibility)已逐步建立相關量測標準、檢測方法及量測系統，以精確的量測證據，協助衛福部、勞動部、環保署...等政府單位，進行奈米物質的風險管理、產品安全性評估、檢測技術的提升、人體暴露健康評估與管理、環境監控等相關法規的訂定，避免潛在的風險發生，確保民生福祉，並強化消費者的信心。

C. 整合國內接軌國際，健全奈米科技發展策略：

以計畫運作之台灣奈米標準技術諮議會，建立奈米技術標準發展的平台，配合國內產業發展的檢測標準需求，並進行相關的資訊交流、分享，與意見整合，凝聚國內共識，預先瞭解奈米科技的風險，訂出相關法規、標準與規範，並綜合各項分析，提出具體的建議，供政府施政參考；且接軌國際奈米標準組織，並參照國內外需求，制訂相關奈米標準，讓奈米標準的訂定與國際同步，台灣新興的奈米產品與科技產業獲得通行全球的保證。

D. 以奈米計量技術協助產業前瞻製程品管，提升競爭力：

全球的半導體業，均切入20奈米以下製程，如何有效提升製程良率及元件可靠度，將是未來勝出的關鍵，計畫規劃建立的非破壞性奈米臨界尺寸量測技術與標準，將可滿足業者此前瞻新製程非破性、快速有效的精密量測需求，提升半導體在3D結構中的CD關鍵參

數檢測能力及效率，提升製程良率，快速、成功地推動新製程，促使新一代產品上市，提升產業競爭力。

案例：

■案例名稱：TFDA 含奈米物質化粧品與食品先期比對研究(執行期間：103~104 年度)

【效益與影響】

健全奈米量測制度與標準，提供標準檢驗方法及參考物質：協助廠商進行滿足國際貿易的奈米產品標示要求，並提供政府主管單位奈米物質檢測方法、協助制定相關管理規範，在安全管理制度把關下，加速奈米產品及服務之交易與流通，降低技術貿易障礙。

【案例說明】

在全球奈米技術產業化趨勢不斷增長下，目前越來越多的產品會添加奈米物質以新增或強化產品功效，如化粧品添加二氧化鈦奈米顆粒，可提供更好的抗紫外線效果；清潔袋加入奈米碳酸鈣，可加速清潔袋之分解已達到環保之目的。然而奈米物質對於環境、衛生與安全尚在研究評估階段，是否會對人類的身體造成影響或健康後果，目前尚無明確的答案，但現階段若沒有針對奈米產品開始進行奈米物質登錄管理及標示，未來一旦確認其危害時將難以補救。為此國際間已著手開始訂定準則、規範及指引以要求產品需有奈米標示。在國內，立法院亦於 2013 年通過附帶決議(立法院公報第 102 卷第 71 期院會紀錄)：要求將奈米物質進行登錄管理。有鑑於此，TFDA 欲在含奈米物質之化粧品及食品上建立奈米標示方法及指引。但由於含奈米物質之化粧品與食品的奈米性量測有其一定困難度，如粒徑、分布、表面電位等，如何制定出具重複性、再現性與可靠的檢驗規範，是目前階段相當重要的工作，然而目前尚無相關明確檢測技術及方法，造成執行上之困難。

奈米技術團隊已於奈米標準計畫舉辦奈米粒徑國際比對及研製奈米粒子參考物質，在奈米量測技術及方法上已具有相當能量及經驗。故團隊將提供奈米物質檢測技術，並透過國內研究單位或各級實驗室的先期比對研究與實行過程，研究現行量測方法與指引草案的可行性，藉由檢討比對結果之一致性，進行相關草案之修正與精進等工作，並提供未來工作方向，以供 EHS 主管單位未來制定相關管理規範之參考。在跨部會署的合作下，奈米技術團隊憑藉過去主辦奈米粒徑國際比對及研製奈米粒子參考物質所累積之經驗及研究能量，協助 TFDA 執行含奈米物質化粧品與食品先期比對研究，提供奈米物質檢測技術，並建立奈米標示管理方法，對消費者於奈米產品使用安全上有效進行把關。

■案例名稱：半導體廠奈米尺寸薄膜標準計量合作案(台積電；執行期間：103~104 年度)

【效益與影響】

開發超薄薄膜標準參考物質，提升生產品質與產量，造就關鍵產業的技術領先；並帶領世界各國實驗室，調和尖端薄膜量測技術的量測一致性。

【案例說明】

當半導體尺寸微縮下，電晶體就需要更薄的閘極介電層(Gate dielectric)，而傳統介電層二氧化矽(SiO₂)，其閘極漏電流已到無法接受的程度，因此在先進半導體製程中轉向尋求高介電常數(high-k)材料取代，藉增加 high-k 層物理厚度來減低閘極的漏電流。利用原子層沉積技術(Atomic layer deposition, ALD) 來製作超薄 high-k 氧化層，high-k 絕緣層與金屬閘極

層的厚度已降低至僅數十奈米。由於已超過其量測解析限制，傳統橢圓偏振儀無法測量如此薄的厚度，此外橢圓偏振亦不適用於多層薄膜厚度的量測；而較準確的穿透式電子顯微鏡 (TEM) 在量測上耗時且是破壞性量測的缺點，都使這兩種檢測方法不適用於下世代的先進製程。相對於傳統光學檢測方法(例如:橢圓偏振儀)，由於 X 光使用的波長(0.01~10 nm)和原子間距尺寸相若，不但具備測量數奈米厚度的能力，亦可提升在超薄膜厚度量測的解析度與精準度，是目前在超薄膜最準確的非破壞性量測方法之一，預期未來在先進製程中 X 光檢測會取代傳統可見光量測。

架構在 X 射線反射法(X-ray reflectivity, XRR)對應半導體及光電產業應用產品的考量上，建置參考物質(Reference material, RM)。利用校正後的超薄 high-k/metal 堆疊結構，作為超薄薄膜的驗證參考物質，提供設備與儀器現場校準及實驗室能力比對，以確保特定之量測項目的準確性或驗證新量測方法的開發，確保 XRR 量測技術與儀器之量測值的準確性、重現性，以及量測標準的追溯性，提高量測結果的公信力等。tsmc 提供超薄 high-k 金屬膜，合作發展薄膜標準參考物質及 XRR 量測技術，建立 high-k 超薄薄膜參考物質技術，將可解決半導體產業在 20、16 前瞻奈米製程中，high-k 薄膜及介面層檢測之所需。

■**案例名稱：協助業者建立整合液相奈米粒子量測技術 (力昂科技；執行期間：103~104 年度)及**

溶液中粒子線上監測系統之零組件研究與開發(金屬中心、帆宣系統科技；執行期間：104 年度)

【效益與影響】

突破半導體業 20、16 前瞻奈米製程量測技術限制，協助業者成功解決 16 nm 製程粒子污染量測問題，包括標準量測技術建立至 in-line 檢測設備開發，建立線上奈米粒子關鍵技術(< 20 nm)，確保業界領先優勢。

【案例說明】

半導體製程過程中一般會使用許多道的濕製程，包含清洗晶圓之溶劑、製程用溶劑和晶片的研磨劑。現有的監控方法，主要採用液相計數器(Liquid particle counter)監控溶劑懸浮微粒，於線上立即監控所用溶液之變化，以達到管控制程良率目的。液相粒子計數技術整合與開發粒子量測模組，包括自動取樣器、線上監控自動化、量測資料庫建立、液相感測器、控制器等開發與整合技術，建置可量測與監控半導體廠常用的製程溶液中的奈米粒子，讓國內儀器設備商因整合終端使用者需要的功能而增值，以及降低成本等優勢更具競爭力，有利於廠商開拓市場，本設計將可銷售至台積電或長春化工等大廠，滿足客戶需要。

此外、半導體製程進入一個嚴苛技術挑戰的階段，20 nm 以下製程中面臨許多技術、經驗和知識的空窗期，例如，溶液中 15 nm 粒子的數量在以前的製程是無需在意的，濾心亦無需特別檢測此一範圍。然而現階段這些議題變得非常迫切，且棘手。計畫團隊發展之前瞻溶液中粒子線上監測儀可監測 10 nm 粒子之粒徑和分布，為台灣的半導體業尋得解決方案，並因應不同種溶液，如清洗晶圓之溶劑、製程用溶劑和晶片的研磨劑，進行適合量測參數的自動化前處理。所發展的技術相信可以在競爭激烈的半導體業中擺脫韓、日等國競逐，保持優勢，與美國並駕齊驅。同時此技術之發展是國內學、研究成果中少數可切入半導體前端製成之技術；亦是少數高階監測儀器國產化的範例。

報告頁數	126
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	4
參、計畫變更說明	4
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	5
(二)目標達成情形	6
(三)配合計畫與措施	10
二、資源運用情形	
(一)人力運用情形	11
(二)設備購置與利用情形	11
(三)經費運用情形	12
三、人力培訓情形	14
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	23
二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫	66
三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫	77
四、成果與推廣	97
陸、結論與建議	104
附件	
附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單	111
附件二、新台幣壹百萬以上儀器設備清單	111
附件三、國外出差人員一覽表	112
附件四、專利成果統計一覽表	114
附件五、論文一覽表	115
附件六、研究報告一覽表	119
附件七、研討會一覽表	121
附件八、研究成果統計表	122
附件九、中英文對照表	123
附件十、參考文獻索引	125
附件十一、期末審查意見回覆	127

壹、年度活動紀要

茲就本年度計畫管理、技術與成果活動、人事與國際合作相關事務，紀事說明如下：

時 間	內 容
102.12.27	103年度「奈米技術計量標準計畫」議價，以新臺幣24,800千元整決標。
103.01.02	本計畫擴建之「薄膜量測系統—多孔隙薄膜校正」正式對外服務。
103.01.21	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 404 會議室召開奈米國家型科技計畫第一次部會協商會議。
103.01.21	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 710 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
103.01.28	依議價金額 24,800 千元，完成計畫簽約。
103.02.17	國家型計畫辦公室於國科會第 10 會議室召開奈米國家型科技計畫「102 年期末績效評估審查會議」。
103.03.06	配合立法院 103 年度預算審議結果，本計畫刪減 2,500 千元，計畫經費調整為 22,300 千元。
103.03.10	工研院院部企劃與研發處林智賢博士來訪，參觀 EAB，DMA 及濃度系統。
103.03.18	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 404 會議室召開奈米國家型科技計畫第二次部會協商會議。
103.03.18	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 710 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
103.04.01	104年度「精進奈米技術計量標準計畫」綱要計畫書審查於標檢局第1會議室舉行。
103.04.18	何信佳博士獲衛生福利部食品藥物管理署邀請進行演講，主題為奈米粒子量測技術。
103.04.23	tsmc 陳勇龍副處長等 8 人來訪，參觀奈米粒徑量測實驗室。
103.04.24	何信佳博士獲聯華電子邀請進行演講，主題為 In Line Particle Monitor。

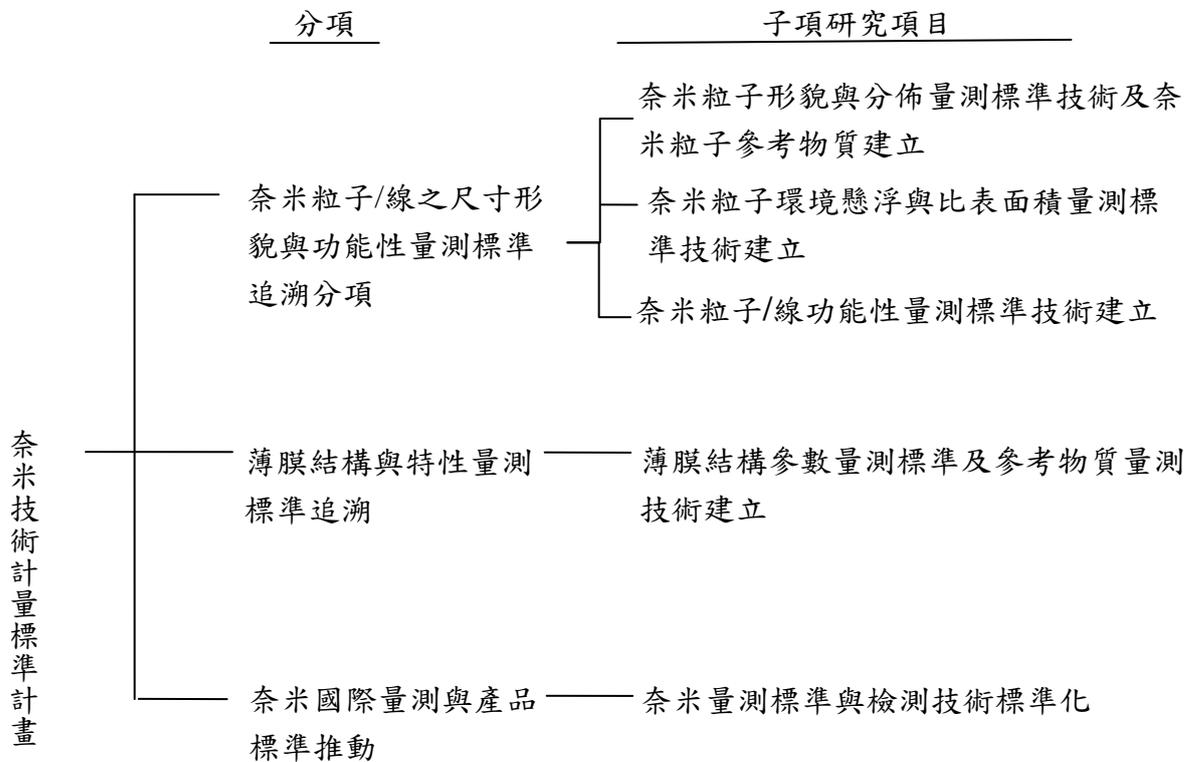
時 間	內 容
103.05.27	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 404 會議室召開奈米國家型科技計畫第三次部會協商會議。
103.05.27	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 710 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
103.06.16	於工研院光復院區 17 館國際會議廳，舉辦 2014 奈米粒徑量測國際研討會，邀請 NIST(美國)、NMIA(澳洲)、NMIJ(日本)、NIM(大陸)與 NML(中華民國)共 5 國家實驗室專家學者與會討論奈米量測技術、國際比對與生物安全性等議題。共計有 51 家廠商，114 人次參加。
103.06.17	中國計量院施玉書、劉俊傑博士 2 人來訪，參觀奈米粒徑量測實驗室。
103.06.23	獲經標四字第 10300550300 號函同意辦理第 8 項赴先進國家標準實驗室進行合作研究之主題變更。
103.07.14	佳陞科技朱世杰副總等 4 人來訪，參觀奈米粒徑量測實驗室。
103.07.22	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 404 會議室召開奈米國家型科技計畫第四次部會協商會議。
103.07.22	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 710 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
103.07.24	UMC 陳重安副處長來訪，參觀奈米粒徑量測實驗室。
103.07.24	金屬中心劉靜宜經理等 2 人來訪，參觀奈米粒徑量測實驗室。
103.08.05	高科技廠房設施研究中心孫維立經理來訪，參觀掃描式電子顯微鏡實驗室。
103.08.06	何信佳博士獲環保署邀請參加奈米科技論壇，演講主題為奈米計量研究與環境、健康和安全的發展。
103.08.11	帆宣系統魯建國處長等 3 人來訪，參觀奈米粒徑量測實驗室。
103.08.15	104 年度「精進奈米技術計量標準計畫」檢視會議於科技會報辦公室第 1 會議室舉行。
103.08.15	於工研院67館B01會議室召開系統查驗會議，完成「奈米粒徑量測系統-zeta電位校正」查驗。

時 間	內 容
103.08.22	標檢局以經標四字第 10340007300 號函通知，因本(103)年度暫停辦理科專計畫聯合成果展，修降本計畫總經費為 22,278 千元。
103.08.25	完成期中報告委員書審。
103.09.22	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 404 會議室召開奈米國家型科技計畫第五次部會協商會議。
103.09.22	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 710 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
103.10.02-04	參與2014台灣奈米科技展，展出奈米粒徑量測標準、奈米薄膜計量標準及奈米量測標準。
103.10.08	104年度「精進奈米技術計量標準計畫」申請跨部會署科發計畫之細部計畫書審查會議於標檢局第1會議室舉行。
103.10.20	於中部科學工業園區管理局工商服務大樓，舉辦「奈米量測技術與標準研討會」，共計有16家廠商，27人次參加。
103.11.06	於工研院67館B01會議室召開系統查驗會議，完成「奈米粒徑量測系統-比表面積量測」查驗。
103.12.02	召開奈米標準技術諮議會(Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 103年度會議。
103.12.26	103年度「奈米技術計量標準計畫」期末實地查證於工研院中興院區67館B104會議室舉行。

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 1 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)；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：

- (1)103.6.5日工研量字第1030008055號函，辦理第8項赴先進國家標準實驗室進行合作研究主題變更事宜，於103年6月23日獲經標四字第10300550300號函同意。
- (2)103.8.22經標四字第10340007300號，標檢局通知因本(103)年度暫停辦理科專計畫聯合成果展，故修訂原訂契約總經費計新臺幣2,230萬元整，修正為新臺幣2,227萬8千元整。

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	103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			A1			A2			A3		A4	
-奈米粒子參考物質研製技術	—————											
· 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立			A5			A6			A7		A8	
-奈米粒子比表面積量測技術	—————											
· 奈米粒子／線功能性量測標準技術建立			A9			A10			A11		A12	
-奈米粒子表面電性量測技術	—————											
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量測技術建立						B1					B2	
-量測crystal lattice技術	—————											
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			C2			C3			C4
· 奈米量測標準與檢測技術標準化			C5			C6			C7			C8
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	工作說明	實際執行內容	差異檢討
(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建立			
奈米粒子參考物質研製技術：奈米二氧化鈦標準粒子：10 nm ~100 nm，CV<15%。	完成奈米氧化鈦相關製作文獻與市面材料搜集。	<ul style="list-style-type: none"> 採購奈米氧化鈦，並填寫參考物質生產表單，針對購入7款的奈米氧化鈦材料，進行SEM形貌測試，篩選4款進行測試，完成5種米氧化鈦粒子特性分析。 	無
	完成奈米氧化鈦比較分析與選定。	<ul style="list-style-type: none"> 完成均勻性與穩定性及特性分析測試，並以離心與添加分散劑最佳化配製程序，完成二氧化鈦奈米粒徑標準參考物質分裝作業程序技術報告。 	無
	完成奈米氧化鈦量測與特性分析。	<ul style="list-style-type: none"> 進行樣品分散最佳化程序，完成穩定性量測與酸鹼度、導電度與形貌的特性分析，依照ISO GUIDE 34撰寫品質文件。 	無
	完成奈米氧化鈦量測報告與相關標準文件。	<ul style="list-style-type: none"> 依照ISO GUIDE 34撰寫所有品質文件，其中包括：參考物質規劃、分裝程序、粒徑特性分析報告及參考指引等等。並解持續進行樣品之穩定性測試，紀錄使用日期。 	無
(2) 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立			
奈米粒子比表面積量測技術：量測範圍10 m ² /g 至200 m ² /g；量測系統不確定度≤5%。	完成比表面積量測理論與量測方程式建立。	<ul style="list-style-type: none"> 參考ISO標準規範：ISO 9277，建立量測方程式與追溯項目評估，完成量測方程式中質量評估、天平校正，查核件評估，完成BET系統不確定度評估方法以及溫度、壓力與體積校正。 	無
	完成比表面積材料之氣體吸附與脫附曲線量測。	<ul style="list-style-type: none"> 完成比表面積材料之氣體吸附與脫附曲線量測，包括樣品BAM-PM-102 (5 m²/g)以及BAM-PM-108(550 m²/g)，與其查核管制圖表。 	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
	完成比表面積量測不確定度要因分析與系統評估。	• 完成不確定度評估與操作程序技術報告，及查核管制圖表、校正程序 (ICT)與系統評估報告(MSVP)。	無
	完成比表面積量測系統查驗。	• 完成查驗計畫及審查委員邀請與會議安排，11月6日完成系統查驗。	無
(3)奈米粒子／線功能性量測標準技術建立			
奈米粒子表面電性量測技術：量測範圍(-50~+50)mV，最佳量測不確定度≤10mV。	完成 zeta potential 量測校正程序。	• 數據處理軟體驗證，完成 zeta potential 量測校正程序。	無
	完成配製查核品及穩定性測試。	• 確認查核樣品條件及保存方式：2 x 10 ⁻³ % 聚苯乙烯(200 nm、100 nm、50 nm、20 nm)，溶劑為 2 mM NaCl 水溶液。存放條件：常溫保存於真空乾燥皿。	無
	完成 zeta potential 量測系統評估報告。	• 完成 zeta potential 量測系統評估報告，持續與學界進行奈米銀等物質 zeta potential 之研究。	無
	完成 Zeta potential 量測系統查驗。	• 完成查驗計畫及審查委員邀請與會議安排，8月15日完成系統查驗。 • 根據查驗會議中委員建議，以查核樣品持續監控量測系統穩定性，並更新查核管制圖。	無

2. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
(1) 薄膜結構參數量測標準及參考物質量測技術			
HOPG 晶格常數量測技術研究：量測重複性 < 15%。	完成 STM 量測 Si (or HOPG)晶格常數。	• 進行 STM 模組架設以及探針安裝，並做 HOPG 量測。完成 STM 掃描 HOPG 影像並可解析到晶格等級。 • 以 AFM 使用 contact mode 量測擁有較大晶格常數之雲母片並確認了最佳化晶格量測參數，再嘗試掃描 HOPG。 • 完成 STM 影像漂移評估及補償方	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
		法。	
	完成 AFM 量測 HOPG 晶格常數，量測重複性 < 15 %。	<ul style="list-style-type: none"> 完成使用 AFM 掃描 HOPG 晶格影像，並評估影像漂移對晶格常數量測所造成的影響。 完成 AFM 掃描 HOPG 晶格影像分析，其量測重複性可至 5 %。 	無

3. 奈米國際量測與產品標準推動分項

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
(1) 奈米諮議會/秘書處運作			
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	完成舉辦諮議會及各工作組會議、1 份新工作提案草案撰寫及相關網頁的維護。	<ul style="list-style-type: none"> 完成 TNSC 新工作提案：奈米電機產品質和風險評估準則草案撰寫。 完成 TNSC 新工作提案：奈米技術 - 材料規格-規格化奈米體的準則。 10 月 12 日辦理第 2 工作組 103 年會議，11 月 25 日舉辦第 1,2,3,4 聯合工作組 web meeting。 12 月 2 日舉辦 TNSC 年度會議。 網站之國內外會議現況、國際標準工作動態、諮議會工作動態等相關資訊持續更新維護。 	無
(2) 奈米量測標準與檢測技術標準化			
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。	完成參加 ISO/IEC/VAMAS 之 TC 相關議題會議(4 人次)，國際標準議案討論、資料之蒐集、整理。	<ul style="list-style-type: none"> 參加 ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS 國際奈米標準會議共 4 人次，參與標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。 	無
	完成 IEC TS 62844 CD 版 各國意見彙整回復，及草案修改。	<ul style="list-style-type: none"> 完成 IEC TC 62844 “GUIDELINES FOR QUALITY AND RISK ASSESSMENT FOR NANO-ENABLED ELECTROTECHNICAL 	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
		<p>PRODUCTS” 標準案意見回覆及草案修正，及意見回復的彙整，回擲秘書處。</p> <ul style="list-style-type: none"> 4月29日進行 IEC TC 113 62607 “Nanomanufacturing - Key control Characteristics - Part 4-4 Nano-enabled Electrical Energy Storage Devices - Thermal Characterization of Nanomaterials, Nail Penetration Method” 草案第一次 web 專家會議討論，對草案與鋰電池安規規範相關性討論，會中修改範疇字句後，達成較無直接對應共識，5月進行 IEC TC 113 project PWI 62607 案 1 場 10 位專家及 IEC TC 113 TS 62844 案 2 場各 7 位專家的網路討論會議，專家國別包括日本、德國、加拿大、英國、俄羅斯、義大利及台灣等，建議內容送至 6 月 1-8 日於加拿大召開的 IEC TC 113 working group 3 上半年會議中討論。 主導之國際標準案:進度: IEC/TS 62844，8 月開始進行 DTS 階段投票，11 月 28 日完成，91.7% 同意通過 DTS 投票，但需修正意見回覆；EC 62607-4-4 8 月開始進行 NWIP(新工作提案)階段投票，11 月 7 日完成，同意為正式工作案。 	
	其他	<ul style="list-style-type: none"> 9 月 24 日參加 ANF summit 會議，報告標準事務，會中決議：(a)ANF 主辦之台灣/伊朗/泰國三方六實驗室奈米粒子比對活動，由國家度量衡標準實驗室協助辦理。(b) ANF 對 ISO TC 229 liaison officer 移交 	

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
		<p>新加坡代表 Raman 擔任(原任代表為台灣工研院材化所蘇宗榮所長)。</p> <ul style="list-style-type: none"> 與奈米國家辦公室共同規劃 10 月 2 日配合奈米展予台北世界貿易中心展覽館第 4 會議室，辦理兩岸奈米標準研討會一場，邀請中國國家納米科學中心 4 位專家，針對大陸奈米標準技術發展現況進行介紹。 	

(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
無					

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	4.25	4.65
	(2).薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫主持人：劉惠中	2.96	2.71
	(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	1.20
		8.46	8.56

2.計畫人力

單位：人年

分類		職稱					學歷					合計
年度	狀況	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	
103	預計	4.73	3.73				2.31	4.23	1.57	0.35		8.46
	實際	4.69	3.87				2.30	4.31	1.60	0.35		8.56

註 1：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	10,215	45.8	10,215	45.9	
(2)管理費	2,524	11.3	2,524	11.3	
(3)其他直接費用	9,213	41.4	9,213	41.4	
2.公費	126	0.6	126	0.6	
經常支出小計	22,078	99.1	22,078	99.2	
(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)					
6.雜項設備					
7.其他權利	200	0.9	165	0.8	
資本支出小計	200	0.9	165	0.8	
合計	22,278	100	22,243	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	—	216,000	
權利金	—		
技術授權	—	130,000	
製程使用	—		
其他—專戶利息收入	—		
罰金罰鍰收入	—	100	
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	—	17,500	
其他雜項	—		
合 計	—	363,600	

註 1：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 IEEE-NEMS 2014 會議，發表論文及拜訪日本計量研究機構(NMIJ) (陳國棟研究員， 103.04.13-103.04.22)

本次出國出差有兩個任務，第一，於 4/13 ~ 4/17 期間，參加 2014 年 IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (IEEE-NEMS)並發表目前成果。且藉此國際會議，介紹國家度量衡標準實驗室在國際上奈米量測技術之能力，對國際重要計量研究機構推廣本團隊在奈米粒子研究上之重大成果，展現國家度量衡標準實驗室計量標準技術實力。第二，於 4/18~4/22 期間則是前往日本國家計量標準實驗室(NMIJ)，參觀 Dr. GONDA 之計量型原子力顯微鏡與掃描是顯微鏡實驗室並與 Dr. Sakurai 進行奈米粒子濃度量測交流。除此之外，對於 NMIJ 新建立之奈米粒子低濃度量測校正系統進行討論與學習，並討論未來在奈米粒子上合作之可能性，進而推廣本團隊在奈米粒子量測上之技術。

2. 參加 UK Colloids 2014 國際研討會，發表論文及拜訪英國國家物理實驗室(National Physical Laboratory, NPL)。(葉育姍研究員，103.07.05-103.07.12)

UK Colloids 2014 國際研討會由英國 RSC 及 SCI 合辦，主要針對膠體懸浮粒子與界面化學。針對粒子的結構設計、合成方法、量測方法及理論模擬，以及膠體粒子在奈米、生醫領域的應用等不同議題有深入討論。會議前的接待會於英國皇家協會舉行，安排與會者法拉第博物館，了解英國近代重要的科學研究成果與進展。會議主題可分為微流設計、膠體力子產業應用、奈米相關領域、微胞/微乳膠/奈米乳膠設計、特性分析、膠體物理、高分子膠體等，由於主題相當多，同時段皆有至少三個以上平行分組議程同時進行。本次就膠體樣品之分類、製備方法、物化特性量測技術、以及產業應用等主題參加。膠體科學可應用於化學工業、奈米產業及生技產業等，涵蓋範圍相當廣，因此本次與會者來自許多不同領域，包含物理學家、化學家、生物學家、高分子科學家、製劑研究者、奈米科技研究者、製藥業者、以及食品科學家等領域的研究學者，總參與人數約 260 人。

英國國家物理實驗室為英國國內最高量測單位。本次拜訪部門為奈米粒子及表面分析組，該部門主要負責的領域為奈米粒子在溶液中之物理化學性質分析，以及固態樣品表面分析。部門成員來自物理、化學、生物等不同背景，為跨領域研究團隊。本次實際參訪其實驗室量測系統、交流其目前目前遇到的技術問題以及未來的研究規劃等。

3. 參加 2014 第十屆海峽兩岸計量研討會及 The 3rd International Workshop on Material Metrology。(何信佳資深研究員，103.06.03-103.06.12)

此次出國計畫參加在大陸北京舉辦的「2014 第十屆海峽兩岸計量研討會」及拜會「廈門市質量技術監督局」。然後再飛往日本參加 NMIJ 舉辦的「The 3rd

International Workshop on Material Metrology」。

參加「2014 第十屆海峽兩岸計量研討會」發表論文，篇名為「Zeta 電位量測儀之驗證」、「奈米標準粒子之分析與介紹」。並以「氣膠奈米顆粒之量測研究與應用」為題進行口頭報告。藉以展現國家標準實驗室奈米計量相關成果，並與該領域專家進行技術的討論與交流，以期加速研發時程。至「廈門市質量技術監督局」及參訪廈門市計量檢定測試院，並且參加「兩岸光電檢測技術及標準研討會」，藉由此次的參訪相關主管單位及機構，掌握大陸縣級計量單位發展需求及管理制度，供國內發展規劃之參考，爭取技術合作的可能性。參加於日本 National Metrology Institute of Japan (NMIJ) 舉辦的「The 3rd International Workshop on Material Metrology」是為發展材料計量，由台灣、日本發起，與中國、韓國等籌組 Materials Metrology Workshop，Workshop 內容包含材料量測技術發展報告、各國材料計量年度報告、合作計畫(比對、技術合作)。會議邀約 NML 團隊進行「Nanoparticle In-Line Monitoring in Semiconductor Industry」、「Current Status of the Materials Metrology Development at NML-CMS」等報告，並提出未來國際比對合作等議題的討論。

4. 參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(IEC TC 113 working group 3 上半年 meeting) (姚斌誠資深研究員，103.06.01-103.06.08)

此次的會議由 CSA(Canadian Standards Association, 加拿大標準協會)舉辦，會議預期 4 天，此次出席會議，除參加 IEC TC 113 working group 3 會議外，6/3 並主持 TS 62844 標準案討論，6/6 主持 62607-4-4 標準案討論。

EC 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” WG3 春季會議，2014 年 6 月 3 日至 6 日在加拿大/多倫多，舉行了本年度工作小組三(WG3)第一次會議。這次會議由加拿大標準協會集團(Canadian Standards Association Group, CSA Group)主辦，CSA 集團為獨立非營利之機構，主要負責加拿大與全球的標準/檢測/認驗證相關業務，並為加拿大對應於 ISO/IEC/ITU 國際標準組織的代表單位，CSA 已成立近百年，已制訂發行的標準超過一千九百項，其中三分之一以上為北美法規採用。CSA 在奈米標準發展上頗為活躍，目前是 ISO TC 229 及 IEC TC 113 聯合工作組 1(JWG1, 術語與詞彙)的主席與秘書，主要推的標準領域為 nano cellulose(林業)、術語與詞彙(EHS 之法規需求)及 nano metrology(法規需求)，加拿大主要奈米標準專家群來自 National Research Council (NRC)，因前幾年與 NRC 有合作計畫，因此資訊交流還算順暢，加拿大奈米標準資源投入也有數年，但並無明顯的產業效應，因此對台灣奈米標準的資訊非常有興趣，經常詢問相關資訊，希望能應用於加拿大已有一大堆奈米產品，但卻不知如何管理之窘境。

這次會議共來自美國、日本、德國、韓國、加拿大、法國...等國家約三十位代表參加，大陸專家因簽證問題，無法與會。會議主要 WG3 主席德國 Werner Bergholz 和 TC 113 TC 秘書 Norbert 主持，共有兩個工作組(WG3 及 WG7)八個分項的討論，八個分項分別為 Nano-enabled photo voltaics、Graphene、Organic and large area

electronics、Nanomanufacturing、Carbon nanotube materials、Luminescent Nanomaterials、Nanoenabled energy storage、Vocabulary，每個分項的標準案並不多，大約 1 到 5 個左右，WG7 主席為日本 AIST 的 Hiro Akinaga，他也是 Asia Nano Forum (ANF) 的日本的代表之一，因此後續在 WG3 提標準案時需加以考量 ANF 的共通需求，而非只以台灣的需求考量，以免在 ANF 內部造成衝突。

5. 參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(ISO TC 229 working group 2 會議)(何信佳資深研究員，103.11.02-103.11.09)

此次出差的目的是參加在印度新德里 India Habitat Centre 舉辦的第 17 屆 ISO/TC229 大會和第 14 屆 ISO/TC229/WG2 以及 IEC/TC113 的聯合工作組 JWG2 (奈米測量與特性工作組)，藉由參加此次會議，了解先進國家對奈米技術研究的能量投入和進度，以及國外儀器廠對奈米等級檢測儀器設備的開發。了解產業在儀器、量測方法及產品的產業需求和趨勢，作為我們現有技術的發展應用方向，例如環境氣膠粒子、環境溶液中粒子測定等議題。藉由參與國際標準討論及制定，讓國內的標準制定與國際接軌，產業發展不致落後國際趨勢，同時也藉由發言防止不利我國產業發展之標準制定。

在此次會議 JWG 2 Measurement and Characterization 發展趨勢，可看出實際環境狀態的特性測定是奈米相關標準的走向，例如水溶液懸浮粒子的粒徑、粒徑分布和聚集態，又如氣膠粒子的特性訂定。此外不同於大尺度物質，奈米物質與環境的交互作用更為強烈，因此在特性測定過程更注重樣品之前處理；同時許多的量測技術，實質上無法提供寬尺寸分布的奈米材料量測，或是進行寬尺寸分布量測時其不確定度過大，因此量測前更需要進行尺寸分級。總言之，在奈米領域一個量測或測定協定(包含前處理程序)較之傳統材料更為重要。

此外，參數測定最佳的狀態就是以樣品原始狀態進行測定，然而要訂出完整之標準且適用於一般框架結構有極大的挑戰。目前部分 ISO 就往這個方向前進。此外、單一技術或整合幾個技術的方法或協定可能更容易達到建立標準之目的，ISO 也有幾個草案往這方向前進。

會議中微分電移動度(DMA)的分佈測定受到許多成員所質疑，個人認為此次 ISO 會員多為各國國家標準實驗室成員，其專長長於顯微技術者居多，因此忽略了巨觀量測技術帶來之優點。然而寬粒徑分布之量測/測定進行前處理和分級在以往 NML 的工作中顯示其有一定之必要性，顯微技術雖然可以觀察每個顆粒的尺寸和形貌，仍有可能取樣量不足，不足以代表眾數的問題。氣膠，溶液中懸浮微粒等巨觀的測定方法，各有其優缺點，作為眾數粒子粒徑量測之結果，比較之顯微技術，在取樣上更有優勢。

6. 參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(VAMAS 第 39 屆 Steering Committee 會議) (傅尉恩正研究員，103.05.11-103.05.17)

此次的會議交由美國舉辦，選在北京中國計量院，會議預期 5 天，包含 2 天的 Steering Committee、2 天的 workshops 及 1 天的中國計量院參觀行程。此次出席會議，於會中報告我國於奈米、材料檢測標準發展近況，並參與討論 VAMAS 組織在標準制定之角色扮演。

39th 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 MoU 的討論、BIPM Liaison、Coordinator Report 等等。在 Coordinator Report 部分，多數 TWA 均有進度報告，內容值得我們參考，對於驗證我國在奈米標準技術發展上有極大助益。

半導體及石墨烯研討會(The Metrology Requirements in the Semiconductor Trade and in the Graphene Trade)一共有 9 個邀請演講，演講者都是來自中國。

參訪中國計量科學研究院力學與聲學計量科學研究所，由張躍所長、蔡常青主任、王健博士、楊平副研究員解說、接待。力學與聲學計量科學研究所之主要研究領域為稱重、密度、硬度、速度、轉速、風速、雷達測速、容量、力值和扭矩、衝擊、振動、聲學等。包含六個研究室：品質密度研究室、測力研究室、容量研究室、硬度研究室、振動衝擊研究室、聲學研究室，現有科技人員約有 60 人。除了國家計量標準外，並積極發展型式試驗，目前經多國相互認可，已經是國際法制計量組織審查批准為非自動衡器和稱重感測器型式試驗報告互認的試驗機構，可以出具國際互認的非自動衡器和稱重感測器型式試驗報告。拜訪中蔡常青主任非常慎重地介紹各項非自動衡器和稱重感測器型式試驗，這也是力學與聲學計量科學研究所的重要財源。電子稱的重複載重(10,000 次)測試。蔡常青主任的調查中，顯示許多生產衡器的台資企業非常需要這項型式試驗報告(OIML 證書試驗的指定機構)，因此也建議 NML 發展此項業務。

技術發展上，對於質量領域的發展，張躍所長、蔡常青主任都表示必須關注在新 SI 的未來發展。因此，在 2014 年 4 月 21 日，邀請瑞士聯邦計量院(Federal Institute of Metrology, METAS，以下簡稱“瑞士計量院”)副院長、國際計量委員會(CIPM)品質及相關量諮詢委員會(CCM)主席菲利浦·理查博士(Dr. Philippe Richard)到中國計量科學研究院進行交流訪問。蔡常青主任特別強調，由於目前部分發達國家已取得的新質量定義的實驗資料，瑞士計量院副院長理查博士認為 CCM 對 2018 年可能進行質量單位重新定義工作的計畫和進展，非常樂觀。除了發展 Joule Balance、Watt Balance 和矽晶球質量量測的前瞻計量技術外，顯然如何做量值的傳遞(dissemination)，也亟需要開展新的計量技術。因此，在質量領域中，NIM 邀請 NML 一同就相關的議題，進行合作，思考如何把量值由真空中(Watt balance 或是 Joule balance)傳遞的到大氣或是氮氣中的標準砝碼。為此，NIM 已申請下一期經費(2015~2017)，購置新的 M-One 取代舊型的 M-one，並擬建立在真空中的自動傳輸系

統。

7. 參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(IEC TC 113 會議)(姚斌誠資深研究員，103.11.06-103.11.14)

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” TC 會議，2014 年 11 月 10 日至 14 日在日本/東京，舉行了本年度 TC 會議。這次會議與 IEC 第 78 屆大會一起舉辦，超過 50 個 TC/ SC 參與。主辦單位為 IEC 之日本國家委員會，日本工業標準委員會 (JISC)，這次會議共來自美國、日本、德國、韓國、加拿大、法國、中國、挪威…等國家約三十位代表參加，會議主要 WG3 主席德國 Werner Bergholz 和 TC 113 TC 秘書 Norbert 主持，共有兩個工作組(WG3 及 WG7)八個分項的討論，會議中我的主要的活動有二項：第一項為報告了 ANF(台灣)主導的編號為 IEC/TS 62844 ” Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products” 之標準，此標準案已進入技術規範草案階段 (DTS)，第二項報告為潛在新提案(PWI)，62607-4-4: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method，有關 STOBA 鋰電池標準，主要是針對 Li-Ion battery 短路燃燒潛在危險之品質檢測法，草案 8 月完成送交秘書處進行新工作提案(NWIP)投票，11 月 7 日投票同意後正式成案。

(二)國際合作研究

1. 至德國 PTB 之 X 射線與 IR 光譜技術部門，進行奈米薄膜量測及晶圓表面微量污染物分析之合作研究計畫。(葉育嫻研究員，103.09.1-103.11.30)

此次客座研究主要學習由 PTB 自行開發、利用同步輻射光源搭配各項基礎常數 (fundamental parameter, FP)、不需使用標準品即可針對各元素進行定量的 X 射線螢光光譜技術(X-ray Fluorescence, XRF)。該部門於 X 射線光譜技術領域擁有超過 20 年的研發經驗，利用柏林同步輻射中心之同步輻射光源 BESSY II，可準確計算入射光能量，並利用同步輻射光源校正偵測器，獲得具追溯性之偵測器效率圖譜。在基本常數量測上也投注相當多心力，致力於降低 XRF 各項量測不確定度。該量測架構並已技轉至其他研究單位如位於法國國家計量研究院 (Laboratoire national de métrologie et d'essais, LNE)、位於義大利同步輻射中心(Elettra-Sincrotrone Trieste)、德國柏林工業大學(Technical University of Berlin, TU)，並參與多項歐洲計量聯合計畫(European Metrology Research Programme, EMRP)，與產學研界皆有諸多合作。

本次客座研究除了學習同步輻射相關量測技術、各項量測參數之校正程序，也學習 XRF 光譜解析流程及數據擬合演算法之建立。另外，也利用同步輻射光源量測奈米薄膜樣品，在不同入射角同時擷取 X 射線反射光譜(X-ray reflectivity, XRR)與 XRF 光譜，利用兩種技術進行薄膜厚度量測比對。同時，也藉由 XRF 光譜了解表面微量元素及膜層結構相關訊息，以協助修正 XRR 數據擬合模型，並了解製程中可能的問題，提供製程改善條件。對國家度量衡標準實驗室而言，除了深化現有 X 射線薄膜

厚度量測技術，更可為下一期奈米計畫之規劃與發展提供借鏡。

除了技術合作，此次客座研究並與 PTB 建立良好與深厚的合作關係，未來將持續進行 XRF 相關合作研究，並將合作項目列入雙方新簽訂的合作備忘錄(memorandum of understanding)之附件。未來除了共同參與歐洲 EMRP 計畫及在亞太區域舉行之各項比對活動，也透過雙方在產業界的多年耕耘，精進此量測技術在產業上的發展與應用，對國內產業界尤其是奈米相關產業可有相當大的助益。

客座研究最後兩周並安排至義大利參與由國際理論物理中心(International Centre for Theoretical Physics, ICTP)及國際原子能機構(International Atomic Energy Agency, IAEA)共同舉辦的研習課程。內容主要介紹同步輻射相關儀器架構、X 射線吸收光譜及螢光光譜技術之基本原理、數據處理以及相關應用。講師來自世界各國同步輻射中心及研究機構，與會者也大多在 X 射線相關光譜領域有多年研究經驗。在為期兩周的研習課程中，除了有系統介紹 X 射線光譜之軟硬體知識，更重要的是，提供與世界各國的研究者互相切磋、密集交流討論的機會，對國際研究潮流及應用發展方向能有更深入認識，同時也推廣我國在 X 射線光譜之耕耘成果，建立未來合作契機。

本次客座研究最後一個行程為參與在義大利威尼斯舉行之 NanotechItaly 2014 國際研討會。該會議著重奈米技術在諸多領域如生醫製藥業、太陽能領域、半導體業、製造業、以及航太領域等應用。與會人士除了來自學校、產業界，更有許多國家實驗室研究員如英國國家物理實驗室(National Physical Laboratory, NPL)、德國 PTB、義大利國家計量院(The Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica, INRIM)等。研討會並提供與會者與產業界人士交流的時段，可與潛在合作對象規劃討論未來的合作模式，提升我國在歐洲地區的知名度及合作網絡關係。

(三)國際技術交流

1. 舉辦2014奈米粒徑量測國際研討會。

6月16日假工研院光復院區17館國際會議廳，舉辦「2014奈米粒徑量測國際研討會」，本研討會邀請NIST(美國)、NMIA(澳洲)、NMIJ(日本)、NIM(大陸)與NML(中華民國)共5國家實驗室專家學者與會討論奈米量測技術、國際比對與生物安全性等議題。共計有51家廠商，114人次參加。



2014 奈米粒徑量測國際研討會專家合影

(四)參加 2014 台灣奈米科技展

本計畫參加 10 月 2 至 4 日，於世貿一館辦理的 2014 台灣奈米科技展活動，並以 AFM 樂高展具、奈米粒子標準件及 17 份介紹技術成果的文宣品參展。

奈米計量標準 提升台灣3C產業競爭力

2014-10-02 經濟日報 曹松清



「2014台灣國際奈米展」中，經濟部標準局獲「績優部會獎」、工研院量測中心獲「卓越貢獻獎」。標準檢驗局技正張力成（左起）、奈米計畫主持人傅耐恩、工研院量測中心主任段家瑞、標準檢驗局副組長張嶽峰、科長孫元平、量測中心組長張啓生、副理蔡佳玲。曹松清／攝影

(五)教育推廣

1.國內研究生培訓：

- (1) 台灣大學光電所博士生藍義信，參與粒子分項的奈米粒子掃描式電子顯微鏡研究(103年1月-103年6月)：

以掃描式電子顯微技術進行奈米有機發光材料及結構之量測。反射式有機發光元件 (ROLED) 以奈米銀參雜之 Alq₃ 在反射顏色上，發揮了重要的作用，例如，它從 20、40、60、80 和 100 nm 處產生的顏色淺黃色，淺橙，紅紫色，綠色，藍色，淺綠色。在黑暗中，該元件經由施加一個小偏壓可用於顯示，且如傳統 OLED 具有超高對比度。精確地進行奈米銀的尺寸量測，得到足以信賴之數值作為元件設計和製程之依據。結果發表於 *Organic Electronics*, 15 (2014) 785–791。

- (2) 成功大學材料科學所碩士生陳重谷，參與薄膜分項的奈米前瞻量測技術研究(103年1月-103年12月)：

成功大學研究生陳重谷使用原子力顯微鏡(Atomic Force Microscopy, AFM)量測生物細胞力學，藉由量測腸病毒 71 型(EV71)的外鞘膜蛋白(VP1)和 P-selectin glycoprotein ligand-1(PSGL-1)蛋白質之間的解離力。解離力與 EV71 感染人類的機率成正比關係。該生首先使用自組裝單分子層製程，VP1 和突變的 PSGL-1 蛋白質便可以分別固定於 AFM 探針以及矽基板之上，再使用原子力顯微鏡於緩衝液中量測兩種蛋白質的解離力。量測結果發現硫酸化的 PSGL-1 (46, 48F)的解離力明顯大於硫酸化 PSGL-1 (48, 51F)以及硫酸化 PSGL-1 (46, 51F)。此結果指出當酪氨酸-51 被苯丙胺酸取代而無法硫酸化時，會使得硫酸化 PSGL-1 和 VP1 的反應性明顯下降，間接使 PSGL-1 對 VP1 的專一性下降。因此由本研究得知，藉由阻止酪氨酸-51 硫酸化的藥物，可以有效降低 EV71 感染人類的機率。

- (3) 中興大學材料工程所碩士生宋品賢，參與薄膜分項的以 XRR/XRD 進行薄膜相關量測技術研究(103年1月-103年12月)：

中興大學材料系學生宋品賢進行 X 射線反射儀(X-ray Reflectivity; XRR)量測高介電常數(high-k dielectric)薄膜的 XRR 光譜，藉由 X 光在不同電子密度的薄膜介面間會產生反射的特性，量測反射 X 光的干涉光譜，並利用軟體對於 high-k 多層薄膜的物理特性，例如薄膜厚度、密度及粗糙度。實驗結果發現，對於高溫退火後的 high-k 二氧化鈣(HfO₂)薄膜，其與底下二氧化矽(SiO₂)薄膜間的介面層，矽酸鈣(Hafnium Silicate)的厚度將隨著退火溫度增加而提高。此外，對於標稱厚度為 1.2 nm 及 2.5 nm 的二氧化鈣薄膜以原子層沈積法(atomic layer deposition; ALD)製備在矽 P-type (100) 基板上。其厚度與介面層的物理性質將以 X 射線反射儀進行分析，搭配使用穿透式電子顯微鏡(transmission electron microscopy; TEM)與電子能量損失能譜(electron energy loss spectrum; EELS)檢測，結果顯示在 high- κ 介電層與氧化層間將存在一層鈣矽化物，因此，在進行 XRR 譜線厚度分析時，必須建構包含鈣矽化物的擬合模型，提高量測準確度。

- (4) 臺灣科技大學機械工程所碩士生溫禪儒，參與薄膜分項的以 XRR/XRD 進行薄膜相關量測技術研究(103 年 1 月-103 年 12 月)：

台灣科技大學機械系學生溫禪儒進行對於低介電常數薄膜(low-k dielectric thin film)進行薄膜孔隙率的評估。目前半導體產業最常使用矽氧基(Silica)的低介電值材料(介電值=3.9)，藉著摻雜空氣使其成為孔隙率材料可以將其介電常數更加降低至 2.2~2.3 左右(此處，孔隙率係指材料體積內孔隙體積占材料總體積的百分比)；使用低介電常數材料可以降低金屬導線電容值，並降低元件傳遞延遲及干擾的問題。研究中，結合 X 射線反射儀及氣體流量設備，薄膜吸附甲苯氣體比例的狀態也反映在薄膜密度變化的量測結果，將個別氣體比例下的一連串薄膜密度值做高斯函數(Gauss function)曲線模擬分析(Curve fitting)，並配合 Kelvin's equation，可得到薄膜孔徑的尺寸及分佈情形。低介電材料 MSQ 薄膜其奈米孔隙及分佈利用 XRR 方式進行評估，發現隨著致孔劑由 10%提高至 40%，其孔徑由 9.5 nm 提升至 10.23 nm。

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) 奈米粒子參考物質研製技術：

(1)目標：奈米二氧化鈦標準粒子：10 nm ~100 nm ，CV<15 %。

(2)量測限制與因應方法：

樣品採用微分電移動度分析法進行粒徑分析。其基本原理就是將帶電的粒子施予靜電力和氣流造成的拖曳力，其中靜電力與帶電荷數相關，而拖曳力與粒子尺寸相關。可藉由靜電力與拖曳力位移量分量計算，獲得粒子尺寸。此外要將粒子帶一定電荷，則以原子核輻射或 X-光照射的方式將粒子帶電荷，並經由粒子間的碰撞獲得穩態平衡，以此方式獲得可控制的帶電粒子。此方法可得粒徑與分布，但無法判別粒子的形貌等參數，因此計畫輔以 SEM 作為形貌之觀測。再者以 DLS 進行穩定度之量測。

(3)成果之效益與影響：

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，FY102 年完成奈米氧化鋅標準粒子研發。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。FY103 年增加二氧化鈦標準粒子研發，使奈米粒子參考物質更完整。本奈米團隊更依據多年量測之結果與經驗，歸納出一套建立奈米粒子參考物質的方法，提供各學、業界作為研究奈米粒子之依據，例如此方法協助了 FY103 食品藥物管理署進行含奈米物質食品與化妝品之先期比對研究。

(二) 奈米粒子比表面積量測系統建置：

(1)目標：量測範圍 10 m²/g 至 200 m²/g；量測系統不確定度 ≤ 5 %。

(2)量測限制與因應方法：

計畫目前所建置之比表面積量測系統，可適用於無孔洞(nanoporous)或大孔洞

(macroporous, 孔隙大於 50 nm), 以及中孔洞(mesoporous, 孔隙介於 2 nm 到 50 nm) 之粉體。超細微的孔洞(如 supermicropores, 0.7 nm 到 2 nm; ultramicropores, < 0.7 nm) 的材料, 則需要昇級較高的抽真空設備, 此類材料較少做為標準品。未來將視實際需求擴建。其他如薄膜樣品, 則可以以 X-光的方式量測。另外濕式樣品也無法以 BET 進行檢測。目前濕式樣品的檢測可以核磁共振的方法進行, 也是未來規劃的方向之一。

(3) 成果之效益與影響：

滿足化妝品、塗料、生醫材料、半導體化學機械研磨液調配、高分子材料設計及製程調整、藥物傳輸系統研發、噴墨顏料開發、廢水處理及淨化材料建立相關產業等領域原級校正與追溯的需求。此外表面積為奈米物質需訂定之八大參數, 因應國內、外奈米 EHS 議題和管理法規規定, 系統之建立可以協助奈米標示, 物質安全資料表之參數量測依據, 配合貿易、法規之需求。

(三) 奈米粒子表面電位量測：

(1) 目標：量測範圍(-50 ~ 50) mV, 最佳量測不確定度 ≤ 10 mV。

(2) 量測限制與因應方法：

目前國際間並無公認適當的 Zeta 電位標準樣品, 在系統建置過程以聚苯乙烯標準粒子作為查核樣品, 並先行測試樣品製備程序及保存條件, 以確保樣品於查核管制期間的穩定性。截至系統查驗會議為止已收集超過六個月的量測數據, 顯示樣品於目前的保存條件下可維持良好的穩定性, 於 95% 信心水準下, 擴充不確定度為 2.7 mV, 未來將持續進行查核樣品量測並更新查核管制圖。此外, 因目前使用之聚苯乙烯標準粒子並無 Zeta 電位標稱值, 未來將邀請建置有 Zeta 電位量測系統之各國家實驗室進行量測比對, 以確認聚苯乙烯標準粒子之 Zeta 電位值。

(3) 成果之效益與影響：

Zeta 電位為評估膠體懸浮粒子在溶液中分散穩定性的重要參數之一, 可藉此參數了解奈米粒子在溶液中的行為表現, 以及與周圍環境的交互作用機制。由於奈米物質在環境健康安全 (Environment, Health and Safety) 相關議題的重要性與日俱增, 商用量測儀器之驗證、以及 Zeta 電位量測程序的標準化為目前急需完成的重要任務, 以期能提供具有追溯性之可靠量測數據。本年度完成商用 Zeta 電位量測儀器之校正程序, 針對 Zeta 電位各項量測參數進行驗證及不確定度評估, 同時也開發出合適的查核樣品監控量測系統的穩定性。通過標準檢驗局之查驗後, 已可正式對外校正服務。可配合政策提供奈米物質登錄時必要之物化性質數據, 同時也協助相關產業在製程開發及調整之重要依據。

【本年度執行成果】

(一) 奈米粒子參考物質研製技術：

國家奈米型計畫第二期計畫中之前瞻研究, ”奈米物質的環境-健康-安全性研究”會議中決議奈米 TiO₂、SiO₂、ZnO 為國內應用最廣、環境-健康-安全最迫切需要標準物質的材

料。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。因此，為了以可靠與科學的方法，釐清奈米粒子的效果，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、與可能面臨的法規等公共議題。

計劃於本年度研發奈米二氧化鈦材料，作為標準參考物質，並進行驗證流程與評估工作。其中包含評估參考物質樣品的均勻性與穩定性等參數，參數之訂定主要採用追溯至原級標準的掃描式電子顯微鏡觀察形狀觀察與團聚現象以電移動度分析儀觀察整體分布與穩定性，以感應耦合電漿發射光譜儀分析樣品中粒子濃度，以及分析界達電位、導電度與酸鹼度等。結果如表 1-1-1。

表 1-1-1. 奈米粒子參考物質分析

Material	Size (nm)	CV (%)	pH	導電度 ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	Zeta (mV)	TiO ₂ 濃度(mg/cc)
TiO ₂ -TC-30	31.1	8.1	7.66 ± 0.09	15.95 ± 0.60	-26.2 ± 0.5	1.0

本計畫主要是收集市售之奈米二氧化鈦粒子如圖 1-1-1 所示，調配後(如圖 1-1-2)進行量測奈米二氧化鈦粒子參考物質之特性，如粒徑大小、形狀、導電性，pH 值、組成、分散程度等等。最後藉由數據分析，選取較佳的粒子作為參考物質。本文中，收集四家不同廠商，共四種奈米二氧化鈦粒子，進行量測，如表 1-1-2

表 1-1-2 二氧化鈦粒子樣品規格

樣品	A	B	C	D
廠商	NanoAmor	Sigma-Aldrich	EPRUI	NIST
型態	Powder	Liquid	Powder	Powder

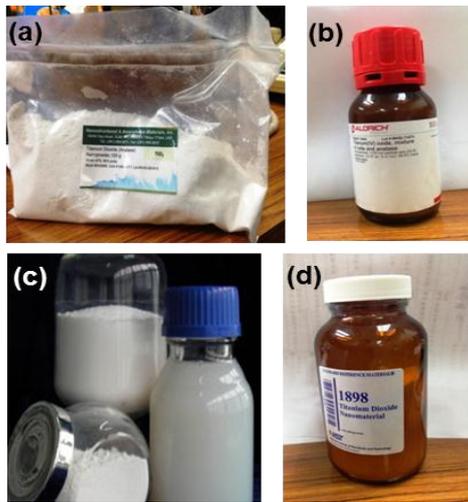


圖 1-1-1 商用樣品之外觀(a) NanoAmor (b) Sigma-Aldrich (c) EPRUI (d) NIST

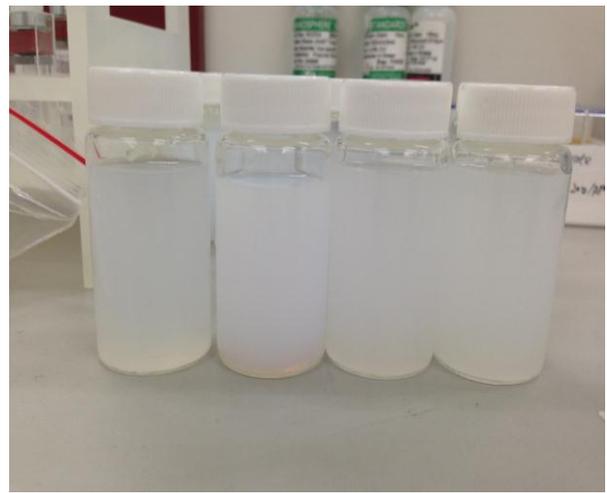


圖 1-1-2 各商用樣品經過調配分裝 A、B、C、D 等四瓶

本計畫利用掃描式電子顯微鏡量測粒子形貌，藉由掃描式電子顯微鏡可以大概觀察各粒子的形貌、大小、均勻性等，此外，藉由掃描式電子顯微鏡系統中能量散佈分析儀進行二氧化鈦粒子之定性分析。由於購買的奈米二氧化鈦有兩種型態，因此，以奈米二氧化鈦粒子粉末為例，本計畫則以二氧化鈦粉末加入純水進行量測，至於液態二氧化鈦粒子樣品，則是經過稀釋，再進行量測。調配參數如表 1-1-3 所示。

最後，將調配好之奈米粒子溶液以旋轉塗佈技術沉積在矽晶圓基材，用掃描式電子顯微鏡觀察形貌。之後再將剩下來之奈米粒子溶液，以電移動度分析法分析奈米粒子的粒徑、以 pH 量測儀(pH meter)量測溶液中之酸鹼度及導電度等等。

表 1-1-3 二氧化鈦粒子調配參數

樣品	A	B	C	D
取樣 (g)	0.02	0.01	0.02	0.02
純水 (ml)	20	20	20	20

本計畫主要目的為尋找適合之奈米二氧化鈦粒子作為標準參考物質。因此，依據經濟合作暨發展組織(OECD)發表奈米粒子檢測之關鍵參數：粒徑分佈、比表面積、粒子團聚、表面化性、組成以及形貌為檢測參數，選取適當的奈米二氧化鈦粒子作為標準參考物質。然而作為參考物質必須有幾項要求，例如粒子形貌必須近似球狀、形狀需均一，所以，本計畫利用掃描式電子顯微鏡進行初步篩選。圖 1-1-3 為商用粒子之形貌。由圖判斷，商用奈米二氧化鈦粒子之形貌，可發現樣品 A (NanoAmor)團聚嚴重、粒子形狀幾乎無法判別。而樣品 B (Sigma-Aldrich)的形狀則較不規則，粒徑較大，至於其他粒子形貌粒徑較小但近似球形。因此，由掃描式電子顯微鏡之結果，鎖定樣品 C (EPRUI)與樣品 D (NIST)為重點量測。

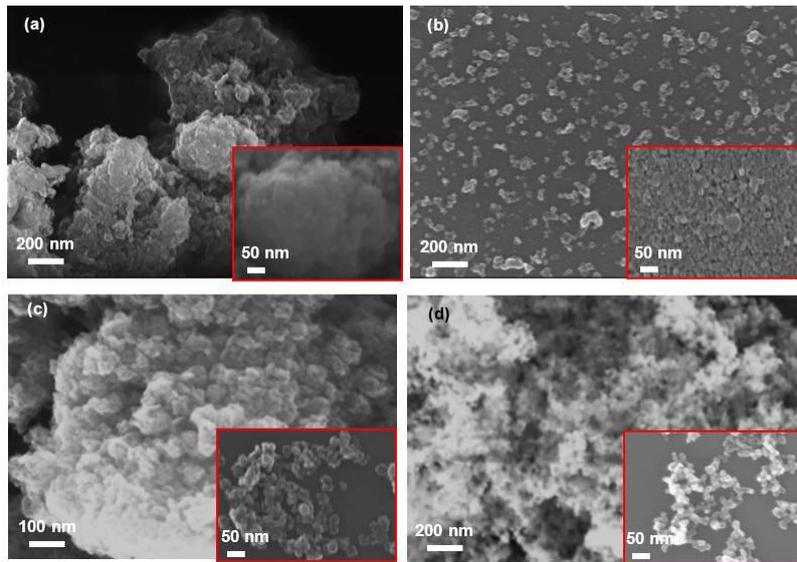


圖 1-1-3 商用奈米二氧化鈦粒子形貌(a) NanoAmor (b) Sigma-Aldrich (c) EPRUI (d) NIST

此外，為了瞭解奈米二氧化鈦粒徑分布，本計畫使用以電移動度分析法(DMA)分析粒徑分布。電移動度分析法是將含有奈米粒子之溶液氣霧化，經過電移動度儀將粒子篩選，再經由粒子計數器進行量測，所以，此方式是可以得到巨觀的粒子分布，結果如圖 1-1-4 所示。由圖中可知，各商用奈米二氧化鈦粒子分布大多在 10 nm 至 300 nm 之間且變異係數(coefficient of variance ; CV)都在 35 % 到 39 %之間。然而，本計畫為選擇成為標準參考物質之奈米粒子，其粒徑必需要分布於 100 nm 以下，因此由圖中可以發現，只有樣品 A(NanoAmor)與樣品 C(EPRUI)比較接近此要求。最後，綜合掃描式電子顯微鏡與電移動度分析法之結果，選定樣品 C 成為奈米二氧化鈦粒子為參考物質之原料。

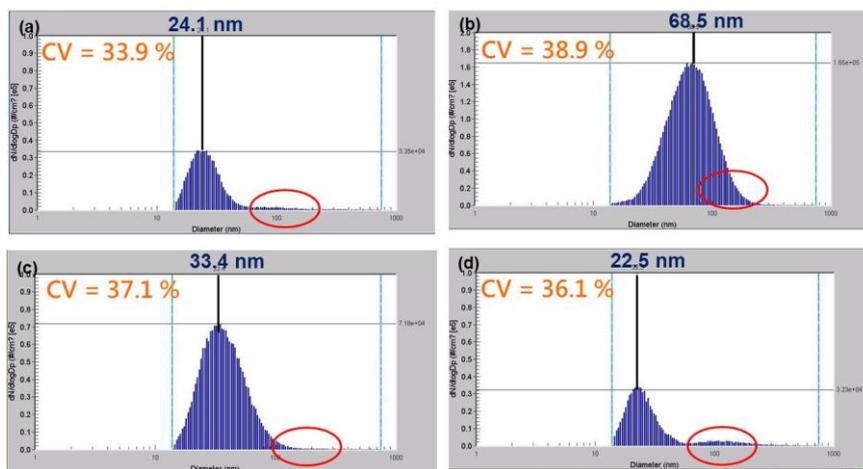


圖 1-1-4 利用電移動度分析法量測商用奈米二氧化鈦粒子分布且 CV值分別為(a) NanoAmor，33.9 % (b) Sigma-Aldrich，38.9 % (c) EPRUI，37.1 % (d) NIST，36.1 %

本計畫挑選量測結果相對較佳之 30 nm 左右之樣品，作為標準參考物質之原料。然而，根據前述初步的測試結果顯示，商用的樣品分散與均勻性仍顯不佳。因此，計畫為提升其分散性，添加分散劑(5-AA 分子)，並進行超音震盪處理後，經過離心機的篩選，取出分散良好之粒子，作為標準參考物質。觀察本計畫目前所開發出來的參考物質，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，並以微分電移動度分析法量得其分布，結果顯示樣本具有不錯的均勻性(圖 1-1-5)。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 Guide 34 的建議[1-1-1]，進行長期穩定性與短期穩定性、均一性等測試工作等。最後，本計畫之粒子，將會與其他單位進行合作，供應產官學研等各界等之需要。

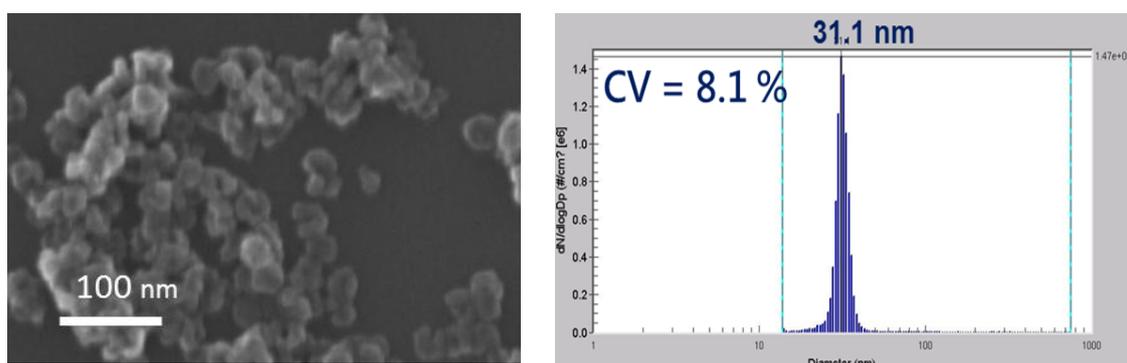


圖 1-1-5 SEM 量測奈米二氧化鈦粒子形貌與微分電移動度分析法量得的分布

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 1-1-6，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。

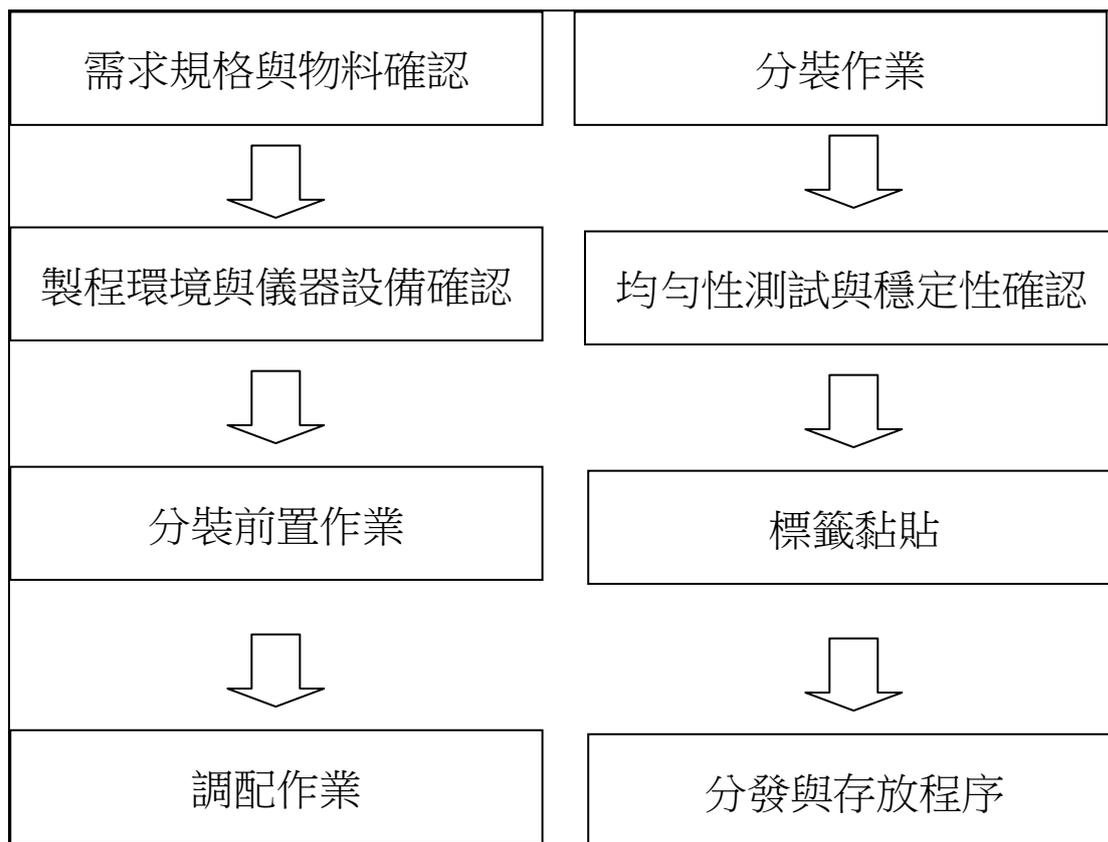


圖 1-1-6 參考物質生產流程

作為標準參考物質，均勻性是一個重要的指標之一。本計畫先將同一批製程所產生的樣品分裝成數小瓶，並從中隨機抽出 5 瓶進行測試。最後，每一瓶進行短期重複量測 5 次，共有 5 瓶之量測結果，如圖 1-1-7 所示，為樣本以 DMA 量測之數據與分析結果。為了分析樣品的均勻度，本計畫採用變異數分析法(Analysis of Variance, ANOVA) [1-1-2]，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 1-1-4。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。

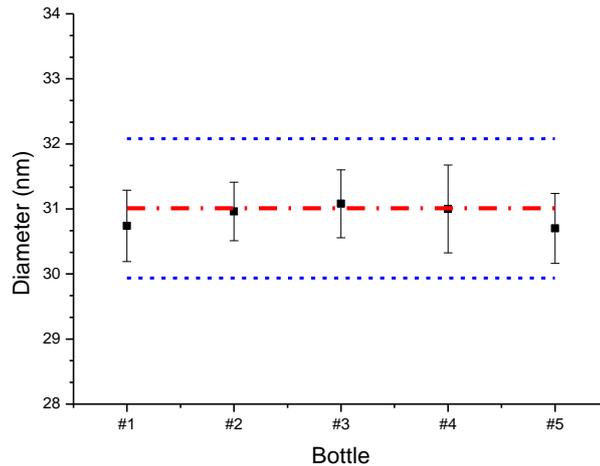


圖 1-1-7 均勻性評估數據與分佈

表 1-1-4 挑選五瓶進行 ANOVA 分析結果

TiO ₂ -TC-30	<i>DF</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P</i>
Model	4	0.5736	0.1434	0.50387	0.73333
Error	20	5.692	0.2846		
Total	24	6.2656			

(二) 奈米粒子比表面積量測技術：

近幾年來，各種奈米材料在全球的使用量與研究不斷增加，應用範圍也越來越廣。除了微觀材料形貌的觀測(如 SEM、TEM)，巨觀的量測系統(如 DLS、DMA)更是迫切應用在產業的生產和監控上。相對於產業業者的需求，科學家們也注意到了健康、安全與環境(EHS)的影響與相關問題，主要是有些粒子成分組成儘管相同，但在不同的型態下，出現不同的毒性。由物理-化學的觀點來看，奈米粒子的分析必須考慮除了尺寸之外的條件。例如在經濟合作發展組織(Organization for Economic Co-operation and Development, OECD)的指引手冊中所列舉的幾個物理-化學特徵：

1. 團聚狀況
2. 成分
3. 粒徑與分佈
4. 純度與不純度
5. 形貌
6. 溶解度與不溶解度

7. 穩定度
8. 表面積
9. 表面化性
10. 表面帶電度

除了尺寸以外，比表面積也是非常重要參數之一。比表面積分析測試方法有多種，其中氣體吸附法因其測試原理的科學性，測試過程的可靠性，測試結果的一致性，在國內外各行各業中被廣泛使用，並逐漸取代了其它比表面積測試方法，成為公認的最權威測試方法。許多國際標準組織都已將氣體吸附法列為比表面積測試標準，如美國 ASTM 的 D3037，國際 ISO 標準組織的 ISO-9277。氣體吸附法測定比表面積原理，是依據氣體在固體表面的吸附特性，在一定的壓力下，被測樣品顆粒（吸附劑）表面在超低溫下對氣體分子（吸附質）具有可逆物理吸附作用，對應一定壓力存在確定的平衡吸附量。通過測定出該平衡吸附量，利用理論模型來等效求出被測樣品的比表面積，常見量測方法如圖 1-2-1。在比表面積研究和相關的比對資料報告中，由吸附量來計算比表面的理論很多，如朗格繆爾吸附理論、BET 吸附理論、統計吸附層厚度法吸附理論等。其中 BET 理論在比表面計算方面在大多數情況下與實際值吻合較好，廣泛的應用於比表面測試 [1-2-1]。通過 BET 理論計算得到的比表面又叫 BET 比表面。採用 BET 方法檢測出來的結果目前被公認是最為真實可靠的。另外分析程序上，早期有很多儀器只能做直接對比法的檢測，現在也被淘汰。目前國際上比表面積測普遍採用多點 BET 法，國際上目前所制定出來的比表面積測定標準都是以 BET 測試方法為基礎，例如 ISO 9277:1995[1-2-2] 以及 ASTM C1274-00(2006)等。

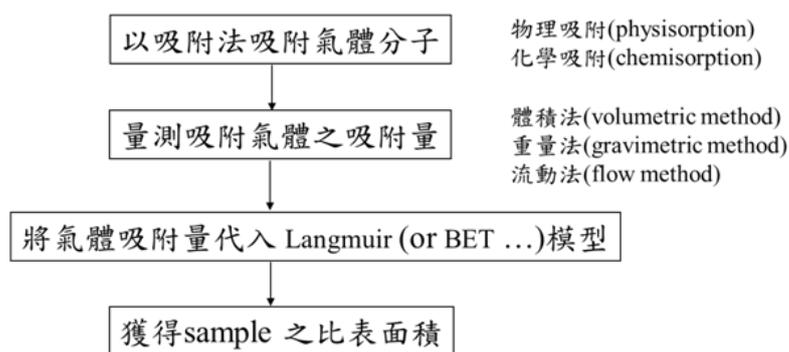


圖 1-2-1 常見樣品比表面積量測技術之說明

由於實際顆粒外表面的不規則性，嚴格來講，該方法測定的是吸附質分子所能到達的顆粒外表面和內部通孔總表面積之和。氮氣因其易獲得性和良好的可逆吸附特性，成為最常用的吸附質。通過這種方法測定的比表面積我們稱之為“等效”比表面積，所謂“等效”的概念是指：樣品的比表面積是通過其表面密排包覆（吸附）的氮氣分子數量和分子最大橫截面積來表徵。實際測定出氮氣分子在樣品表面平衡飽和吸附量，通過不同理論模型計算出單層飽和吸附量，進而得出分子個數，採用表面密排六方模型計算出

氮氣分子等效最大橫截面積(A_m)，即可求出被測樣品的比表面積。吸附材料與氣體吸附過程與示意如圖 1-2-2。

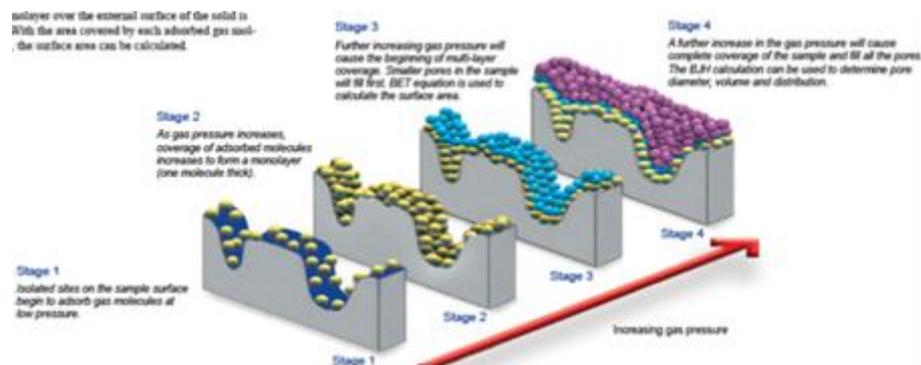


圖 1-2-2 吸附材料與氣體吸附過程與示意圖

奈米粒子比表面積量測技術架構，如圖 1-2-3，包括樣品槽，真空系統、平衡管、管路、閥件與壓力計等組件，本計畫今年完成儀器的架設與組裝，並進行測試，圖 1-2-4。

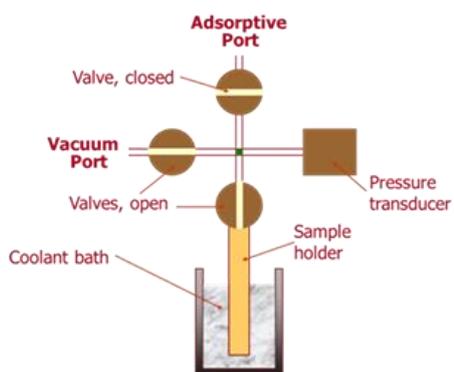


圖1-2-3比表面積量測系統架構圖，包括樣品管、抽真空系統以及相關閥件與氣體管路



圖 1-2-4 BET量測系統架設與組裝

BET 理論計算是建立在 Brunauer、Emmett 和 Teller 三人從經典統計理論推導出的多分子層吸附公式基礎上，即著名的 BET 方程[1-2-3]:

$$\frac{P_e}{n_{ads}(P_0 - P_e)} = \frac{1}{n_m C} + \frac{C-1}{n_m C} \frac{P_e}{P_0} \quad (1-2-1)$$

由上式可以看出，由上式可以看出，BET 方程建立了單層氣體吸附量 n_m 與多層吸附量 n_{ads} 之間的關係， C 為特定溫度下氣體吸附常數， P_e 為平衡時的壓力， P_0 為飽和蒸汽壓。BET 方程是建立在多層吸附的理論基礎之上，與許多物質的實際吸附過程更接近，因此量測結果可靠性更高。實際測試過程中，通常實測 3 至 5 組被測樣品在不同氣體分壓下多層吸附量，以 P/P_0 為 X 軸， $P/V(P_0-P)$ 為 Y 軸，由 BET 方程做圖進行線性擬合，得到直線的斜率和截距，從而求得單層氣體吸附量 n_m 計算出被測樣品比表面積。實際測試時，當

P/P_0 取點在 0.05-0.3 範圍內時，BET 方程與實際吸附過程相吻合，圖形線性也很好，因此實際測試過程中選取此範圍內數據。由於選取了 3 至 5 組 P/P_0 進行測定，通常我們稱之為多點 BET。當被測樣品的吸附能力很強，直線的截距接近於零，可近似認為直線通過原點，此時可只測定一組 P/P_0 數據與原點相連求出比表面積，我們稱之為單點 BET。與多點 BET 相比，單點 BET 結果誤差會大一些。由標準氮氣吸/脫附等溫曲線，可獲得吸附材基本結構資訊。由於測量技術需具備能精確調節氣體分壓 P/P_0 的裝置，以實現不同 P/P_0 下吸附量測定。對於每一點 P/P_0 下 BET 吸脫附過程與直接對比法相近似，不同的是 BET 法需標定樣品實際吸附氣體量的體積大小，而直接對比法則不需要。此分析方法通常有容量法與重量法，容量法為測定已知量的氣體在吸附前後的差異，換算出氣體吸附量。因此，儀器的量測不確定度，主要有硬體的規格之外，溫度、氣體純度、容積與壓力的精確度以及樣本的形貌與缺陷等，都是重要的決定因素。

圖 1-2-6 為各吸附材料對氮氣之吸/脫附等溫曲線之比較圖。舉例來說，圖形顯示材料在溫度 77 下之氮氣吸/脫附曲線均呈現 S 型，屬於單層吸附飽和後在接續多層吸附行為，為典型吸附曲線分類中之第 II 型曲線。此型曲線之特徵在於吸附劑之孔隙大多分佈於中孔隙範圍，或比表面積為中、微孔隙之整體貢獻。其吸附行為在相對低壓 ($P/P_0 < 0.01$) 時於吸附劑表面先形成單層吸附層，因此吸附量較低，伴隨壓力漸升 ($0.1 < P/P_0 < 0.5$) 吸附質與吸附質間作用力之牽引將導致更多吸附層之堆疊，形成多層吸附並將較小孔洞逐漸填滿，當 $P/P_0 > 0.5 \sim 0.8$ 時於大孔洞內出現毛細冷凝作用，使吸附量急遽驟增。藉由氮氣吸附曲線之形式可有效推論吸附劑可能之孔洞形式與吸/脫附作用位址與阻力，如圖 1-2-5。觀察各吸附劑之氮氣吸/脫附等溫曲線後發現，沸石與矽膠之吸附與脫附曲線間幾乎重合，顯示樣品間沒有因大板塊連接所形成之狹窄孔隙，或顆粒狀結晶所形成內部扭曲、孔口小但內部寬廣之孔洞。因此氮氣分子在孔洞內部吸附，尤其脫附時之行走路徑較為通暢，沒有受到孔洞形狀與結構阻力而使吸/脫附曲線呈現重合狀態。氧化鋁之氮氣吸脫附曲線則於 $P/P_0 > 0.5$ 時出現顯之遲滯迴圈，為 IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) 遲滯曲線第四型。推測此吸附劑係由類似盤狀粒子結晶堆疊組成，形成粒子間錯綜連結之狹窄孔隙，因此當氮氣在吸附程序中，需要有較長之平衡時間及較大之平衡壓力才可進入錯綜複雜之孔洞中，即氮氣分子所遭受之吸附劑立體結構障礙會影響其吸/脫附程序之動力與平衡特徵。當氮氣分子於高相對壓力冷凝於孔洞時，立體結構障礙在脫附程序中會更明顯的顯現出來，雖外界吸附質壓力降低，但孔洞內氮氣之動力行為仍受到障礙，因此需要較低之壓力才能脫附出來，而呈現與其他吸附劑迥然不同之遲滯迴圈特徵。吸附劑比表面積及孔隙大小分佈為吸附劑吸附能力之重要指標，當吸附劑表面積越大能提供更多之吸附位址供吸附質吸附，因此決定吸附量之大小。吸附值的相關參數，單層、多層及微孔洞面積大小，依序為矽膠>氧化鋁>沸石，由於表面積大小相差懸殊，可視為多孔洞、中等及少孔洞吸附劑之個別代表。利用氮氣吸附所得之數據計算孔徑大小分佈情形可得各吸附劑孔徑分佈。沸石與氧化鋁兩者之 $S_{\text{micro}}/S_{\text{BET}}$ 比例均較小，孔洞分佈大多介於 2~10 nm 間，沸石主要以較大之開放性孔洞為主，而氧化

鋁係因整體結構為粒狀結晶堆疊組成，因此缺少微孔洞結構，而其具有部分 10 ~ 100 nm 孔洞並與大量 2 ~ 10 nm 孔洞連結，明顯符合前述其孔隙為孔口小但內部寬廣之推測，亦解釋了氧化鋁遲滯迴圈的形成原因。矽膠則具有多量中、微孔結構及 10 ~ 100 nm 之開放型孔洞，其氮氣吸脫附曲線沒有出現遲滯迴圈，主要係因微孔結構在單層吸附階段便被佔滿，隨後才以多層吸附逐漸堆疊填滿開放型孔洞部分，相較於氧化鋁需脫附小孔口內部廣大空間中冷凝之氮氣分子，矽膠在脫附時所受之阻力較小，因此並無出現遲滯現象。

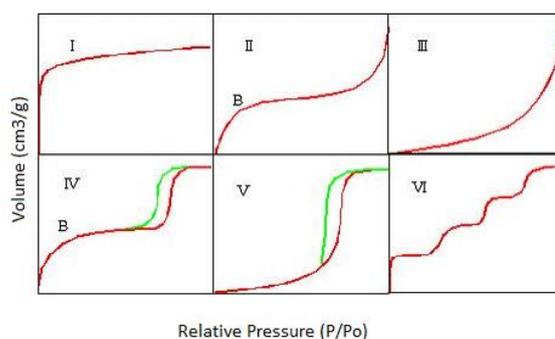
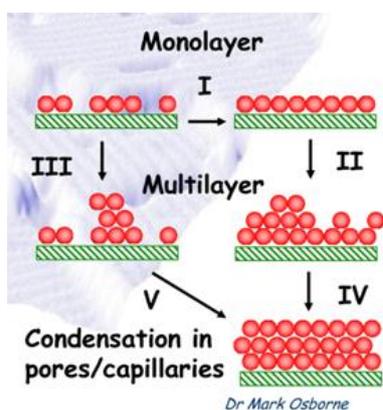


圖 1-2-5 吸附材與吸附氣體表面吸附行為

圖 1-2-6 比表面積等溫吸附與脫附曲線

圖 1-2-7 為標準品氧化鋁以本系統進行實驗之等溫吸附曲線，其樣品為條柱塊材，見圖 1-2-8。最後分析原始數據與分壓數值與量測數值如圖 1-2-9，BET 比表面積數值結果為 215.08 m²/g。

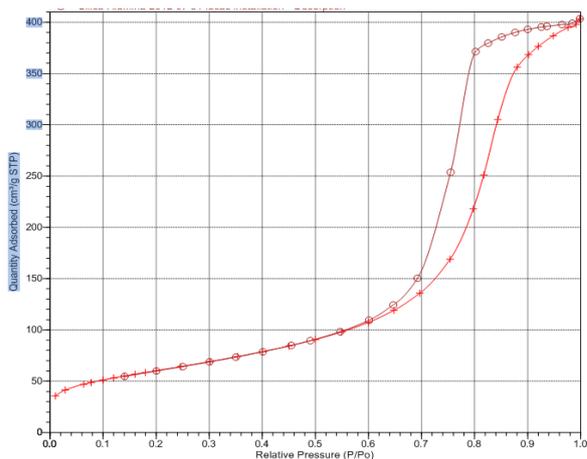


圖 1-2-7 氧化鋁樣本等溫吸附與脫附曲線

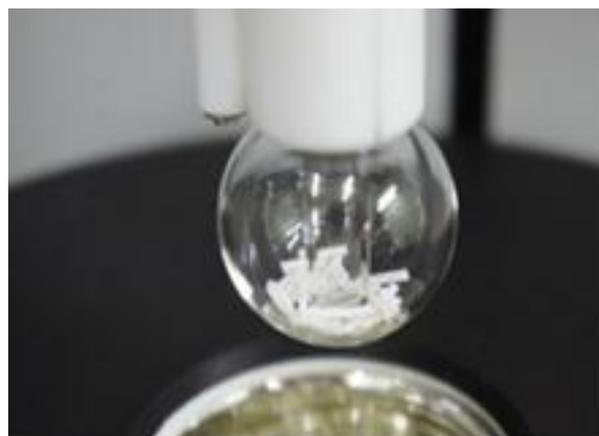


圖 1-2-8 以氧化鋁樣本進行實驗

Isotherm Tabular Report				
Relative Pressure (P/Po)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	Elapsed Time (h:min)	Saturation Pressure (mmHg)
			01:10	736.39111
0.010090782	7.428719	35.6729	01:41	
0.028603044	21.055738	41.4231	01:49	
0.063540474	46.771957	47.0512	01:55	
0.077544559	57.078297	48.7477	01:59	
0.099990549	73.596870	51.1609	02:04	
0.119985860	88.310265	53.1152	02:09	
0.140049799	103.072861	54.9813	02:14	
0.160094764	117.821228	56.7751	02:18	
0.179870820	132.369476	58.4977	02:23	
0.200435315	147.497940	60.2685	02:27	
0.246244770	181.198914	64.2210	02:33	
0.302320291	222.450165	69.1904	02:39	
0.353616913	260.180847	74.0098	02:45	
0.400426332	294.603516	78.7517	02:52	
0.450267863	331.252563	84.3152	02:59	
0.500241919	367.991272	90.6400	03:07	
0.549858924	404.458527	98.0708	03:16	
			03:17	735.56127
0.599713048	441.128754	107.2653	03:27	
0.647987339	476.641663	119.0088	03:39	
0.696754522	512.518433	135.8229	03:53	
0.753728838	554.438721	168.9668	04:22	
0.797624108	586.742065	218.0686	04:57	
0.817254537	601.194946	251.1570	05:27	
			05:28	735.62805
0.843529361	620.420715	305.1177	06:00	
0.880189551	647.270142	356.2486	06:34	
0.901684369	663.014893	368.3544	06:52	
0.919982038	676.434143	376.4087	07:02	
0.948173039	697.122253	386.8447	07:13	
0.976145341	717.650940	394.8801	07:23	
0.990979990	728.534485	397.8693	07:29	
			07:30	735.16186
0.998129210	733.786194	403.3823	07:41	
0.984253445	723.585205	399.0297	07:43	
0.964618551	709.150269	397.8113	07:47	
0.936215693	688.269470	396.0472	07:51	
0.925501299	680.392578	395.2412	07:54	
0.900167735	661.768188	393.0054	07:59	
0.876318314	644.234863	390.0971	08:05	
0.851236644	625.795593	385.6778	08:13	
0.825379723	606.786377	379.5619	08:22	
0.802038529	589.626587	371.4304	08:33	

BET Surface Area Report		
BET Surface Area: 215.0580 ± 0.8900 m ² /g		
Slope: 0.020088 ± 0.000083 g/cm ³ STP		
Y-Intercept: 0.000154 ± 0.000014 g/cm ³ STP		
C: 131.306254		
Qm: 49.4023 cm ³ /g STP		
Correlation Coefficient: 0.9999325		
Molecular Cross-Sectional Area: 0.1620 nm ²		
Relative Pressure (P/Po)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	1/[Q(Po/P - 1)]
0.063540474	47.0512	0.001442
0.077544559	48.7477	0.001724
0.099990549	51.1609	0.002172
0.119985860	53.1152	0.002567
0.140049799	54.9813	0.002962
0.160094764	56.7751	0.003357
0.179870820	58.4977	0.003749
0.200435315	60.2685	0.004159
0.246244770	64.2210	0.005087
0.302320291	69.1904	0.006263

圖 1-2-9 氧化鋁樣品測試數據，包含氣體分壓、飽和蒸汽壓數值、比表面積結果等

系統的評估結果說明如下。比表面積的定義，為指多孔固體物質單位質量所具有的表面積。因此，量測方程式為：

$$A_{BET} = \frac{n_m \times N_A \times A_m}{W} \quad (1-2-2)$$

實際測定出氮氣分子在樣品表面平衡吸附量，通過 BET 理論模型計算出單層氣體吸附量，也就是分子個數(n_m)；乘上利用表面密排六方模型計算出氮氣分子等效最大橫截面積(A_m)以及亞佛加厥常數 N_A ，即可得到樣品總表面積。最後除上樣品重量 W ，即可求出被測樣品單位重量的表面積，即比表面積 A_{BET} 。本系統計算單層氣體吸附量(n_m)的方法詳見上述。因此，本系統主要影響量測結果的不確定度源包括分子個數(n_m)量測、重量量測(W)以及樣品重複量測(S)所產生的不確定度。相對組合標準不確定度 $u(A_{BET})/A_{BET}$ 可表示為：

$$\frac{u(A_{BET})}{A_{BET}} = \sqrt{\frac{u(n_m)}{n_m}^2 + \left(\frac{u(W)}{W}\right)^2 + \left(\frac{u(S)}{S}\right)^2} \quad (1-2-3)$$

由 BET 方程式(1-2-1)，單層氣體吸附量 n_m 的不確定度來源有(a)氣體吸附量 n_{ads} ；(b)氣體吸附常數 C ；(c)飽和蒸汽壓 P_0 ；(d)平衡時壓力 P_e 等。

理想氣體方程式，可將氣體吸附量 n_{ads} 表示為：

$$n_{ads} = \frac{P_m V_m}{RT_m} - \left(\frac{P_e V_m}{RT_m} + \frac{P_e V_{tube}^{cold}}{RT_{cold}} + \frac{P_e V_{tube}^{warm}}{RT_{abm}} \right) \quad (1-2-4)$$

氣體吸附量 n_{ads} 不確定度來源包括 Manifold 體積 V_m 、管路中壓力 P_m 、管路中溫度 T_m 、平衡後壓力 P_e 、樣品管中液態氮液面下的體積 V_{tube}^{cold} 、液態氮液面上的體積 V_{tube}^{warm} 、液態氮溫度 T_{cold} ，以及環境溫度 T_{abm} ， R 為理想氣體常數，其值為 $0.082 \text{ atm}\cdot\text{L}/\text{mol}\cdot\text{K}$ ，將壓力單位換算為 kPa ， R 為 $8.31 \text{ kPa}\cdot\text{L}/\text{mol}\cdot\text{K}$ 。計算結果整理於表 1-2-1。

表 1-2-1 氣體吸附量 (n_{ads}) 不確定度計算結果

不確定度源 x_i	估計值 x_i	機率分布	標準不確定度 $u(x_i)$	靈敏係數 $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$	不確定度分量 $ c_i \cdot u(x_i)$ (mol)	自由度 $\nu(x_i)$
V_m	6.00×10^{-2} L	矩形	2.89×10^{-6} L	2.92×10^{-2} $\text{L}^{-1}\cdot\text{mol}$	8.42×10^{-8}	∞
P_m	101.3 kPa	常態	3.04×10^{-3} kPa	2.46×10^{-5} $\text{kPa}^{-1}\cdot\text{mol}$	7.49×10^{-8}	159
T_m	2.93×10^2 K	常態	4.05×10^{-2} K	-5.97×10^{-6} $\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}$	2.42×10^{-7}	121
P_e	30.12 kPa	常態	3.04×10^{-3} kPa	1.02×10^{-4} $\text{kPa}^{-1}\cdot\text{mol}$	3.12×10^{-7}	159
V_{tube}^{cold}	4.58×10^{-2} L	矩形	2.89×10^{-6} L	4.71×10^{-2} $\text{L}^{-1}\cdot\text{mol}$	1.36×10^{-7}	∞
V_{tube}^{warm}	1.54×10^{-2} L	矩形	2.89×10^{-6} L	1.24×10^{-2} $\text{L}^{-1}\cdot\text{mol}$	3.57×10^{-8}	∞
T_{cold}	7.70×10^1 K	矩形	2.89×10^{-3} K	2.81×10^{-5} $\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}$	8.09×10^{-8}	∞
T_{abm}	2.93×10^2 K	常態	4.05×10^{-2} K	6.53×10^{-7} $\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}$	2.65×10^{-8}	121
標準不確定度 $u(n_{ads}) = 4.42 \times 10^{-7} \text{ mol}$						
自由度 $\nu_{\text{eff}} = 435$						

計算包括 $u(n_{ads})$ 、 $u(C)$ 、 $u(P_0)$ 及 $u(P_e)$ 單層氣體吸附量 n_m 不確定度結果摘要如下表：

表 1-2-2 單層氣體吸附量(n_m)不確定度計算結果

不確定度源 x_i	估計值 x_i	機率分布	標準不確定度 $u(x_i)$	靈敏係數 $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$	不確定度分量 $ c_i \cdot u(x_i)$ (mol)	自由度 $\nu(x_i)$
n_{ads}	5.99×10^{-4} mol	常態	4.42×10^{-7} mol	1.41	6.23×10^{-7}	435
C	1.84×10^2	常態	3.14	5.76×10^{-8} mol	1.81×10^{-7}	16
P_0	100.4 kPa	常態	3.04×10^{-3} kPa	2.03×10^{-5} $\text{kPa}^{-1} \cdot \text{mol}$	6.17×10^{-8}	157
P_e	30.12 kPa	常態	3.04×10^{-3} kPa	1.25×10^{-5} $\text{kPa}^{-1} \cdot \text{mol}$	3.81×10^{-8}	157
標準不確定度 $u(n_m) = 6.535 \times 10^{-7}$ mol 自由度 $\nu_{\text{eff}} = 440$						

最後，計算 n_m 、樣品重量 W 與以樣品標稱值 $550 \text{ m}^2/\text{g}$ (BAM108) 重複量測等之不確定度結果摘要於下表：

表 1-2-3 標稱值 $550 \text{ m}^2/\text{g}$ (BAM108) 之不確定度分析表

不確定度 x_i	估計值 x_i	機率分布	相對標準不確定度 $u(x_i)/x_i$	靈敏係數 c_i	不確定度分量 $ c_i \cdot (u(x_i)/x_i)$	自由度 $\nu(x_i)$
n_m	5.5521 mmol	常態	0.018 %	1	0.018 %	385
W	0.2179 g	常態	0.43 %	1	0.43 %	2
S	544 m^2/g	常態	0.85 %	1	0.85 %	14
相對組合標準不確定度 = 0.95 % 有效自由度 = 15 涵蓋因子 = 2.13 相對擴充不確定度 = 2.1 % 比表面積量測值 = $544 \text{ m}^2/\text{g}$						

量測不確定度係以相對擴充不確定度 (Relative Expanded uncertainty) $U(y)/|y|$ 方式表示，其定義如下所示：

$$\frac{U(y)}{|y|} = k \times \frac{u_c(y)}{|y|} \quad (1-2-5)$$

其中 $\frac{u_c(y)}{|y|}$ 為相對組合標準不確定度， k 為涵蓋因子(coverage factor)，涵蓋因子由信

賴水準及相對組合標準不確定度之有效自由度 ν_{eff} 決定，可由 t 分配表查得。依國際間慣用法選取 95 % 之信賴水準，利用 Excel 函數計算涵蓋因子，即 $k = \text{TINV}(0.05, \nu_{\text{eff}})$ 。

依據表 10，當信賴水準為 95 %，有效自由度為 171 時，經查 t 分配表查得涵蓋因子 k 值為 1.97。因此，BAM 102 (標稱值 $5 \text{ m}^2/\text{g}$) 樣品比表面積的相對擴充不確定度為

$$\frac{U(y)}{|y|} = 1.97 \times 1.4 \% = 2.8 \% \quad (1-2-6)$$

依據表 11，當信賴水準為 95 %，有效自由度為 15 時，經查 t 分配表查得涵蓋因子 k 值為 2.13。因此，BAM 108 (標稱值 $550 \text{ m}^2/\text{g}$) 樣品比表面積的相對擴充不確定度為

$$\frac{U(y)}{|y|} = 2.13 \times 0.95 \% = 2.1 \% \quad (1-2-7)$$

依據上述評估結果，可估算得出本量測系統之校正與量測能力，以氣體吸附 BET 法對標準粒子進行比表面積校正，量測範圍為 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $550 \text{ m}^2/\text{g}$ 時，相對擴充不確定度為 2.1 %，涵蓋因子 $k = 2.13$ ，相對應約 95 % 的信賴水準。

(三) 奈米粒子表面電性量測技術

本年度奈米粒子表面電性量測系統經評估，其量測範圍從 -75 mV 到 75 mV ，擴充不確定度為 2.7 mV 。計畫依序完成 1. 查核樣品製備及保存條件、2. Zeta 電位校正程序、3. 量測系統不確定度評估、以及 4. 系統查驗。分述如下：

1. 查核樣品製備及保存條件

因目前國際間無公認之 Zeta 電位標準品，以五種聚苯乙烯標準粒子作為查核樣品，進行量測系統評估，樣品規格如表 1-3-1：

表 1-3-1：聚苯乙烯標準粒子

名稱	廠牌	型號	序號
標準粒子	CMS	CMS-100	-
標準粒子	CMS	CMS-200	-
標準粒子	Thermo	Nanosphere	3100A
標準粒子	Thermo	Nanosphere	3050A
標準粒子	Thermo	Nanosphere	3020A

聚苯乙烯標準粒子 CMS-100 及 CMS-200 之母液濃度為 10 %，而 Thermo 標準粒子樣品濃度為 1 %，在此高濃度條件下光的穿透性非常低，導致偵測器收集到的光訊號強

度太弱，無法針對訊號進行數據解析，因此量測前須將樣品稀釋至 0.002 % 或相等數量級之濃度。稀釋過程使用的溶劑為 2 mmol/L NaCl 溶液，配製方法範例為，使用秤量紙量取 0.0117 g NaCl 固體粉末，倒入 100 mL 定量瓶，再緩慢加入去離子水(resistivity > 18 MΩ)至刻線，蓋緊上蓋後正反來回搖晃數次以使固體溶解。標準粒子之稀釋範例為，先將 CMS-100 及 CMS-200 以 1 : 10 比例稀釋至 1 %，再吸取 1.6 μL 之 1 % 母液加入 800 μL 之 2 mmol/L NaCl 溶液中，最後利用 Vortex Mixer (Vortex-Genie 2, Scientific Industries, Inc.)使溶液混合均勻。

查核件之樣品母液平時盛裝於褐色樣品瓶中，可避免因照光而造成樣品變質。每次使用完畢後，須蓋緊瓶蓋，以 Parafilm 將瓶口纏緊後保存於真空乾燥皿中(圖 1-3-1)，以避免與空氣中水氣及氧氣接觸。在真空乾燥皿上蓋與底部接合處均勻塗上真空膠(high vacuum grease, Dow Corning)薄層，蓋上蓋子後於頂部軟管處抽氣約 5 分鐘，使乾燥皿內處於負壓狀態。抽氣完畢後關閉蓋頂三向閥，使內外保持隔絕。真空乾燥皿存放於一般實驗室環境即可，不需要置於冰箱或其他有特定溫度設定之空間。



圖 1-3-1：校正樣品保存於真空乾燥皿

2. Zeta 電位校正程序

2.1 校正儀具需求

2.1.1 校正系統設備一覽表

因應 Zeta 電位各項量測參數之校正需求，除了主要量測系統外，本系統並購置相關量測儀器，以滿足校正程序之需求。本系統所使用之主要校正儀器及其規格等相關資料詳列於表 1-3-2。

表 1-3-2：校正系統設備一覽表

設備(Equipment)					備註	
Generic name	MFR	Model		Quantity	Specification	(Remark)
名稱	廠牌	型號	序號	數量	規格	用途
Zeta 電位 分析儀	Malvern Instruments	Zetasizer Nano ZS	MAL 1085345	1	5 nm ~ 10 μm	量測系統
電腦	-	-	-	1	i5-3337U 以上	系統控制
數位電表	Agilent	34410A	MY4702 3474	1	0.1 V ~ 1000 V 3 Hz ~ 300 kHz	電壓及頻 率量測
數位天平	Precisa	XS225A	-	1	0.1 mg ~ 225 g	質量量測
Micropipette	Eppendorf	Research® plus 100-1000 μL	P21043B	1	100 μL ~ 1000 μL	液體取樣
Micropipette	Eppendorf	Research® plus 10-100 μL	P32389B	1	10 μL ~ 100 μL	液體取樣
Micropipette	Eppendorf	Research® plus 1-10 μL	P28682B	1	1 μL ~ 10 μL	液體取樣
溫度計	Fluke	1524	2134020	1	-200 °C ~ 160 °C	溫度量測
PRT 探針	Fluke	5606	60967		-200 °C ~ 160 °C	溫度量測

2.1.2 樣品槽規格

本量測儀器所選用之量測樣品槽，係使用平行電極板作為工作電極之 Universal dip cell，為 Malvern Instruments 所生產。而盛裝液體的樣品槽則可為四面透光之塑膠 cuvette 或石英 cuvette。規格詳述如下表：

表 1-3-3：樣品槽規格表

Universal dip cell		
	適用樣品	水溶液及有機相溶液樣品
	樣品槽容量	0.75 mL
	電極電壓(建議值)	+/- 50 V
	操作溫度範圍	0 °C ~ 70 °C
	樣品槽材質	Electrode: PEEK, Palladium Cuvette: polystyrene, glass or quartz.
	附件	玻璃樣品槽、清洗用毛刷

2.2 準備事項

校正人員於實施量測前，必須完整閱讀本文件、熟悉所有校正步驟，同時，對 Zeta 電位分析儀之基本量測原理也有所瞭解，以利校正工作之進行。

2.2.1 樣品準備與檢查

溶液樣品測試前需先靜置於室溫環境至少 24 小時，使其與實驗室環境溫度達穩定平衡。另外，溶液粒子樣品需為穩定懸浮液，可將樣品靜置 3 至 5 分鐘，再以肉眼觀察是否有粒子沉澱的情形，溶液樣品濃度須小於 0.4 mg/mL，若樣品濃度過高，可稀釋至適當濃度後再進行測量。

2.2.2 校正前暖機動作

儀器主電源開啟後，雷射光源即被開啟。為使雷射光源強度達穩定，至少需暖機 2 小時，方能進行校正樣品量測。

2.2.3 樣品槽清洗

為確保量測準確性，量測前須將所使用的電極及樣品槽徹底清洗乾淨並待其乾燥後方能使用。Universal dip cell 使用 1 cm x 1 cm 拋棄式四面拋光塑膠 cuvette 盛裝樣品溶液(圖 1-3-2)，每次量測可直接取用新的 cuvette，不需任何清洗步驟。電極的部分因需要重複使用，每次量測前須先將電極清洗乾淨始能進行量測。清洗時先以裝有去離子水之沖洗瓶將所有浸泡於樣品溶液的部分沖洗乾淨，置入 0.1 %之 AQUET 溶液後(如圖 1-3-3)以超音波震盪器震盪 1 至 2 分鐘，取出電極後再以去離子水將浸泡到的部分沖洗乾淨。若電極表面有明顯髒汙，也可用原廠附的清洗毛刷輕輕刷洗電極表面，再用去離子水沖洗乾淨。清洗完畢後以空氣槍將電極及樣品槽表面吹乾，再靜置於室溫約 1 至 2 分鐘使其乾燥。



圖 1-3-2：dip cell



圖 1-3-3：使用超音波震盪清潔電極之架設

2.3 校正步驟

2.3.1 開機步驟

開啟溫度保護裝置之開關，按下紅色"reset"鍵，再開啟儀器主電源。若此時白色指示燈亮起使主電源無法開啟，可再次按下紅色"reset"鍵(圖 1-3-4)後再重新啟動儀器主電源。此溫度保護裝置主要功能為，當儀器溫度高於設定溫度(100 °C)以上時，即自動切斷儀器主電源，防止儀器控制軟體失效時，儀器持續加溫造成的危險。開啟 Zeta 電位分析儀後方之電源開關後，會聽到"嗶"一聲，接著儀器會自動啟始初始化程序，樣品室上方蓋之指示燈會呈現紅色閃爍狀態，待初始程序完成後，又會聽到"嗶嗶"兩聲，代表儀器已完成初始化動作，此時樣品室上方蓋之指示燈會呈紅色固定燈號。檢查 Zeta 電位分析儀與電腦間的 USB 連線，確認接線已完成即可開啟電腦，完成開機動作後開啟桌面上之"Zetasizer Software"，使電腦連線到硬體，此時樣品室上方蓋之指示燈會變為黃綠色固定燈號(圖 1-3-5)，代表儀器處在 ready 狀態。將儀器靜置至少 2 小時，待雷射光源強度達到穩定後始可進行後續量測動作。



圖 1-3-4：溫度保護裝置白燈亮起，需 reset



圖 1-3-5：儀器完成與電腦間連線

2.3.2 樣品充填及置入樣品槽步驟

使用全新拋棄式四面拋光塑膠 cuvette 盛裝溶液樣品，將溶液樣品注入時須調整液面高度至 7 mm ~ 10 mm 間，過高或過低都會影響量測結果。以 45 度角小心將電極插入溶液中，注意是否有氣泡出現在電極周圍，若有氣泡出現則必須將電極取出再重新插入，直到完全沒有氣泡為止。將 dip cell 插入樣品量測室時除了須確保電極間的良好接觸外，也須注意 cuvette 上的倒三角型標記須面向入射光源擺放，而 dip cell 電極頭上之 "M" 字標記尖端則朝向偵測器方向(從正面看為正的 M 字)。詳細流程如圖 1-3-6 所示。按下綠色燈號中間部分按鈕以開啟樣品量測室，將填充完樣品的樣品槽置入樣品量測室內，注意樣品槽兩端的電極須與樣品量測室內兩電極接觸點(圖 1-3-7)有穩固且良好的接

觸，以確保電場強度之正確性。插入樣品槽後，蓋上樣品室上蓋至聽到"喀拉"聲響，代表上蓋已扣上。

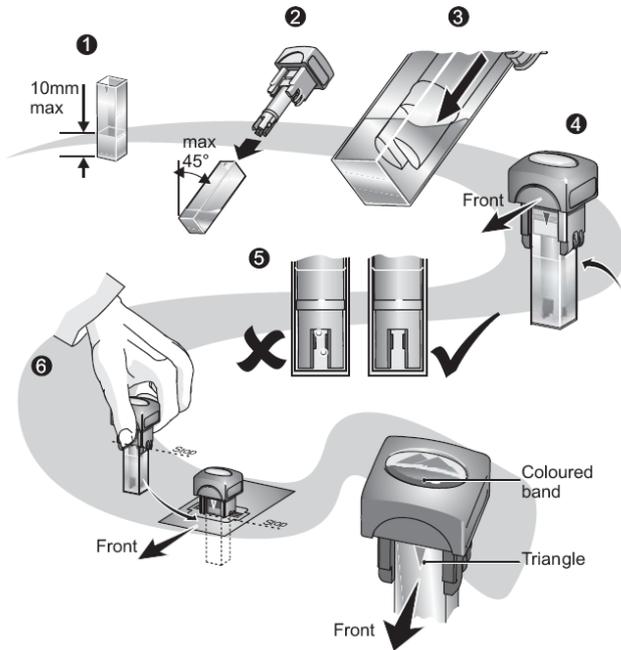


圖 1-3-6：dip cell 操作示意圖



圖 1-3-7：樣品量測室之電極接觸點

2.3.3 量測軟體設定

完成樣品準備後即可開始設定量測參數。量測前須先設定檔案儲存路徑及檔名以儲存量測數據。選取"File" -> "New" -> "Measurement file"，選擇欲儲存的路徑並輸入檔名，完成後軟體會自動跳出空白頁面，副檔名為.dts。利用 Zetasizer 軟體進行量測時，可選擇 Manual 量測，或是將量測參數儲存成 SOP 檔，再執行 SOP 以進行量測。建立 SOP 檔案時，選取"File" -> "New" -> "SOP"，會跳出如圖 1-3-8 之設定頁面。在"Measurement type"欄位選取"Zeta potential"，接著輸入各項量測參數，相關參數設定整理如表 1-3-4:

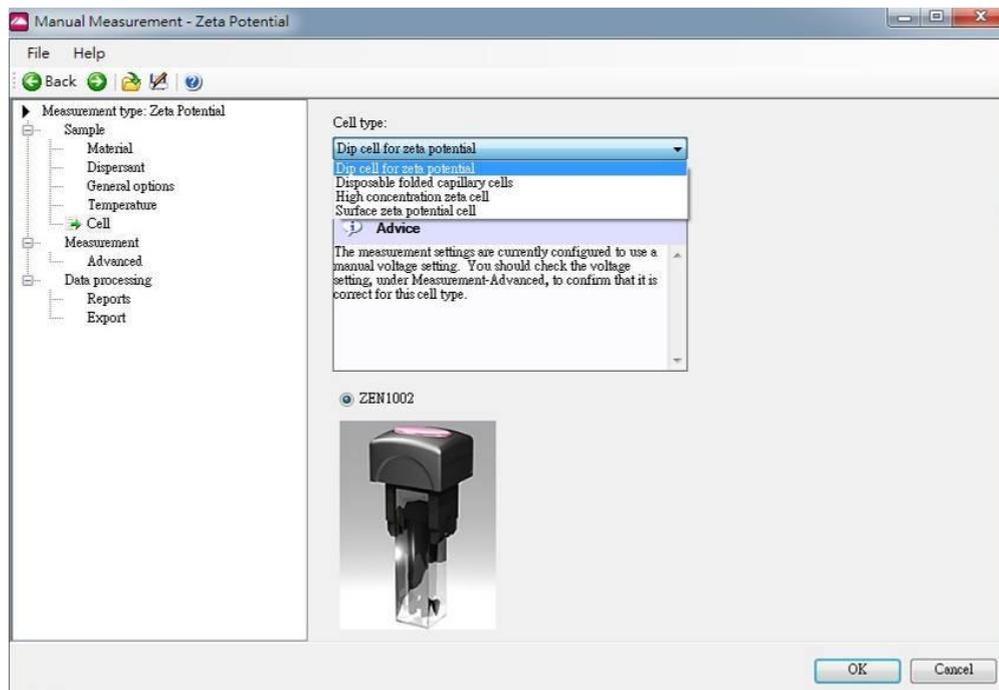


圖 1-3-8：SOP 設定頁面

表 1-3-4：量測參數設定對照表

項 目		項 目	
Measurement type	Zeta potential	Cell	Dip cell
Sample	輸入樣品名稱	Measurement Duration	Automatic
Material	polystyrene	Number of measurements	6 ~ 10
Dispersant	water	Delay between measurements	30 sec
General Options	Smoluchowski	Auto Attenuation	Yes
Temperature	20 °C	Auto voltage	Yes
Equilibration time	300 sec	Data processing	Auto mode

第一次設定完所有參數後可將 SOP 存檔，副檔名為.sop，將來若使用相同量測參數時就可直接開啟以執行量測。

2.3.4 量測執行步驟

SOP 設定完成後選擇"Measure" -> "Start SOP"，視窗上會出現量測頁面，下方狀態列會顯示儀器目前狀態，量測時只要依照軟體指示動作即可。首先儀器會調整樣品量測室溫度至設定溫度，待溫度穩定在設定溫度 ± 0.1 °C 範圍內後，狀態列會顯示"Insert the cell"，開啟樣品槽室上蓋確認樣品槽已插入至正確位置後按下"Start"，即可開始進行量測。量測過程中樣品室上蓋指示綠燈會呈現閃爍狀態，代表此時不可開啟上蓋，量測結束後會聽到"嗶嗶嗶"提醒聲，同時指示燈號也會恢復成固定綠燈，代表儀器處在"ready"狀態，可進行下一次量測。

2.4 完成校正後應有步驟

量測結束後應依照適當程序關閉儀器及清潔樣品槽，使量測系統保持在良好而穩定的狀態，以確保未來量測結果之準確性。實驗室廢棄物也要按照規定的流程處理，不可隨意丟棄。

2.4.1 關機步驟

由於量測軟體與數據分析軟體同為"Zetasizer Software"，量測結束後可先不關閉軟體，直接將 Zeta 電位分析儀主電源關閉，再關閉溫度保護裝置之電源即完成關機程序。本量測系統配有不斷電系統(uninterruptible power supply, UPS)，負責供給 Zeta 電位分析儀及溫度保護裝置之電源，保留 USP 之電源，不需關閉。確認樣品室內之樣品槽已取出並洗淨收藏於固定位置，待數據分析完成後，即可關閉軟體及電腦。

2.4.2 樣品槽清洗及廢棄物處理

每次實驗完畢應立即將樣品槽中之溶液樣品倒出，並將樣品槽清洗乾淨以避免殘留，尤其需要注意電極表面是否仍有殘留樣品。由於每次量測時會在電極上施加電壓，若電極表面有殘留物，施加電壓後可能會與電極表面起反應，產生不可逆之化學變化而損害電極。樣品槽之清洗方式與量測前清洗步驟相同，可參考前述步驟，針對不同樣品槽進行徹底清潔。

實驗室平時應設有多個廢液回收桶，將水溶液及有機廢棄物分開收集。由於含有奈米粒子之廢棄物對環境的影響尚屬未知，實驗室設有專門回收奈米粒子樣品之廢液桶，以供奈米粒子樣品回收，不可直接將廢棄樣品傾倒至實驗室水槽。

2.5 數據紀錄與計算

每次量測完樣品，量測數據會立即將數據新增至數據儲存檔案，在"View" -> "Workspace"下選取"Zeta"，即可直接在頁面上讀取 Zeta 電位值、遷移率、頻率偏移量等量測值(圖 1-3-9)，也可在不同報表頁面擷取相關圖表資訊如 Zeta 電位分佈圖、頻率偏移分佈圖、phase plot 等。一個樣品至少需重複量測 6 次，將 Zeta 電位量測值記錄於數據紀錄表中，並計算平均值及標準差，以 6 次量測平均值作為校正結果之 Zeta 電位量測值。校正結果之擴充不確定度(U)則依據量測系統評估報告[1-3-1]進行評估，以 $U = k \times uc$ 計算，其中 k 為涵蓋因子(coverage factor)， uc 為組合標準不確定度，相對應約 95 % 之信賴水準。

Record	Type	Sample Name	Measurement Date and Time	T °C	ZP mV	Mob µcm²/Vs	Cond mS/cm	Final Zeta Frequency Hz
10	Zeta	CMS-100_2e-3%1	2014年1月23日 上午 10:07:10	20.0	-50.6	-3.589	0.230	-33.6
11	Zeta	CMS-100_2e-3%2	2014年1月23日 上午 10:08:38	20.0	-50.7	-3.596	0.231	-33.9
12	Zeta	CMS-100_2e-3%3	2014年1月23日 上午 10:09:47	20.0	-51.1	-3.622	0.231	-34.7
13	Zeta	CMS-100_2e-3%4	2014年1月23日 上午 10:10:56	20.0	-50.5	-3.581	0.232	-34.8
14	Zeta	CMS-100_2e-3%5	2014年1月23日 上午 10:12:06	20.0	-50.2	-3.562	0.232	-34.9
15	Zeta	CMS-100_2e-3%6	2014年1月23日 上午 10:13:18	20.0	-49.7	-3.526	0.233	-34.9
16	Zeta	CMS-100_2e-3%7	2014年1月23日 上午 10:14:27	20.0	-50.4	-3.577	0.233	-35.4
17	Zeta	CMS-100_2e-3%8	2014年1月23日 上午 10:15:36	20.0	-49.6	-3.515	0.234	-34.9
18	Zeta	CMS-100_2e-3%9	2014年1月23日 上午 10:16:46	20.0	-49.9	-3.538	0.234	-35.1
19	Zeta	CMS-100_2e-3%10	2014年1月23日 上午 10:17:55	20.0	-50.7	-3.593	0.234	-35.7
23	Zeta	CMS-200_2e-3%1	2014年1月23日 上午 10:33:42	20.0	-58.3	-4.135	0.230	-39.4
24	Zeta	CMS-200_2e-3%2	2014年1月23日 上午 10:35:10	20.0	-58.8	-4.173	0.232	-39.5
25	Zeta	CMS-200_2e-3%3	2014年1月23日 上午 10:36:22	20.0	-57.5	-4.081	0.232	-39.4
26	Zeta	CMS-200_2e-3%4	2014年1月23日 上午 10:37:31	20.0	-56.5	-4.007	0.233	-39.6
27	Zeta	CMS-200_2e-3%5	2014年1月23日 上午 10:38:43	20.0	-58.2	-4.128	0.234	-41.3
28	Zeta	CMS-200_2e-3%6	2014年1月23日 上午 10:39:59	20.0	-56.5	-4.011	0.234	-40.4
29	Zeta	CMS-200_2e-3%7	2014年1月23日 上午 10:41:11	20.0	-57.3	-4.067	0.235	-41.0
30	Zeta	CMS-200_2e-3%8	2014年1月23日 上午 10:42:20	20.0	-58.0	-4.115	0.235	-41.6
31	Zeta	CMS-200_2e-3%9	2014年1月23日 上午 10:43:30	20.0	-58.4	-4.145	0.235	-41.9
32	Zeta	CMS-200_2e-3%10	2014年1月23日 上午 10:44:39	20.0	-54.7	-3.879	0.236	-39.2

圖 1-3-9：Zeta 電位量測數據資料

3. 量測系統不確定度評估

本校正系統的評估方法參考國際標準組織(ISO)發行的 ISO/IEC Guide 98-3:2008, Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)[1-3-2]分析各誤差源及標準不確定度，並計算擴充不確定度，細節分述於各段落。

3.1 量測程序

Zeta 電位量測系統之量測方程式可表示如式(1.3.1)。

$$\zeta = \frac{3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi\epsilon E \sin\theta(2)\sin\theta(2+\xi)f(\kappa a)} \quad (1.3.1)$$

在實際量測中，除了頻率位移 $\Delta\omega$ 外，其他參數皆為固定值，使用者須在量測前先輸入各項參數設定值。數據處理過程由儀器軟體自行完成，使用者可直接從軟體視窗讀取 Zeta 電位數值。考慮量測過程中因重複性誤差所造成的修正量，由於重複性誤差是隨機產生，之期望值為 0，故可假設為 0。但重複性誤差卻會導致量測結果的不確定度，為了合理估計此因素所造成之不確定度，將量測方程式 (1.3.1) 改寫成式 (1.3.2)，以適當表達影響不確定度之重要參數。

$$\zeta = \frac{3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi\epsilon E \sin\theta(2)\sin\theta(2+\xi)f(\kappa a)} + \Delta d_r \quad (1.3.2)$$

組合標準不確定度 u_c 可表示為：

$$u_c^2(\zeta) = \left(\frac{\partial\zeta}{\partial\eta}\right)^2 u^2(\eta) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial\Delta\omega}\right)^2 u^2(\Delta\omega) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial\lambda}\right)^2 u^2(\lambda) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial n}\right)^2 u^2(n) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial\epsilon}\right)^2 u^2(\epsilon) \\ + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial E}\right)^2 u^2(E) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial\theta}\right)^2 u^2(\theta) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial f(\kappa a)}\right)^2 u^2(f(\kappa a)) + \left(\frac{\partial\zeta}{\partial\Delta d_r}\right)^2 u^2(\Delta d_r)$$

其中，

ζ ：Zeta電位 (Zeta potential ; V)

η ：溶液黏度 (Viscosity ; Pa·s)

$\Delta\omega$ ：頻率位移 (Frequency shift ; rad·s⁻¹)

λ ：雷射光波長 (Wavelength of laser ; m)

n ：溶液折射係數 (Refractive index of dispersant)

ε ：溶液介電常數 (Dielectric constant of dispersant ; F·m⁻¹)

E ：電場強度 (Electric field strength ; V·m⁻¹)

θ ：散射角度 (Scattering angle ; rad)

$f(\kappa a)$ ：亨利公式 (Henry's function)

Δd_r ：重複性量測之誤差修正量 (Deviation from repeated measurements ; V)

各項靈敏係數計算方式則列於式(3.1.4):

$$\begin{aligned} \left(\frac{\partial \zeta}{\partial \eta}\right) &= \frac{3\Delta\omega\lambda}{8\pi n \varepsilon E \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \\ \left(\frac{\partial \zeta}{\partial \lambda}\right) &= \frac{3\eta\Delta\omega}{8\pi n \varepsilon E \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \quad \left(\frac{\partial \zeta}{\partial \Delta\omega}\right) = \frac{3\eta\lambda}{8\pi n \varepsilon E \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \\ \left(\frac{\partial \zeta}{\partial n}\right) &= \frac{-3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi n^2 \varepsilon E \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \\ \left(\frac{\partial \zeta}{\partial \varepsilon}\right) &= \frac{-3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi n \varepsilon^2 E \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \quad \left(\frac{\partial \zeta}{\partial E}\right) = \frac{-3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi n \varepsilon E^2 \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \\ \left(\frac{\partial \zeta}{\partial f(\kappa a)}\right) &= \frac{-3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi n \varepsilon E \sin(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f^2(\kappa a)} \\ \left(\frac{\partial \zeta}{\partial \theta}\right) &= \frac{-3\eta\Delta\omega\lambda \cos(\theta/2)}{16\pi n \varepsilon E \sin^2(\theta/2) \sin[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} - \frac{3\eta\Delta\omega\lambda \cos(\theta/2 + \xi)}{16\pi n \varepsilon E \sin(\theta/2) \sin^2[(\theta/2) + \xi] f(\kappa a)} \\ \left(\frac{\partial \zeta}{\partial \Delta d_r}\right) &= 1 \end{aligned}$$

(1.3.4)

3.2 各項不確定度分析

3.2.1 溶液黏度所產生之不確定度 $u(\eta)$

根據 ISO/TR 3666 viscosity of water [1-3-3]，純水在 20 °C、常壓 (101325 Pa) 下的黏滯係數為 1.0016 mPa·s，相對標準不確定度為 0.17 %，即標準不確定度為 1.7×10^{-3} mPa·s，以 SI 單位表示則為 1.7×10^{-6} m⁻¹ kg s⁻¹。估計相對不確定性為 10 %，自由度為 50。

3.2.2 頻率位移所產生之不確定度 $u(\Delta\omega)$

由 Zetasizer 軟體所得之頻率位移量，為入射光經由調頻器調整後之頻率與入射光通過樣品後散射光頻率的差值， $\Delta\omega=2\pi\Delta f$ 。散射光頻率 f 因受都卜勒效應影響，頻率偏移量與溶液中粒子運動速度相關。從偵測器接收到光波訊號至軟體輸出最終讀值，中間所有商用儀器內建的軟硬體數據處理過程皆無法解析及評估，因此，此項量測參數之不確定度評估僅涵蓋調頻器輸出頻率及數據處理元件的空白試驗部分。評估流程大約可分為幾個階段：首先，調頻器頻率被設定在 320 Hz，可利用校正後的數位電表實際量測頻率輸出值，以確認其偏差(offset)及不確定度。另外，在樣品槽中沒有放置任何粒子樣品的情況下，散射光頻率會維持原入射光頻率，因此量測所得之頻率位移應為零，可藉由空白試驗確認儀器內建數據處理流程之偏差及不確定度。利用校正後的數位電表，將國家時間與頻率標準實驗室的頻率標準傳遞至 Zetasizer 的過程可以圖 1-3-10 表示。

頻率偏差的定義為頻率量測值與標稱值間的差值，可以下式表示：

$$f(\text{offset}) = \frac{f_{\text{meas}} - f_{\text{nom}}}{f_{\text{nom}}} \quad (1.3.5)$$

其中， f_{meas} 為頻率紀錄器之讀值，為參考頻率輸出值或一特定頻率輸出標稱值。

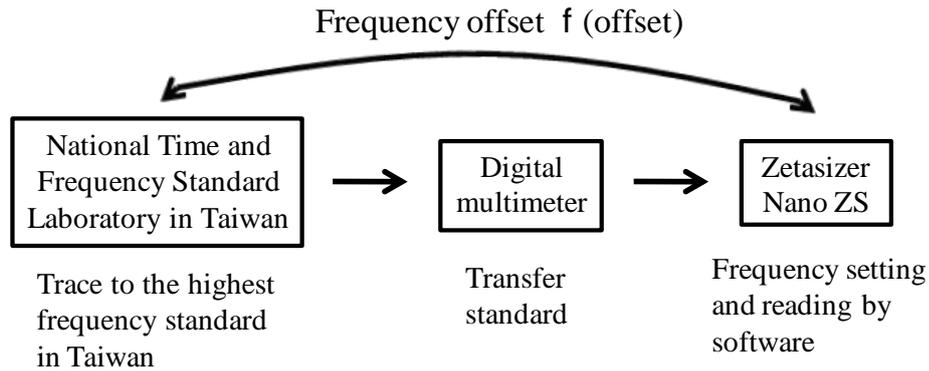


圖 1-3-10：頻率標準傳遞流程示意圖

由圖 1-3-10 中頻率標準傳遞流程可看出，頻率偏差源包含電表校正中頻率追溯的誤差、調頻器之輸出頻率穩定性、電表讀值解析度、以及商用儀器 Zetasizer 的數據處理元件，整體貢獻可以下式表示：

$$f(\text{offset}) = \frac{\Delta f_{\text{tr}}}{f_{\text{tr}}} + \frac{\Delta f_{\text{rep}}}{f_{\text{rep}}} + \frac{\Delta f_{\text{res}}}{f_{\text{res}}} + \frac{\Delta f_{\text{proc}}}{f_{\text{proc}}} \quad (1.3.6)$$

其中， Δf_{tr} 及 f_{tr} 為國家時間與頻率標準實驗室之校正報告中所提供之偏差及標稱值，可追溯至 SI 單位。 $\Delta f_{\text{rep}} / f_{\text{rep}}$ 為利用數位電表量測調頻器輸出頻率時之量測重複性誤差值；而 $\Delta f_{\text{res}} / f_{\text{res}}$ 則來自數位電表的頻率解析度誤差。 $\Delta f_{\text{proc}} / f_{\text{proc}}$ 代表來自 Zetasizer 數據處理元件的偏差。由上述偏差來源造成的相對標準不確定度可表示如下：

$$u_r^2(\text{offset}) = u^2\left(\frac{\Delta f_{\text{tr}}}{f_{\text{tr}}}\right) + u^2\left(\frac{\Delta f_{\text{rep}}}{f_{\text{rep}}}\right) + u^2\left(\frac{\Delta f_{\text{res}}}{f_{\text{res}}}\right) + u^2\left(\frac{\Delta f_{\text{proc}}}{f_{\text{proc}}}\right) \quad (1.3.7)$$

由國家時間與頻率標準實驗室提供之數位電表頻率校正報告如表 1-3-5，數位電表在 320 Hz 的頻率下的量測值為 320.00247 Hz，由校正追溯產生的相對標準不確定度為 1.5×10^{-7} 。利用校正後的電表量測 Zetasizer 儀器中調頻器的頻率(圖 1-3-11)，可透過安捷倫公司提供的介面軟體 Agilent IO Libraries Suite (Agilent Technologies)直接將量測數據存入電腦，並可轉存成 Excel 格式，如圖 1-3-12 所示。讀取調頻器在 10 分鐘內的頻率輸出值以評估穩定性，量測平均值為 319.999268 Hz、標準差為 0.045954 Hz ($n = 25561$)。

表 1-3-5：Agilent 34410A 之頻率校正報告[1-3-4]

標稱值 (Hz)	量測值 (Hz)	相對擴充不確定度	涵蓋因子
320	320.00247	3.0×10^{-7}	2

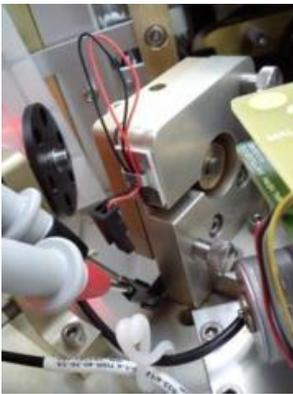


圖 1-3-11：量測調頻器頻率 圖 1-3-12：利用 Agilent IO Libraries Suite 存取頻率讀值

用來傳遞頻率標準的數位電表，其最小讀值解析度為 10^{-6} Hz，可假設誤差源為矩形分佈來估算來自電表解析度的不確定度。最後，來自於 Zetasizer 數據處理元件的誤差，可利用空白試驗進行評估。作法為在不放置任何樣品的情況下經由量測軟體讀取頻率位移量測值，光波在不受到任何擾動的情況下會維持原來的入射光頻率，因此，由 Zetasizer 軟體讀到的頻率位移平均值應為 0，實際量測 10 筆數據如圖 1-3-13。由軟體讀取到的頻率位移值為實際量測頻率減掉調頻器頻率 320 Hz 的結果，可將軟體輸出數據還原成原頻率值，10 次量測平均頻率為 320.061 Hz，標準差為 0.892 Hz ($n = 10$)。

$$\text{Measured frequency} = \text{frequency shift} + 320 \text{ Hz}$$

*Data acquired by zetalyzer software

Measurement Date and Time	T	ZP	Final Zeta Frequency
	°C	mV	Hz
2014年3月13日 上午 08:48:17	20.0	-0.187	-0.115
2014年3月13日 上午 08:49:18	20.0	-1.20	-0.737
2014年3月13日 上午 08:50:00	20.0	0.419	0.258
2014年3月13日 上午 08:50:42	20.0	1.41	0.867
2014年3月13日 上午 08:51:24	20.0	-0.188	-0.116
2014年3月13日 上午 08:52:07	20.0	-2.24	-1.38
2014年3月13日 上午 08:52:49	20.0	0.428	0.263
2014年3月13日 上午 08:53:31	20.0	-1.23	-0.757
2014年3月13日 上午 08:54:13	20.0	1.04	0.638
2014年3月13日 上午 08:54:55	20.0	2.76	1.69

Data No.	Measured Value (Hz)
1	319.885
2	319.263
3	320.258
4	320.867
5	319.884
6	318.620
7	320.263
8	319.243
9	320.638
10	321.690
AVG	320.061
stdev	0.892
n	10

圖 1-3-13：頻率空白試驗數據

上述四種不確定度源之評估結果整理如表 1-3-6，由式(3.1.6)可計算出總頻率偏差 f_{offset} 為 1.96×10^{-4} ，由式(3.1.7)計算出相對標準不確定度為 8.81×10^{-4} 。在實際量測中，操作人員直接從軟體中讀取 Zeta 電位，無法將頻率偏差值代入修正，因此將頻率偏差值合併至不確定度計算，加總後之相對標準不確定度為 1.08×10^{-3} ，有效自由度為 20。

表 1-3-6：各項頻率偏差來源之數值與不確定度

Source of offset	Δf_x (Hz)	f_x or \bar{f}_x (Hz)	$u^2(\Delta f_x/f_x)$ or $u^2(\Delta f_x/\bar{f}_x)$	ν
Traceability	0.00247	320.00000	$(1.5 \times 10^{-7})^2$	50
Transfer standard				
Repeatability	-0.000732	319.999268	$(\frac{0.045954/\sqrt{25561}}{319.999268})^2$	25560
Resolution	0	319.999268	$(\frac{10^{-6}/2\sqrt{3}}{319.999268})^2$	50
Signal processing	0.061	320.061	$(\frac{0.892/\sqrt{10}}{320.061})^2$	9

*註：下標符號"x"為一通用代號，代表"tr"、"res"、"rep"、"proc"等。 f_x 或 \bar{f}_x 則代表頻率標稱值或重複試驗中的平均值。

3.2.3 雷射光波長所產生之不確定度 $u(\lambda)$

根據 CIPM 於 2007 年會員大會之決議[1-3-5]，氣體氦氖雷射的波長數值可不需要經過實際的雷射波長校正程序，直接以 632.9908 nm 表示，而相對標準不確定度為 $1.50 \times$

10^{-6} ，即標準不確定度為 9.49×10^{-13} m。主要原因為氣體氦氖雷射放光波長係基於 $3s_2 \rightarrow 2p_4$ 之能階躍遷，受限於量子效應，此能階差的變異性非常非常小。同時，一般使用氣體氦氖雷射的光學量測系統，來自於其他量測參數的不確定性相對於雷射波長來說大很多。為了減少不必要的校正資源，參考比對各國長度實驗室之校正結果，提出此建議值以供相關量測系統之波長參數使用。估計相對不確定性為 10%，自由度為 50。

3.2.4 溶液折射係數所產生之不確定度 $u(n)$

溶液折射係數之不確定度係參考 Optical Express 期刊論文[1-3-6]，作者利用 Littrow 架構，藉由旋轉光柵(grating)後干涉條紋的變化以準確計算溶液介質的折射率。以 633 nm 雷射為光源量測純水在 20 °C 的折射率，折射率量測值為 1.3318，標準不確定度為 0.003。估計相對不確定性為 10%，自由度為 50。

3.2.5 溶液介電常數所產生之不確定度 $u(\epsilon)$

在介質中的介電常數 ϵ 為真空中的介電常數值 ϵ_0 與相對介電常數 ϵ_r 的乘積，以 $\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r$ 表示。由美國 NIST 維護的 CODATA 資料庫[1-3-7]可查得 ϵ_0 數值為 8.854187817 (exact) $\times 10^{-12}$ F·m⁻¹，而純水在 20 °C 條件下的相對介電常數的文獻值則為 80.29[1-3-8]，擴充不確定度為 0.20 ($k = 2$)。因此，水溶液介電常數的相對標準不確定度為 $u_r(\epsilon) = \sqrt{u_r^2(\epsilon_0) + u_r^2(\epsilon_r)} = \sqrt{0^2 + \left(\frac{0.1}{80.29}\right)^2} = 0.001245$ ，即標準不確定度為 8.85×10^{-13} F·m⁻¹。估計相對不確定性為 10%，自由度為 50。

3.2.6 電場強度所產生之不確定度 $u(E)$

Zeta 電位量測的基本原理是對溶液樣品施加電場使粒子在溶液中產生運動，以觀察粒子在受電場影響下的運動速度。本量測系統所使用的樣品槽為兩平行電極，電場強度 E 為兩電極電壓差 V 除以兩電極板間距離 d ，以 $E = V/d$ 表示，由於電極板間距離為定值(如 dip cell 之電極距離為 2.15 mm)，電場強度的不確定度可由施加在電極上之電壓不確定度表示。利用校正後的數位電表實際量測 Zetasizer 電壓輸出值，可將國家標準實驗室的電壓標準傳遞至 Zetasizer。電壓不確定度源有校正追溯、電壓輸出穩定性、以及電表解析度等。相對標準不確定度可用式(1.3.8)表示：

$$u_r^2 = u^2 \left(\frac{\Delta V_{tr}}{V_{tr}} \right) + u^2 \left(\frac{\Delta V_{rep}}{V_{rep}} \right) + u^2 \left(\frac{\Delta V_{res}}{V_{res}} \right) \quad (1.3.8)$$

其中， ΔV_{tr} 及 V_{tr} 為國家標準電量實驗室所提供之電壓偏差值及標稱值，可追溯至

SI 單位。 $\Delta V_{rep}/\overline{V_{rep}}$ 為利用數位電表量測 Zetasizer 輸出電壓時之量測重複性誤差值；而 $\Delta V_{res}/\overline{V_{res}}$ 則來自數位電表電壓的解析度誤差。由國家標準實驗室提供之電壓校正報告數據如表 1-3-7。此校正範圍涵蓋所有 Zeta 電位量測時所使用的電壓範圍 (1 V ~ 150 V)，因量測不同樣品或使用不同樣品槽時可能選用不同電壓值，如使用 dip cell 量測樣品時，一般電壓設定為 5 V；而使用 folded cell 進行量測之電壓設定則為 150 V，因此，以校正範圍內的最大不確定度來涵蓋所有可能的不確定度。由表 1-3-7 可知，來自校正追溯的相對標準不確定度為 5×10^{-6} 。

表 1-3-7：Agilent 34410A 之電壓校正報告[1-3-9]

標稱值 (Hz)	量測值 (Hz)	相對擴充不確定度	涵蓋因子
0.1	0.1000002	0.000008	2
1	0.999999	0.000002	2
10	9.99999	0.000001	2
50	50.0000	0.000002	2
100	100.0000	0.000003	2
150	150.000	0.000010	2

電壓輸出穩定性的評估方法為利用校正過的數位電表直接量測電極間的輸出電壓，利用改造過的樣品槽將電極訊號導出、連接至電表，再以安捷倫公司提供的介面軟體 Agilent IO Libraries Suite (Agilent Technologies) 將量測數據存入電腦，量測架設及數據讀取畫面如圖 12 所示。Zetasizer 之儀器設計為，量測 Zeta 電位時，兩電極間先施以高頻 AC 電壓，再施以低頻 AC 電壓。如圖 1-3-14 右所示，將 Zetasizer 輸出電壓設定於 5 V，儀器輸出電壓會在 +5 V 與 -5 V 之間來回震盪。因在電壓極性固定期間，電壓為定值，等同於 DC 電壓源，評估電壓不確定度時，僅取 +5 V 數據進行計算。將輸出電壓固定在 5 V，連續量測 10 分鐘後所得電壓平均值為 5.045742 V，標準差為 0.001373 V Hz ($n = 37809$)。



圖 1-3-14：電壓量測架設及量測數據讀取頁面

數位電表最小讀值為 10^{-6} V，可假設誤差源為矩形分佈來估算來自電壓解析度的不確

定度。上述三項不確定度評估結果整理如表 1-3-8。由式(3.1.8)可計算出來自電壓的相對標準不確定度為 5.19×10^{-6} ，在輸出電壓為 5 V、兩電極距離為 2.15 mm 的情況下，電場強度的標準不確定度為 $1.21 \times 10^{-2} \text{ V}\cdot\text{m}^{-1}$ ，有效自由度為 58。

表 1-3-8：各項電壓偏差來源之數值與不確定度

Source of uncertainty	Type	Relative standard uncertainty $u_r(x_i)$	Degrees of freedom
Voltage, V	B	5.19×10^{-6}	58
traceability	B	5.00×10^{-6}	50
repeatability	A	1.40×10^{-6}	37808
resolution	B	5.72×10^{-8}	50

3.2.7 散射角度所產生之不確定度 $u(\theta)$

由原廠提供之資料可知，本系統之散射角度設定值為 12.8° 。在光路設計上，散射光先通過一聚焦鏡(如圖 1-3-15)，再將光導入光纖，最後進入 APD 偵測器。透過適當的光路設計及調整，由聚焦鏡收集到的散射光可完全進入光纖內；因光纖孔徑(4 μm)相對於偵測器接收晶片來說非常小，從光纖出口到偵測器的距離又非常近，從光纖出口至偵測器也沒有光量散失，因此，估散射角度的不確定度可用散射光從樣品槽至聚焦鏡這一段距離的角度發散量來表示。本系統使用的散射光聚焦鏡面直徑為 8 mm，從樣品槽至至聚焦鏡的距離由廠商提供為 75 mm，計算本系統由樣品產生散射光到聚焦鏡的角度為 $\theta = 2 \times \tan^{-1}(4 \text{ mm} / 75 \text{ mm}) = 0.106566 \text{ rad}$ ，假設誤差呈矩形分布，標準不確定度為 $0.106566/2\sqrt{3} = 3.08 \times 10^{-2} \text{ rad}$ 。估計相對不確定性為 10%，自由度為 50。

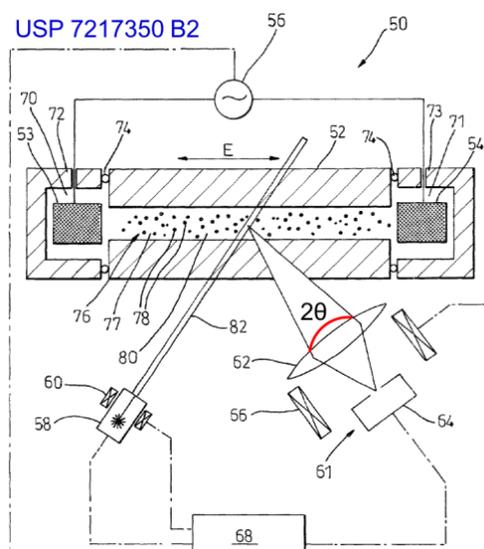


圖 1-3-15：利用聚焦鏡收集樣品散射光示意圖

3.2.8 亨利公式所產生之不確定度 $u(f(\kappa a))$

對於水溶液粒子樣品，若 $\kappa a \gg 1$ ，經由亨利公式(3.1.9)計算所得之 $f(\kappa a)$ 值會趨近於 1.5，因此對於在粒徑為數百奈米至微米等級的膠體粒子溶液樣品，一般可直接使用 $f(\kappa a) = 1.5$ 來計算 Zeta 電位。

$$f(\kappa a) = 1 + \frac{1}{2} \left[1 + \left\{ \frac{2.5}{\kappa a [1 + 2 \exp(-\kappa a)]} \right\}^2 \right]^{-3/2} \quad (1.3.9)$$

而本校正系統所使用的標準粒子，粒徑大小為 20 nm 至 200 nm，在 0.002 mol/L 的 NaCl 溶液中 κa 值為 1.8 ~ 13.8，並不符合此極限值之條件，須實際計算不同標準樣品之 $f(\kappa a)$ 數值及其不確定度。由亨利公式(1.3.9)可知， $f(\kappa a)$ 之標準不確定度可由下式計算：

$$u(f(\kappa a)) = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial \kappa}\right)^2 u^2(\kappa) + \left(\frac{\partial f}{\partial a}\right)^2 u^2(a)} \quad (1.3.10)$$

其中， κ 為 Debye-Hückel 參數； a 為粒子半徑，可透過粒徑校正獲得粒徑大小及標準不確定度。其相對標準不確定度可表示如下：

$$u_r(\kappa) = \frac{1}{2} \sqrt{\left[\frac{u(N_A)}{N_A}\right]^2 + \left[\frac{u(I)}{I}\right]^2 + 2\left[\frac{u(e)}{e}\right]^2 + \left[\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right]^2 + \left[\frac{u(k_B)}{k_B}\right]^2 + \left[\frac{u(T)}{T}\right]^2} \quad (1.3.11)$$

由 CODATA 資料庫中可知，亞佛加厥常數 N_A 為 $6.022\,141\,29(27) \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ ，基本電荷量 e 為 $1.602\,176\,565(35) \times 10^{-19} \text{ F}\cdot\text{V}$ (1 Coulomb = 1 Farad \times 1 Volt)，波茲曼常數 k_B 為 $1.380\,6488(13) \times 10^{-23} \text{ C}\cdot\text{V}\cdot\text{K}^{-1}$ (1 J = 1 Coulomb \times 1 Volt)。溶液介電常數之相對標準不確定度由 3.2.5 可知為 0.001245。電解質溶液之離子強度 I 及絕對溫度 T 之不確定度則需另外評估，分述如下。

本系統所使用的量測條件為 20 °C，NaCl 濃度固定為 0.002 mol/L。在一比一的強電解質溶液中，離子強度與分子濃度相等，因此離子強度為 0.002 mol/L。莫耳濃度的定義為：

$$\text{Molarity} = \frac{\text{mol}}{\text{L}} = \frac{\frac{\text{g}}{\text{mol}}}{\text{L}} = \frac{[m]/[M.W.]}{[V]} \quad (1.3.12)$$

其相對標準不確定度為：

$$u_r(I) = \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{u(M.W.)}{M.W.}\right)^2} \quad (1.3.13)$$

由 IUPAC 的報告[16]中可查得各元素之原子量值及其不確定度，Na: 22.98976928 (2) g/mol，Cl: 35.453 (2) g/mol，因此 NaCl 分子量為 58.44 g/mol，標準不確定度為 $u = \sqrt{(2 \times 10^{-8})^2 + (2 \times 10^{-3})^2} = 0.002 \text{ g/mol}$ ，相對標準不確定度為 0.002 g/mol / 58.44

$\text{g/mol} = 3.422 \times 10^{-5}$ 。

配製溶液所使用的天秤及 Micropipette，校正報告如表 1-3-9 及表 1-3-10。

表 1-3-9：天秤 Precisa XS 225A 之質量校正報告[1-3-10]

標稱值 (mg)	器差 (mg)	重複性 (mg)	涵蓋因子	擴充不確定度 (mg)
10	0.0	0.07	2	0.2
20	-0.1	0.07	2	0.2
40	0.2	0.07	2	0.2
70	-0.2	0.07	2	0.2
100	0.1	0.07	2	0.2

表 1-3-10：Micropipette 之體積測試報告[1-3-11]

標稱值 (μL)	量測值 (μL)	器差 (μL)	涵蓋因子	擴充不確定度 (μL)
100	102.3	2.3	2	1.4
500	501.7	1.7	2	1.4
1000	1004.1	4.1	2	1.4

Zeta 電位校正程序中，0.002 mol/L 的配製方式為量取 58.5 mg NaCl，加入 50 mL 去離子水，但實際溶液配製過程可自行依照濃度比例調整總溶液的量。因此質量及體積不確定度皆已校正範圍中最大的不確定度表示，即來自質量的標準不確定度為 0.1 mg，相對標準不確定度為 $0.1 \text{ mg} / 58.5 \text{ mg} = 0.0017$ ；來自體積的標準不確定度為 0.7 μL ，相對標準不確定度為 $(0.7 \mu\text{L} / 1000 \mu\text{L}) \times \sqrt{50} = 0.00495$ 。將分子量、質量及體積的相對標準不確定度代入式(3.1.13)，可求得離子濃度的相對標準不確定度為 5.23×10^{-3} 。

Zetasizer 之樣品室溫度由儀器控制，每次量測待校正樣品前先將溶液樣品置於樣品室內，蓋上蓋子後至少等待 5 分鐘，可使樣品溫度與樣品室溫度達平衡，維持在設定的校正溫度 20 °C。在溫度不確定度評估方面，使用校正後的溫度探針直接量測置於樣品室內的溶液樣品溫度(如圖 1-3-16)，可將國家標準實驗室的溫度標準傳遞至 Zetasizer。



圖 1-3-16：溫度量測架設圖

溫度不確定度來源有校正追溯、樣品槽溫度穩定性、以及數位溫度計的解析度等，相對標準不確定度可用式(1.3.14)表示：

$$u_r^2 = u^2\left(\frac{\Delta T_{tr}}{T_{tr}}\right) + u^2\left(\frac{\Delta T_{rep}}{T_{rep}}\right) + u^2\left(\frac{\Delta T_{res}}{T_{res}}\right) \quad (1.3.14)$$

其中， ΔT_{tr} 及 T_{tr} 為國家標準溫度實驗室所提供之溫度偏差值及標稱值，可追溯至 SI 單位。 $\Delta T_{rep}/T_{rep}$ 為利用溫度計量測樣品溫度時之量測重複性誤差值；而 $\Delta T_{res}/T_{res}$ 則來自數位溫度計的解析度誤差。由國家標準實驗室提供之溫度校正報告數據如表 1-3-11。標準不確定度為 $0.022 / 2 = 0.011 \text{ }^\circ\text{C}$ ，相對標準不確定度為 $0.011 \text{ }^\circ\text{C} / 20.002 \text{ }^\circ\text{C} = 5.499 \times 10^{-4}$ 。

表 1-3-11：數位溫度計之溫度校正報告[1-3-12]

標稱值 ($^\circ\text{C}$)	量測值 ($^\circ\text{C}$)	器差 ($^\circ\text{C}$)	涵蓋因子	擴充不確定度 ($^\circ\text{C}$)
20.002	20.006	0.004	2	0.022

連續量測樣品溫度 10 分鐘所得溫度平均值為 $19.988 \text{ }^\circ\text{C}$ ，標準差為 $0.002 \text{ }^\circ\text{C}$ ($n = 122$)。數位溫度計最小讀值為 $0.001 \text{ }^\circ\text{C}$ ，可假設誤差源為矩形分佈來估算來自溫度計解析度的不確定度。上述三項不確定度評估結果整理如表 1-3-12。由式(3.1.14)可計算出來自溫度的相對標準不確定度為 5.499×10^{-4} 。

表 1-3-12：各項溫度不確定度來源貢獻

Source of uncertainty	Traceability	Repeatability	Resolution
$u^2(\Delta T_x/T_x)$ or $u^2(\Delta T_x/\overline{T_x})^2$	$(0.011/20.002)^2$	$\left(\frac{0.002/\sqrt{122}}{19.988}\right)^2$	$\left(\frac{0.001/2\sqrt{3}}{19.988}\right)^2$

整理計算 Debye-Hückel 參數 κ 之各項參數不確定度貢獻如表 1-3-13，由式(1.3.11)可計算出的相對標準不確定度為 0.002702 ， κ 之計算值為 $1.4653 \times 10^8 \text{ m}^{-1}$ ，因此 κ 之標準不確定度為 $3.96 \times 10^5 \text{ m}^{-1}$ 。

表 1-3-13：Debye-Hückel 參數 κ 之不確定度數值整理

Source of uncertainty	Type	Relative standard uncertainty $u_r(x_i)$	Degrees of freedom
K	B	2.70×10^{-3}	4
N_A	B	4.48×10^{-8}	50
I	B	5.23×10^{-3}	61
Mass	B	1.70×10^{-3}	50
volume	B	4.95×10^{-3}	50
molecular weight	B	3.42×10^{-5}	50
E	B	2.18×10^{-8}	50
E	B	1.25×10^{-3}	50
k_B	B	9.42×10^{-7}	50
T	B	5.50×10^{-4}	50
traceability	B	5.49×10^{-4}	50
repeatability	A	9.06×10^{-6}	121
resolution	B	1.44×10^{-5}	50

由式(3.1.9)可知， $f(\kappa a) = 1 + \frac{1}{2} \left[1 + \left\{ \frac{2.5}{\kappa a [1 + 2 \exp(-\kappa a)]} \right\}^2 \right]^{-3}$ ，分別對 κ 及 a 偏微分後可得

$$\frac{\partial f(\kappa a)}{\partial \kappa} = - \frac{3 \left\{ \frac{5}{\kappa \exp(\kappa a) [1 + 2 \exp(-\kappa a)]^2} - \frac{2.5}{\kappa^2 a [1 + 2 \exp(-\kappa a)]} \right\}}{2 \left\{ 1 + \frac{2.5}{\kappa a [1 + 2 \exp(-\kappa a)]} \right\}^4} \quad (1.3.15)$$

$$\frac{\partial f(\kappa a)}{\partial a} = - \frac{3 \left\{ \frac{5}{a \exp(\kappa a) [1 + 2 \exp(-\kappa a)]^2} - \frac{2.5}{\kappa a^2 [1 + 2 \exp(-\kappa a)]} \right\}}{2 \left\{ 1 + \frac{2.5}{\kappa a [1 + 2 \exp(-\kappa a)]} \right\}^4} \quad (1.3.16)$$

本校正系統所使用之標準粒子共有五種，將校正後之粒徑[20-24]及不確定度代入式(1.3.10)，可求得各樣品的 $f(\kappa a)$ 標準不確定度，整理如表 1-3-14。

表 1-3-14：五種標準粒子的粒徑及 $f(\kappa a)$ 標準不確定度

Sample	Diameter (nm)	k	$u(a)$ (nm)	$f(\kappa a)$	$u(f(\kappa a))$
Thermo 20	24.6 ± 1.3	2.07	0.628019324	1.059	2.539×10^{-3}
Thermo 50	42.6 ± 1.3	2.07	0.628019324	1.096	2.688×10^{-3}
Thermo 100	104.0 ± 1.3	2.07	0.628019324	1.214	1.943×10^{-3}
CMS-100	111.2 ± 2.5	2.10	1.190476190	1.224	3.388×10^{-3}
CMS-200	188.8 ± 1.3	2.07	0.628019324	1.304	1.002×10^{-3}

3.2.9 重複性量測所產生之不確定度 $u(\Delta d_r)$

重複性的不確定度評估方法為每天各配製五種標準樣品，各擷取六筆數據，計算當天量測平均值 z_d 及標準差 s_d 。在不同日期依照相同量測程序執行量測，共收取 15 天數據，可計算出不分組的整體平均值 z_{total} 及標準差 s_{total} 。根據 ISO/IEC Guide 98-3:2008 H.5 進行變異數分析(ANOVA)及 F 檢定，以判別組間差異是否顯著，再依據分析結果決定重複性不確定度之估算方式。 F 值計算方式如下：

$$F = \frac{s_a^2}{s_b^2} \quad (1.3.17)$$

s_a^2 為 15 組數據之組內平均值間變異數， s_b^2 為組合變異數(pooled variance, s_p^2)，可由 15 組數據之組內標準差計算求得，計算方式如下：

$$s_a^2 = 6 \times s^2(z_d), \quad v = 15 - 1 = 14 \quad (1.3.18)$$

$$s_b^2 = s_p^2 = \frac{1}{15} \sum_{j=1}^{15} s_{dj}^2, \quad v = 15(6-1) = 75 \quad (1.3.19)$$

在 95 % 信賴水準下，自由度 14 及 75 的 F 臨界值(F_{crit})為 1.83，若由量測數據所得之 F 值大於 F 臨界值，表示組間有顯著差異，重複性量測之不確定度以各組平均值之標準差表示， $u(\Delta d_r) = s_a / \sqrt{6} = s(z_d)$ ；若由量測數據所得之 F 值小於 F 臨界值，表示組間無顯著差異，重複性量測之不確定度可以不分組內標準差計算， $u(\Delta d_r) = s_{total} / \sqrt{6}$ 。

3.3 組合標準不確定度

根據 ISO/IEC Guide 98-3:2008 G.4，在量測方程式 $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$ 中，有效自由度 v_{eff} 可由 Welch-Satterthwaite 公式計算：

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} = \frac{u_c^4(x_i)}{\sum_{i=1}^N \frac{[c_i^2 u^2(x_i)]^2}{v(x_i)}} \quad (1.3.20)$$

其中， $u_c(x_i)$ 為組合標準不確定度， $u(x_i)$ 為各參數之標準不確定度， $v(x_i)$ 為各項不確定度之自由度。若以相對標準不確定度來計算組合標準不確定度，即 $[u_c(y)/y] = \Sigma[u(x_i)/x_i]$ ，則有效自由度之計算方法為：

$$v_{eff} = \frac{[u_c(y)/y]^4}{\sum_{i=1}^N \frac{[u(x_i)/x_i]^4}{v_i}} \quad (1.3.21)$$

A 類不確定度之自由度依量測次數 n 決定，即 $v_{effA} = n - 1$ ；而 B 類不確定度之自

由度，則可用標準不確定度之相對不確定性 R 計算：

$$v_{\text{eff}} = \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{R} \right)^2 \quad (1.3.22)$$

當假設 R 為 10%，則自由度為 50。將 3.2 節中各項不確定度數值代入公式(3.1.3)及(3.1.4)，可求得各樣品之組合標準不確定度

3.4 擴充不確定度

通常，量測不確定度係以擴充不確定度(Expanded Uncertainty, U)方式表示，其定義如下所示：

$$U = k \times u_c \quad (1.3.23)$$

其中 k 為涵蓋因子(coverage factor)， u_c 為組合標準不確定度。涵蓋因子由量測值的信賴水準及該量測系統不確定度之有效自由度 v_{eff} 決定。依國際間慣用法選取 95 % 之信賴水準，利用 Excel 函數計算涵蓋因子，即 $k = \text{TINV}(0.05, v_{\text{eff}})$ 。由計算結果可知，五種樣品之有效自由度皆為 14，對應到涵蓋因子 $k = 2.14$ 。整理各標準粒子之量測平均值及擴充不確定度如表 1-3-15。

表 1-3-15：標準粒子之 Zeta 電位平均值及擴充不確定度

	CMS-100	CMS-200	Thermo 3020A	Thermo 3050A	Thermo 3100A
組合標準不確定度 u_c (mV)	0.73	1.25	2.56	2.99	2.44
有效自由度 v_{eff}	14	14	14	14	14
涵蓋因子 k	2.14	2.14	2.14	2.14	2.14
擴充不確定度 U (mV)	1.6	2.7	5.5	6.4	5.3
Zeta 電位量測值 (mV)	-62.4	-67.8	-42.2	-56.4	-59.4

由於 CMS-100 及 CMS-200 為國家標準實驗室自行驗證之聚苯乙烯標準粒子，樣品品質及穩定性較佳，保守估計本系統最佳校正能力之擴充不確定度為 2.7 mV。

3.5 品保設計

本校正系統的系統監控，每三個月期間內，使用待校件進行量測，取得一個待校參數值，並用 t 檢定確定數值是否在管制上下限內，如落於上下界限內，再校正待校件。本系統的查核所選用之待校件為標準奈米粒子，標稱 Zeta 電位為 -62.4 mV、-67.8 mV、-42.2 mV、-56.4 mV 與、-59.4 mV，利用這些待校參數值計算待校參數平均值、

標準差、和管制上下限。待校用標準粒子的 Zeta 電位量測值 ZP_i 為待校參數， N 為累積待校點數，程序參數分別為平均值 AVG 、標準差 S_c 、管制上限 UCL 、和管制下限 LCL ：

$$AVG = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N ZP_i \quad (1.3.24)$$

$$S_c = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (ZP_i - AVG)^2} \quad (1.3.25)$$

$$UCL = AVG + 3S_c$$

$$LCL = AVG - 3S_c$$

利用系統評估階段所量測的 15 組查核數據，計算其平均值、標準差、管限制上下限後，繪成管制圖，以監控系統穩定性。

4. 系統查驗

「奈米粒徑量測系統-Zeta 電位校正」擴建量測系統查驗會議於 103 年 8 月 15 日舉行，邀請經濟部標準檢驗局孫元平科長、張力成技正，清華大學材料科學工程學系李紫原教授、清華大學化學工程學系蔡德豪教授、台灣積體電路製造股份有限公司楊棋銘副處長、以及量測中心品質工程部王品皓經理擔任評審委員，由系統李紫原教授擔任會議主席。會議分為系統簡報、現場評審、綜合討論等幾個部分。評審照片如圖 1-3-17 及圖 1-3-18。



圖 1-3-17 於會議室進行評審會議



圖 1-3-18 於實驗室進行現場查驗

各評審委員皆對於此量測系統之建置及不確定度評估過程讚譽有加，認為該量測系統之擴建不但可為國家度量衡標準實驗室增加奈米粒子表面電性量測之能量，更可協助國內相關產業之發展。經過討論，委員們一致建議此系統查驗通過評審，可進行後續報部動作，並正式對外提供校正服務。

【技術創新】

(一) 奈米粒子參考物質研製技術：

由於市面上購買之樣品，都有分佈過大的情況。因此，為了提升樣品的均勻性，本計畫採用了前處理及尺寸分篩的動作，此特殊的優化的方式正符合目前 ISO 發展之趨勢。研究程序中，首先我們了解樣品粒徑為何分布如此寬廣，可能是奈米二氧化鈦粒子在水中分散性較差，粒子無法分散於水中，所以本研究在溶解粒子粉末時，使用高頻率之震盪器(1.75 MHz)，進行溶解。而此高頻率之震盪器與一般傳統不同，我們利用市面上購買之霧化模組進行改良如圖 1-1-8，將震盪器貼在玻璃平底，再使用橡膠材質將瓶口密合，進行振盪其參數如下表 1-1-5 所示。

此外，在溶解之後，本計畫利用離心機離心過濾，將大粒徑之粒子過濾分離，之後再加上分散劑(5-AA, 5-aminovaleric acid)進行分散，其完整優化參數如表 1-1-5 所示。最後再進行電移動度分析法量測粒子分布如圖 1-1-9，最後完成粒子優化。

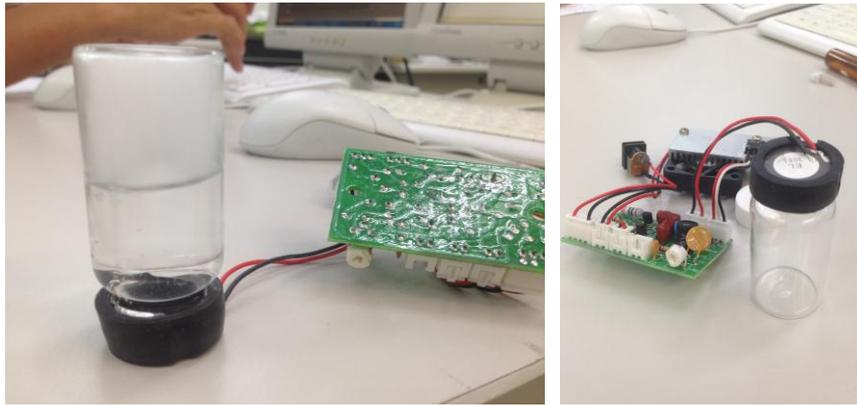


圖 1-1-8 超高震盪器模組

表 1-1-5 優化參數設定

優化步驟	高頻率震盪器	離心機過濾	分散劑的添加
詳細參數	1.75 MHz 震盪 5 分鐘	轉速 9000 rpm 15 分鐘	5-aminovaleric acid

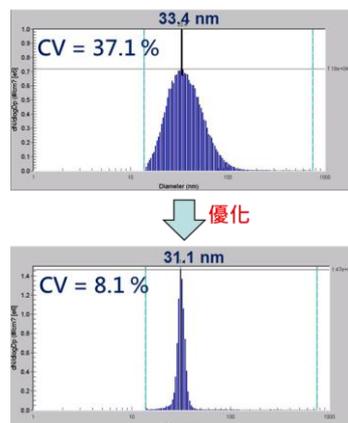


圖 1-1-9 優化後奈米粒子分布，CV 值由 37.1 % 優化為 8.1 %，平均粒徑為 31.1 nm

(二) 奈米粒子比表面積量測技術

本計畫技術創新點，採用 BET 體積測定法，並進行溫度、壓力與天平等感測器進行校正與追溯。比表面積量測方法包括連續流動法、體積測定法及重量法、直接對比法等，而本計劃所採用之方法，相較於其他量測方法，主要可藉由壓力計與已知之體積等參數進行校正，藉由這些參數的量測，系統將可以實現 SI 單位的追溯，作為國內表面積量測系統的原級系統。一般來說，比表面積測試方法有兩種分類。一是根據測定樣品吸附氣體量法的不同，可分為：連續流動法、容量法及重量法，重量法現在基本上很少被採用；再者是根據計算比表面積理論方法不同可分為：直接對比法比表面積分析測定、Langmuir 法比表面積分析測定和 BET 法比表面積分析測定等。同時這兩種分類標準又有著一定的聯系，直接對比法只能採用連續流動法來測定吸附氣體量的多少，而 BET 法既可以採用連續流動法，也可以採用容量法來測定吸附氣體量一般採用流動法來進行 BET 測定，測

量系統需具備能精確調節氣體分壓 P/P_0 的裝置，以實現不同 P/P_0 下吸附量測定。對於每一點 P/P_0 下 BET 吸脫附過程與直接對比法相近似，不同的是 BET 法需標定樣品實際吸附氣體量的體積大小，而直接對比法則不需要。此分析方法通常有容量法與重量法，容量法為測定已知量的氣體在吸附前後的差異，換算出氣體吸附量，重量法為測定樣品吸附前後的重量差。兩者皆需要高真空與脫氣處理。本計畫技術創新點，採用 BET 體積測定法，相較於其他量測方法，主要可藉由壓力計與已知之體積等參數進行校正，藉由這些參數的量測，系統將可以實現 SI 單位的追溯，作為國內表面積量測系統的原級系統。因此，本計畫所採用之方法的量測不確定度，主要有硬體的規格之外，真空腔的體積、溫度、氣體純度與壓力的精確度以及樣本的形貌與缺陷等，都是重要的決定因素。因此，計畫的創新點在於評估各種不確定度源，建立可追溯至 SI 單位之系統，以提供國內標準追溯源，圖 1-2-9 為本計畫建置之追溯關係圖與相關量測參數。

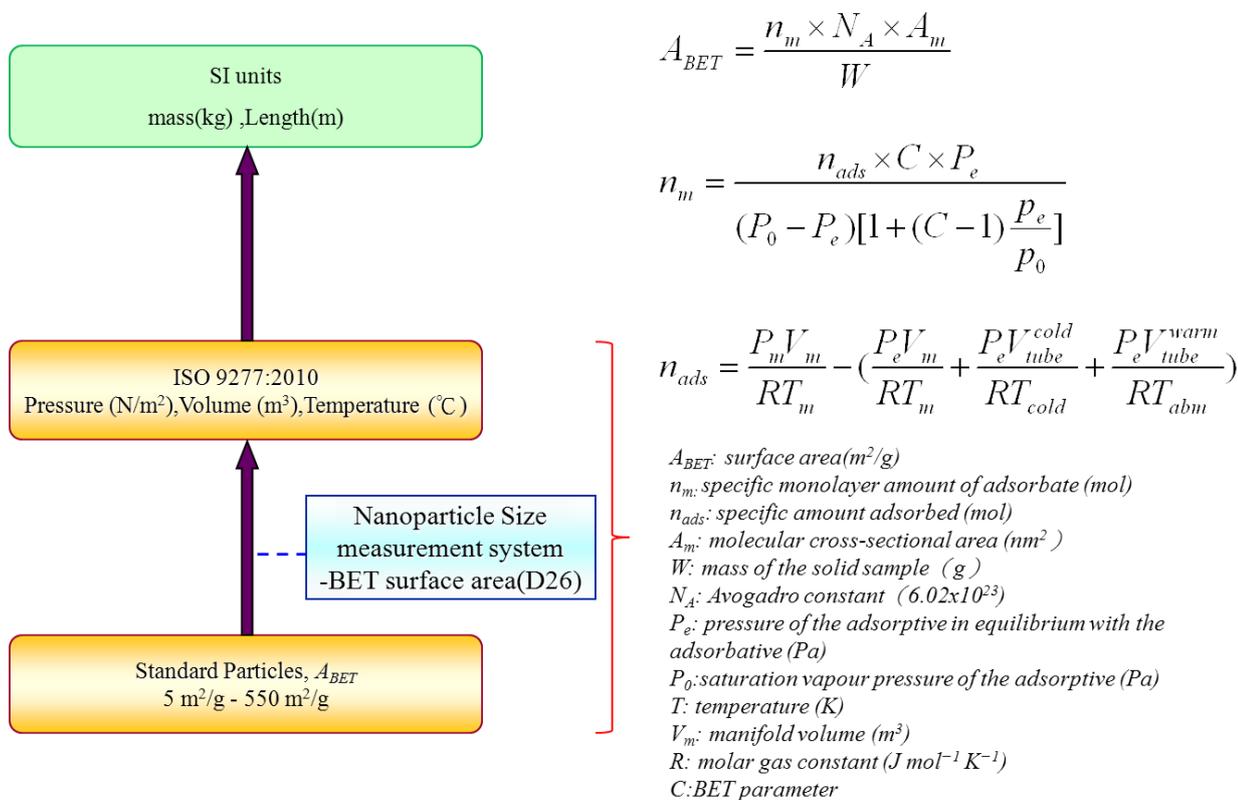


圖 1-2-9 系統追溯圖

(三) 奈米粒子表面電性量測技術

一般量測水溶液中帶電粒子之 Zeta 電位值，亨利常數可以極限值 1.5 表示，傳統儀器製造商亦以此值為預設值。但由於奈米粒子之粒徑很小，不符合極限值條件，須將粒徑及溶液離子強度帶入亨利公式實際計算出 $f(\kappa a)$ 數值及其不確定度貢獻，以此次驗證過程所使用的標準粒子為例，其值約分布於 1 至 1.3 (如表 1-3-14)。透過此項修正，本量測系統可反應出奈米粒子於溶液中的電性表現，提供更準確、具追溯性之 Zeta 電位值。

【突破之瓶頸】

(一) 奈米粒子參考物質研製技術：奈米氧化鋅標準粒子：20 nm ~ 100 nm，CV < 15%。

懸浮於水溶液的二氧化鈦粒子，不論在微米或奈米等級都有團聚的問題需要被克服，而經過優化之後，TiO₂ 粒子容易凝聚的現象進行改善。以此優化方式進行的 TiO₂ 奈米粒子的懸浮性良好，擺置約數個星期都沒有明顯的沉澱生成，大幅提升穩定性。長時間穩定度分析與管制圖結果如圖 1-1-10 所示。

最後，由經濟合作暨發展組織(OECD)發表奈米粒子檢測參考方法得知，奈米粒子需要檢測八個關鍵重大參數，分別為:形貌、粒徑大小、粒徑分佈、粒子團聚、組成分析、比表面積、表面化性以及表面電位等。因此，本計畫整理量測方法，建立奈米粒子參考物質之量測，如表 1-1-6 所示。

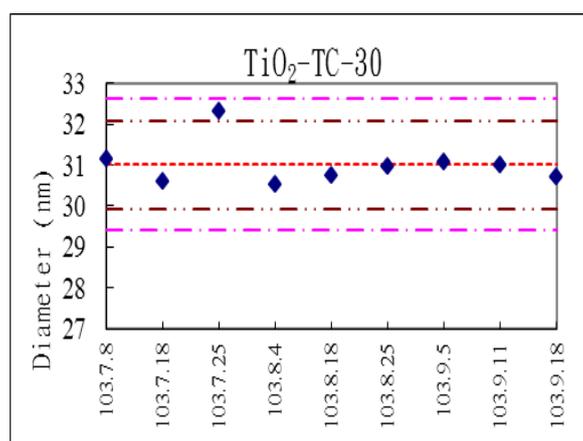


圖 1-1-10 長時間穩定度管制圖

表 1-1-6 奈米粒子參考物質之量測

項目	關鍵參數	建議量測方法	附註說明
1	Particle size	DLS、DMA、SEM	如果粒子在水中分散良好，建議先用 DLS 分析，若粒子為粉體，應先溶於水中再進行分析。
2	Size distribution	DLS、DMA、SEM	優先使用 DLS(水中分散好時才使用)或 DMA 進行量測。若使用 SEM 量測分布，應量測數量級至少要達到 300 顆。
3	Shape	SEM	將粒子均勻塗佈於二氧化矽/矽之晶圓上量測。
4	Agglomeration state / Aggregation	DLS、DMA、SEM	若是主要量測水中聚集或分散以 DLS 為主，SEM 為輔。若是空氣中則是 DMA 為主。
5	Composition	EDS、ICP-MS、XRD	最快方式可利用 SEM 中的 EDS 進行量測粒子成分。ICP-MS 需要將粒子溶於酸

			溶液中。
6	Surface area	BET	量測需要乾燥之粒子。
7	chemistry & Surface chemistry	pH、Conductivity	粒子溶液需混和均勻。
8	Surface charge	ζ -potential	粒子必須溶於水溶液中。

(二) 奈米粒子比表面積量測技術

由於儀器管路與感測器等，皆安裝於儀器內部，且不方便拆裝與更動。因此，計劃先進行體積標準件、溫度計與標準壓力計校正後，再以比對與傳遞的方式，將儀表外接於儀器的管件與線路上，如圖 1-2-10 所示。間接進行儀器內部管路與感應器之調整與校正。此方法，使系統之體積、壓力與溫度等，克服追溯鏈的傳遞瓶頸，實現 SI 單位的追溯目的，成為國內比表面積量測系統的原級系統。



圖 1-2-10 儀器校正架設，由左到右分別為標準體積、壓力計與溫度計

(三) 奈米粒子表面電性量測技術

所開發之表面電性量測系統，是國際間第一個完成驗證及溯源的表面電性量測系統。在此同時，目前國際間並無公認之標準樣品，造成國際間表面電性量測結果不確定度過大，量測值傳遞混亂，莫衷一是。團隊利用自行研製之聚苯乙烯標準粒子作為系統查核樣品以監控系統穩定性，並成功開發出標準樣品配製方法及保存條件，使樣品可維持穩定至少六個月，克服市售 Zeta 標準品穩定性不佳的問題，作為標準傳遞的重要材料。

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：

(1) 目標：HOPG 晶格常數量測技術研究，量測重複性 < 15%。

(2) 量測限制與因應方法：

掃描式探針顯微鏡要達成次奈米級高解析度，必須要有良好之量測環境，如在高真空度下使用非接觸式掃描方法。然而一般 AFM 係在大氣環境下做接觸式量測，因此雜訊產生是無法避免，會降低成像品質進而增加後續影像分析之困難度，使分析誤差變大。本研究利用快速傅立葉轉換處理方法對圖像做後製處理，可將量測產生的高頻雜訊給濾除掉，得到高訊雜比圖像以利後訊晶格常數分析。此外在分析次奈米級結構尺寸時，影像漂移效應會造成圖像扭曲而失真。本計畫利用雙向掃描方法評估影像漂移量並做修正補償，再經後續統計方法分析可得到穩定之量測數據，其量測重複性可至 5%。

(3) 成果之效益與影響：

在半導體產業中，關鍵尺寸發展已越來越小。參考 2013 年國際半導體技術發展藍圖(International Technology Roadmap for Semiconductors)，閘極線寬粗糙度(Gate Line Width Roughness, LWR)於 2015 年要求在 1.34 nm 以下，其量測不確定度更要求在 0.27 nm，此發展趨勢考驗著現今儀器之尺寸量測解析能力極限及精準度。掃描電子顯微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)是一快速量測微奈米形貌尺寸之儀器。然而其解析度最大只能到奈米等級，因此無法達到次奈米等級之精度需求。而穿透式電子顯微鏡(Transmission Electron Microscope, TEM)雖然擁有次奈米等級之高解析能力，但製片製備過程耗時且為破壞性檢測，因此降低其實用性。原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)以及掃描穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)為非破壞性檢測，且解析能力可以達到次奈米等級，故適合成為次奈米等級關鍵尺寸檢測儀器。然雖擁有高解析度，但其掃描壓電陶瓷亦必須經過合適之參考標準片校正後方能確認其精準度。現今最小線距標準片只達到 25 nm，故在次奈米量測標準追溯變成一個急待解決問題。此計畫利用高定向熱解石墨烯(HOPG)材料晶格常數(0.246 nm)作為量測尺寸標準。經評估後重複性可達到 5%，可以用來校正 AFM 次奈米級量測尺寸。

【本年度成果】

(一) HOPG 晶格常數量測技術研究

本研究所量測的 HOPG 材料是由 SPI 公司所販售，型號為 Grade SPI-1，尺寸為 10 mm x 10 mm x 1mm，馬賽克擴散角為 0.4°。此角度越小代表著 HOPG 定向度越高(一般角度介於 0.4°至 3.5°之間)，從而裂片表面呈現的梯級越少。HOPG 晶格長度的理論值如圖 2-1 所示，使用前可用膠帶法將最上面一層石墨層給剝離，以得到乾淨新鮮之表面。

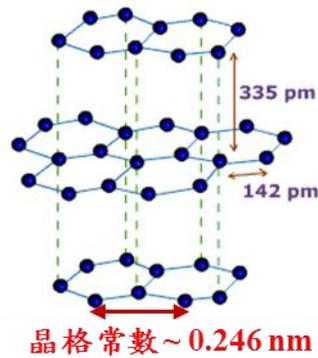


圖 2-1、HOPG 結構尺寸示意圖

當量測次奈米級結構形貌時，影像因樣品或儀器本身漂移而扭曲的影響相較微奈米而言是更為顯著。此外，當 HOPG 試片放置時，晶格間距方向無法保證會與量測 x 軸平行，因此量測晶格間距時 x 軸和 y 軸漂移對量測值皆會造成誤差，故在利用晶格影像校正儀器量測尺寸前，需將漂移量給求出來並做補償，以求得最正確之校正係數。而本研究利用雙向掃描方法可估算出漂移量。如圖 2-2(a)所示，考慮掃描一正方形虛線格子時於 x 和 y 軸方向各存在著 V_{dx} 及 V_{dy} 之漂移速度，當慢速掃描方向(Slow scan direction)為沿 y 軸方向由下往上時，正方形虛線格子 x 軸方向之邊長因與快速掃描方向一致，因此幾乎不會改變，但 y 軸量測則受 y 方向影像漂移速率 V_{dy} 影響而會得到一減少長度量測值 L_a 。反之，在其他參數不變，只改變慢速掃描方向(由上往下)時，則會得到增加之長度量測值 L_b ，如圖 2-2(b)所示。此時 V_{dy} 可由(2-1)關係式獲得：

$$V_{dy} = \left(\frac{L_b - L_a}{2L_a} \right) \cdot V_y \quad (2-1)$$

同理，當要求取 x 軸方向之漂移速率 V_{dx} 時，可將掃描角度旋轉 90 度並重複上述量測計算即可獲得。

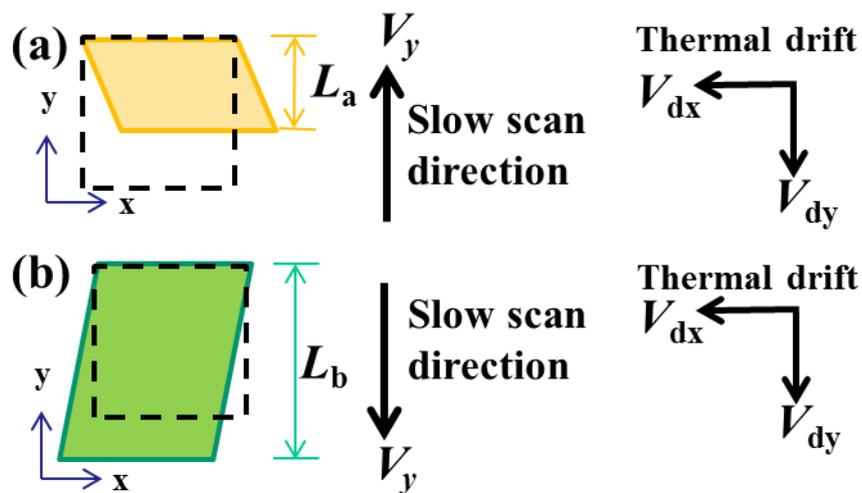


圖 2-2 不同掃描方向下會造成不同之影像扭曲

在求得 V_{dx} 及 V_{dy} 之後，隨即可應用在晶格量測值 P 上做補償修正。當量測晶格間距方向與水平量測軸呈現一夾角 θ 時(如圖 2-3 所示)，可藉由(2-2)方程式獲得漂移補償修正後之量測值 P_c :

$$P_c = P \sqrt{\left[\left(1 - \frac{V_{dy}}{V_y} \right) \cdot \sin \theta \right]^2 + \left[(1 - V_{dx}) \cdot \cos \theta \right]^2} \quad (2-2)$$

最後將修正後之量測值與理論值相除可獲得係數，用以修正儀器量測軸尺寸。

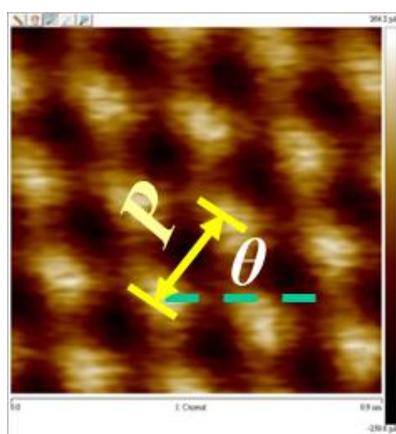


圖 2-3 量測晶格間距時與水平量測軸呈現一夾角 θ

圖 2-4 為使用 STM 掃描 HOPG 之 $3 \text{ nm} \times 3 \text{ nm}$ 大小之電流影像，將之影像放大並與圖 2-1 之結構模型比較可以得到晶格常數理論值為 0.246 nm 。當中選取兩晶格間距方向 B 及 A 並量測間距，做為後續儀器校正 x 軸及 y 軸之參考依據。

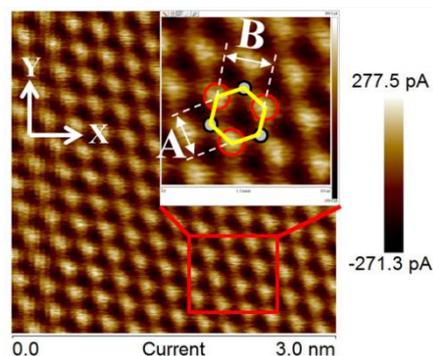


圖 2-4 STM 掃描 HOPG 晶格之電流影像

為探討儀器校正與影像漂移對量測值之影響，設定不同的慢速掃描方向之掃描速度並量測相對應之晶格間距，整理後可以得到圖 2-5 之結果。當中圖 2-5(a)為 A 方向晶格間距之量測值，而圖 2-5(b)為 B 方向晶格間距量測值，另外紅線為由慢速掃描方向為由下往上時之量測值，黑線為慢速掃描方向為由上往下掃描之量測值，而藍線為兩線量測值之平均結果。首先發現於 A 方向之相同掃描速度下，紅線量測值均大於黑色量測值，代表影像有往上漂移之分量。此外兩量測值雖然因掃描速度增加而有接近趨勢，代表漂移影響逐漸降低，但藍線平均值仍高於理論值 0.246 奈米。而圖 2-5(b)之 B 方向雖然紅色與藍色線條數值非常接近，但是隨掃描速度增加而值也跟著上升，並無趨向定值。上述現象表示著儀器尚無經過適當校正，因此在影像漂移的情況下無法有效找出適當之係數去校正量測儀器之量測尺寸。

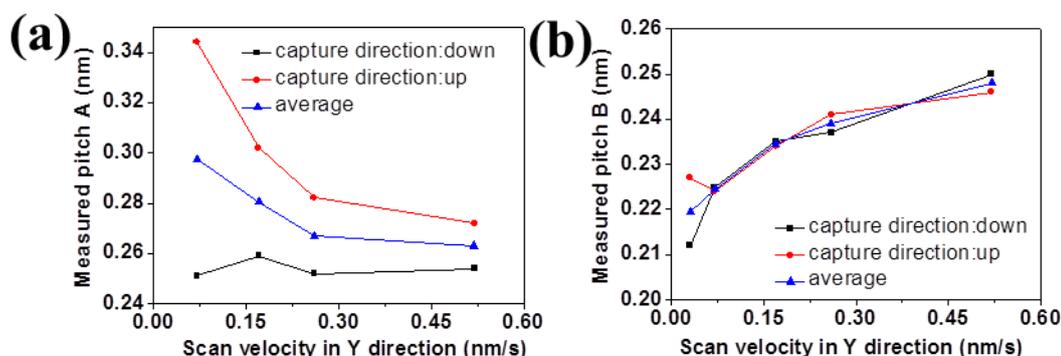


圖 2-5 STM 未經校正前不同慢速掃描方向速度對(a)A 方向及(b)B 方向量測值之影響

當量測儀器之量測 xy 雙軸經由影像漂移補償方法做校正後，再做一次同樣的參數試驗如圖 2-6 所示。發現 A 及 B 兩量測方向除了在 0.2 nm/s 以下之掃描速度前仍然有較大的差異外，隨著掃描速度增加會漸漸趨向定值。此外，雖然兩曲線仍因影像漂移而無法重合，但可以從藍色線條看出其兩數值之平均值幾乎保持固定且與 HOPG 晶格常數理論值接近，代表著經由影像漂移補償方法確認可做適當之校正外，經適當校正之儀器其量測結果可藉由此平均法移除影像漂移效應。

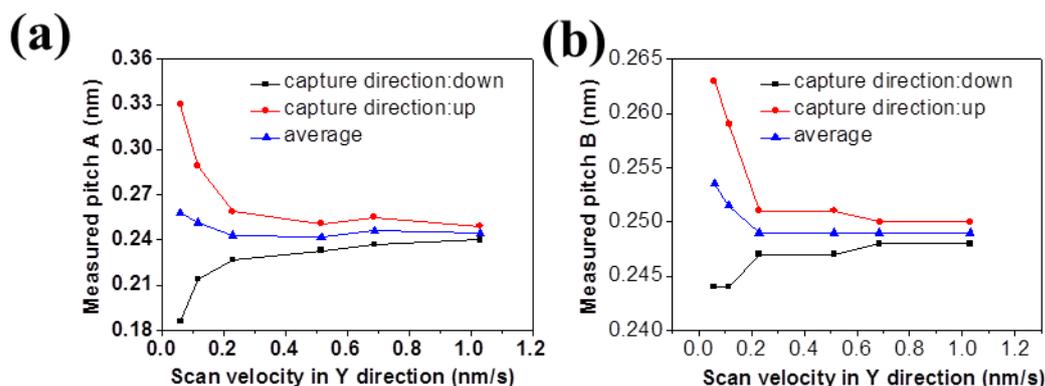


圖 2-6 STM 校正後不同慢速掃描方向速度對(a)A 方向及(b)B 方向量測值之影響

經由 STM 量測建立雙向影像漂移補償方法後，可將此法應用於 AFM 上。本研究使用之 AFM 機台製造商為 Bruker，型號為 Dimension Icon [2-1]。首先由於本研究採用接觸掃描方法，為了得到次奈米級解析影像，在探針選擇上其針尖曲率半徑不能過大，此外懸臂樑剛性(Stiffness)亦不能過大，其目的除了減少針尖與樣品表面之接觸面積外，亦避免接觸力過大而加速探針之磨耗。故此計畫使用由 Bruker 公司製造的三角形懸臂樑探針，其型號為 SNL。每一探針具有 A、B、C 與 D 共 4 組懸臂樑與針尖，其三角形懸臂樑的規格如表 2-1。這些懸臂樑剛性皆小於 1 N/m 且針尖曲率半徑可小至 2 nm，因此皆適合用來量測晶格影像，而此研究計畫統一使用探針 C 做後續之影像掃描量測。

表 2-1 AFM 三角形懸臂樑探針規格

Shape	Resonant Freq. kHz			Spring Const. N/m			Length μm			Width μm		
	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.
A Triangular	65	50	80	0.35	0.175	0.7	120	115	125	25	20	30
B Triangular	23	16	28	0.12	0.06	0.24	205	200	210	40	35	45
C Triangular	56	40	75	0.24	0.12	0.48	120	115	125	20	15	25
D Triangular	18	12	24	0.06	0.03	0.12	205	200	210	25	20	30

由於 AFM 在大氣環境下容易受到雜訊干擾，因此要量測到次奈米級晶格結構形貌有其困難性，而本研究採用接觸模式(Contact Mode)下的側向力顯微術(Lateral Force Microscopy, LFM)，藉由側向力量測訊號間接得到晶格結構。其成像原理為在接觸式量測下，當懸臂樑探針在掃描樣品時，因為探針與 HOPG 表面上的碳原子作用力差異造成不同側向力，抑或表面形貌之改變，皆將導致懸臂樑探針產生側向撓曲，再經由雷射光偵測器量測此撓曲而形成之影像。此模式下量測時需設定之主要參數為掃描尺寸(Scan Size)、掃描角度(Scan Angle)、掃描速度(Scan Rate)、取樣數(Sample/line)、XY 控制迴路(XY Closed Loop)、正向力(Deflection setpoint)、資料型態(Data type)與 Z 軸感測器的壓電(Piezo)衰減範圍(Z range)等，如表 2-2 所示。側向力量測 HOPG 時，其中 Scan Angle 固定為 90.0°，讓快速掃描方向與懸臂樑垂直已得到最大之側向撓曲靈敏度；而 XY Closed Loop 設定為 off 可減少雜訊的產生；其他參數則視即時掃描影像而即時調整，以求得最佳影像。

表 2-2 AFM 量測條件參數

Scan Size	3 nm
Scan Angle	90.0 °
Scan Rate	22.8 Hz
Samples/Line	512
Lines	512
XY Closed Loop	off
Deflection Setpoint	2.500 V
Data Type	Friction
Z range	0.5 μm

利用商用圖像處理軟體[2-2]對掃描影像進行處理與分析。影像處理步驟依序為 Flatten -> Spectrum 2D -> FFT -> Inverse FFT -> Section (如圖 2-7 所示)，其主要原理在先將側向力影像經傅立葉轉換為二維頻譜影像，接著圈選倒晶格點後再轉換為側向力影像藉以去除雜訊。然後再利用 Section 影像剖面輪廓分析 HOPG 的晶格長度。量測方向如圖 2-8 所示，於每張 Section 影像圖取適當晶格間距線，每條晶格間距線取適當格間距並個別量測。將選取的所有晶格間距平均以求得 HOPG 晶格長度的量測平均值，並計算標準差用以估算量測重複性。

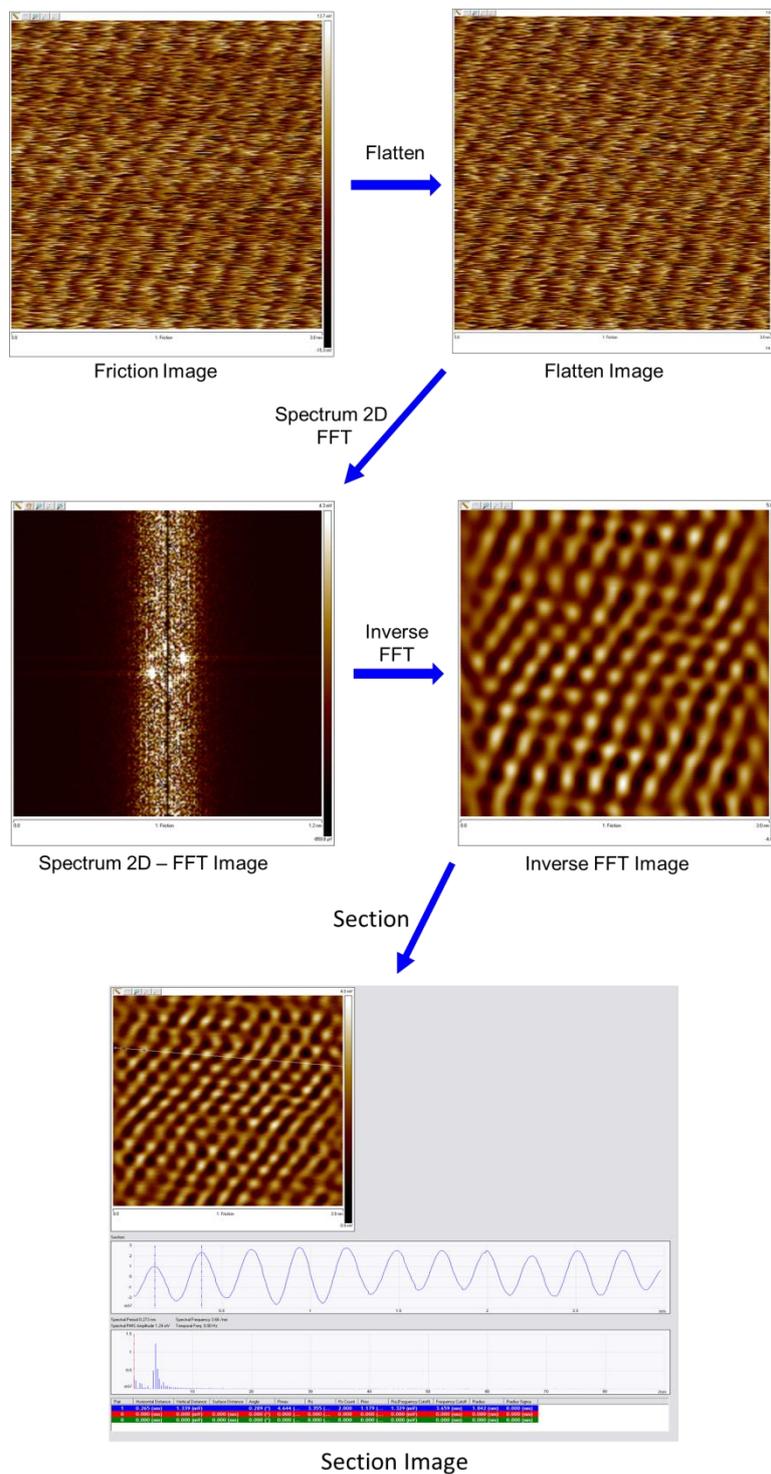


圖 2-7 AFM 影像處理步驟

經由影像漂移補償方法校正 AFM 量測 xy 軸後，再次掃描 HOPG 用以確認其量測重複性。本實驗挑選 8 組較佳品質的晶格影像組進行分析，每組包含 Line Direction 為 Trace(探針快速掃描由左至右)與 Retrace(探針快速掃描由右至左)圖像各 1 張。其中 4 組的 Capture Direction 為 Up(由下開始往上掃描)，另外 4 組則為 Down(由上開始往下掃描)。在每張影像圖利用 Section 功能選取 5 條晶格間距線，每條晶格間距線則選取 9 個晶格間距並個別量測。將選取的所有晶格間距(45 組)平均以求得 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差。其分析結果

整理成表 2-3 所示，其中 Average-I 欄位表示在 Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差，Average-II 欄位表示在單一 Capture Direction(Up 或 Down)與單一 Line Direction(Trace 或 Retrace)之 4 張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差。

由結果顯示單一張 Section 影像圖之晶格長度的量測平均值為 0.260 nm ~ 0.269 nm，標準差為 0.008 nm ~ 0.016 nm。在相同 Capture Direction 下，Trace 與 Retrace 的最大差異為 0.003 nm，小於 AFM 掃描解析度 0.006 nm ($\text{Scan Size}/(\text{Samples}/\text{Line}) = 3 \text{ nm}/512$)，表示 Line Direction 之不同並不影響量測結果。而在相同 Line Direction 下，Up 與 Down 的最大差異為 0.009 nm，大於掃描解析度 0.006 nm，則表示 Capture Direction 會影響量測結果。

Average-I 欄位顯示 4 組(Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖為 1 組)之晶格長度的量測平均值為 0.264 nm ~ 0.265 nm，最大差異約為 0.001 nm，相對於掃描解析度 0.006 nm，可以忽略組間的差異。而 Average-II 欄位顯示另 4 組(單一 Capture Direction(Up 或 Down)與單一 Line Direction(Trace 或 Retrace)之 4 張 Section 影像圖為 1 組)之晶格長度的量測平均值為 0.261 nm ~ 0.267 nm，其中在相同 Capture Direction 下，Trace 與 Retrace 間的最大差異為 0.001 nm，相對於掃描解析度 0.006 nm，可以忽略 Trace 與 Retrace 間的差異；在相同 Line Direction 下，Up 與 Down 的最大差異為 0.005 nm，相對於掃描解析度 0.006 nm，顯示 Capture Direction 會影響量測結果。前述分析的結果得知，吾人只要用 1 組包含 Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖進行分析，即可求得代表性之 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差。

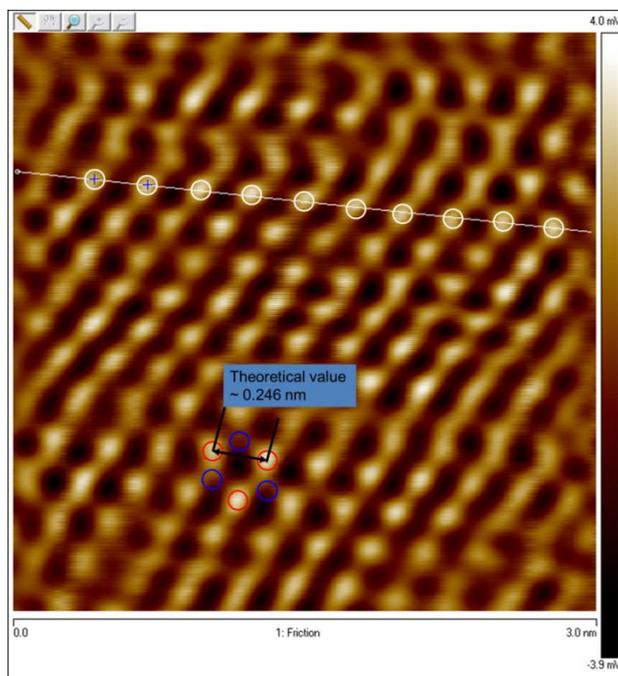


圖 2-8 經 AFM 掃描之 HOPG 晶格影像

表 2-3 AFM 量測 HOPG 晶格長度分析結果

Capture Direction	Up		Down		Average-I ^{II}
Line Direction	Trace nm	Retrace nm	Trace nm	Retrace nm	
1	0.267 ^I ± 0.009	0.266 ± 0.012	0.262 ± 0.014	0.260 ± 0.011	0.264 ± 0.012
2	0.267 ± 0.016	0.266 ± 0.012	0.262 ± 0.008	0.261 ± 0.015	0.264 ± 0.013
3	0.266 ± 0.012	0.269 ± 0.013	0.264 ± 0.010	0.260 ± 0.012	0.265 ± 0.012
4	0.267 ± 0.009	0.266 ± 0.011	0.260 ± 0.009	0.263 ± 0.009	0.264 ± 0.011
Average-II ^{III}	0.267 ± 0.012	0.267 ± 0.012	0.262 ± 0.014	0.261 ± 0.009	—

註 I. 每張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差。

II. 在 Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差。

III. 在單一 Capture Direction(Up 或 Down)與單一 Line Direction(Trace 或 Retrace)之 4 張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的量測平均值與標準差。

表 2-4 係根據表 2-3 計算求得之 HOPG 晶格長度的相對標準差，其等於標準差除上量測平均值。其中單一張 Section 影像圖之 HOPG 晶格長度的相對標準差為 3.1 % ~ 5.9 %；Average-I 欄位顯示 4 組(Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖為 1 組)的相對標準差為 4.3 % ~ 5.0 %；Average-II 欄位顯示另 4 組(單一 Capture Direction(Up 或 Down)與單一 Line Direction(Trace 或 Retrace)之 4 張 Section 影像圖為 1 組)之晶格長度的相對標準差為 4.5 % ~ 4.6 %。本研究以 1 組包含 Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖進行分析求得的相對標準差估算量測重複性，因此選取 Average-I 欄位中最大值 5.0 % 為 HOPG 晶格長度的量測重複性。

表 2-4 AFM 量測 HOPG 晶格長度的相對標準差

Capture Direction	Up		Down		Average-I ^{II}
Line Direction	Trace nm	Retrace nm	Trace nm	Retrace nm	
1	3.4 %	4.4 %	5.5 %	4.1 %	4.5 %
2	5.9 %	4.6 %	3.1 %	5.6 %	5.0 %
3	4.7 %	4.7 %	3.7 %	4.6 %	4.6 %
4	3.5 %	4.2 %	5.5 %	3.6 %	4.3 %
Average-II ^{III}	4.5 %	4.5 %	4.6 %	4.5 %	—

註 I. 每張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的相對標準差。

II. 在 Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的相對標準差。

III. 在單一 Capture Direction(Up 或 Down)與單一 Line Direction(Trace 或 Retrace)之 4 張 Section 影像圖的 HOPG 晶格長度的相對標準差。

上述分析的結果得知，只要用 1 組包含 Capture Direction 為 Up 與 Down，以及 Line Direction 為 Trace 與 Retrace 之 4 張 Section 影像圖進行分析，即可求得代表性之 HOPG 晶格長度的量測平均值與相對標準差。本研究對 4 組 Section 影像圖進行分析，求得之晶格長度的量測平均值為 0.264 nm ~ 0.265 nm (理論值為 0.246 nm)，與理論值間的相對誤差為 6.8 % ~ 7.2 %；相對標準差為 4.3 % ~ 5.0 %。為保守估計起見，以相對標準差估算量測重複性，並取最大值 5.0 % 作為 HOPG 晶格長度的量測重複性。

評估 AFM 在平面晶格長度量測的準確度。目前以量測的重複性為主要不確定度來源，重複性則以重複量測的標準差來估算。並將重複量測的平均值與理論值比較，可以得到二者的誤差值，此誤差值亦貢獻在不確定度的評估上。故 AFM 在平面晶格長度的量測不確定度值粗估為量測重複性與誤差值的和。

【技術創新】

在奈米尺寸標準追溯方面，目前國家度量衡實驗室(NML)藉由線距校正系統可提供最小 50 nm 之線距標準片校正能量，而先進國家之計量單位如德國 PTB 及日本 NMIJ，其量測技術成熟度已達 25 nm，如圖 2-10 所示。然目前半導體產業對於元件尺寸誤差要求越來越精密，

根據 2013 年國際半導體技術發展藍圖(International Technology Roadmap for Semiconductors, ITRS)[2-3]，閘極線寬粗糙度(Gate Line Width Roughness, LWR)要求在 1.61 nm 以下，其量測不確定度更要求在 0.32 nm，以現階段能量而言是無法滿足此發展需求。另外目前尚無商用線距標準片可達到如此微小尺寸。因此本研究藉由 STM 及 AFM 量測 HOPG 之自然晶格常數來建立次奈米級計量標準，以符合半導體產業之計量需求。

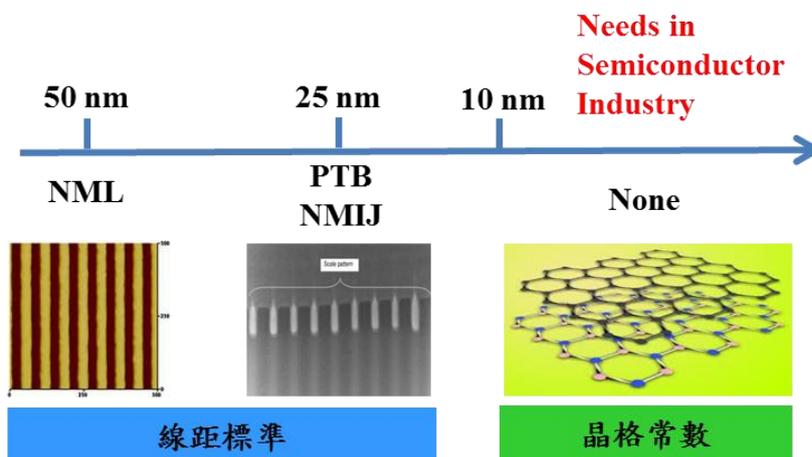


圖 2-10 量測尺寸標準發展現狀

【突破之瓶頸】

HOPG 晶格常數為 0.246 nm，因此要量測到如此微小之晶格常數除了環境及儀器本身量測雜訊要夠小外，另外需要額外之圖像處理技術方能得到高訊雜比圖像以利後續分析。本研究利用快速傅立葉轉換處理方法對圖像做後製處理，可有效將量測產生的高頻雜訊給濾除掉，得到高訊雜比圖像以利後訊晶格常數分析。此外在分析次奈米級結構尺寸時，影像漂移效應會造成圖像扭曲而失真。本計畫利用雙向掃描方法評估影像漂移量並做修正補償，再經後續統計方法分析可得到穩定之量測數據，其量測重複性可達 5 %。

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，共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 40 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 2014 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	奈米技術—奈米體(nano-objects)的術語與定義—奈米顆粒(nanoparticle)、奈米纖維(nanofibre)及奈米板(nanoplate)	2012 出版
TNS003-2013	奈米技術—詞彙—第三部分—碳奈米體	2013 出版
CNS 申請	TNS M017001:2012 (pending, 與 ISO 案調和)	CNS 審查會退回，建議增加分布規範，取消本案申請(ISO 有

		類似案)
IEC/TS 62844	「Guideline for quality and risk assessment for nano electrotechnical products」	8月進行DTS階段投票，11/28結束，91.7%同意通過DTS階段，需修正意見回覆。
IEC 62607-4-4	Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method	8月進行正式新工作提案投票，11/7結束，同意成案。
TNS004(TWA1)	奈米技術—核心(core)術語	第一版草案，配合ISO會議結果修正
TNS005(TWA2)	奈米技術-薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機	6月完成諮詢階段投票 (同意，技術性意見修正後，進行審批投票(final voting (12月))
TNS006(TWA2,3)	奈米技術—液態粒子尺度測定法—電子顯微鏡	草案轉寫中
TNS007(TWA4)	奈米技術 - 材料規格 - 規格化奈米體的準則	6月完成諮詢階段投票 (同意，技術性意見修正後，進行審批投票(final voting (12月))
TNS008(TWA2,3)	奈米電工產品質和風險評估準則	新工作提案
TNS009(TWA2)	奈米技術-溶液粒子之監控系統	新工作提案

FY103 第一次 TNSC 會議

台灣奈米標準技術諮議會 (Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 12 月 2 日在工研院台北產業學院舉行 103 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，會議主要結論：

1. 國家奈米計畫辦公室(NPNT)退場後 TNSC 之後續整體運作方式討論：持續運作。
2. 國家奈米計畫辦公室(NPNT)退場後 章程條文修訂討論：針對”組織與運作”、”召集人及副召集人”部分作了修正，並獲得會員決議通過。
3. 新增標準案討論、確認與核備：“奈米技術—溶液中粒子檢測方法, Nanotechnology – particles detection meathod in liquid phase”

案由：依”TNSC 標準制定程序”1.5.5”技術工作組工作中計畫應提交諮議會核備”條文辦理，各案附一頁簡介。

決議：無異議通過。

102 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 9 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：蘇宗榮 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
張宣武	行政院環境保護署永續發展室	研究員
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：

新工作提案討論 (ISO 規範中文化)

1. ISO/TS 80004-1 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1：Core terms。 (葉孟考教授

主導)

2. ISO/TS 80004-5 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 5 : Nano/bio interface
3. ISO/TS 80004-7 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 7 : Diagnostics and therapeutics for healthcare

後續作業：

- ISO/TS 80004-1 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1 : Core terms 由專家學者委員們討論後，修訂為第二版。
- ISO/TS 80004-5 Nanotechnologies—Vocabulary— Part 5 : Nano/bio interface(暫不徵求 Leader)。
- ISO/TS 80004-7 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 7 : Diagnostics and therapeutics for healthcare (暫不徵求 Leader)。
- ISO/TS 80004-5 & ISO/TS 80004-7 (徵求 Leader)，請林老師與楊老師先就已有之名詞做比對後，再視狀況徵求 Leader。
- 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。
- 秘書處已彙整已出版支名詞為 xls 檔，供後續計畫討論
- Nano-product 相關詞彙成立 Taskforce，由林鴻明 教授擔任 Leader。負責 Taskforce 之專家成員遴選進行討論。
- 第一次會議召開：103 年 11 月 25 日（星期二）下午 2:00 ~ 4:00

工作組聯合(網路)會議

會議內容探討： A. 主席致詞(略)

B. ISO TC229 JWG1 之進展資訊分享(林鴻明教授)

C. 討論議題

- 國家奈米計畫結束後，台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)後續運作模式之諮詢與討論。

國家奈米計畫結束後，民國 104 年 4 月台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)辦公室將撤出交通大學。不論因經費或計畫結案考量，均應持續運作並得以參與國際會議(如 ISO 組織之會議...等)能與其他國家共同討論。以免在奈米技術領域落後其他國家(如 中國、韓國...等)。

- 會議總結：
1. ISO TC 229 會議進展資料，詳見附件二。
 2. 關於台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)後續運作模式，暫無結論。留待 12/2 TNSC 會議中再討論。
 3. 會前交通大學 蔡春進教授建議：因為 ISO 在奈米 ESH 方面的標準／指引很多，若是在短時間我國沒有資源作驗證，是否直接對各部會有關的標準／指引作翻譯？再經委員會討論後納為國家標準，委員會可

協助作初期的挑選及最後的核定工作。(本建議轉交 TNSC 會議討論)

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	成功大學機械工程學系	教授
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	清華大學工學院化學工程學系	教授
傅尉恩	工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室	正研究員
姚斌誠	工業技術研究院量測技術發展中心	資深研究員
吳國龍	經濟部標準檢驗局	技正

(2) 第二工作組活動與進度：

第一次會議召開：103 年 10 月 29 日（星期三）下午 2 時 00 分~4 時 10 分假工研院光復院區 16 館 223 會議室(新竹市光復路二段 321 號)辦理

會議內容探討：

A. 主席致詞（略）

B. 新申請工作提案說明與審議--溶液中粒子線上監測方法（報告人:何信 佳博士）

C. 依 TNSC 審查意見修訂後之規範討論: 奈米技術-薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機(報告人:吳忠霖博士)

會議總結：

1. 請何信佳博士組成制訂小組，針對「溶液中粒子線上監測方法」進行草擬工作

2.感謝吳忠霖博士與委員們針對奈米壓痕規範草案提供卓見，請依委員們意見修訂後轉送 TNSC 投票表決。

第二次會議召開：103 年 11 月 25 日（星期二）下午 2:00 ~ 4:00

工作組聯合(網路)會議

會議內容探討：

A. 主席致詞(略)

B. ISO TC229 JWG2 之進展資訊分享(何信佳博士)

C. 討論議題: 國家奈米計畫結束後，台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)後續運作模式之諮詢與討論。

會議總結：同 TWA1

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
林三貴	勞動及職業安全衛生研究所	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
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	副組長

(2)第三工作組活動與進度：

第一次會議召開：103 年 11 月 25 日（星期二）下午 2:00 ~ 4:00

工作組聯合(網路)會議

會議內容探討：

A. 主席致詞(略)

B. ISO TC229 JWG3 之進展資訊分享

C. 討論議題: 國家奈米計畫結束後，台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)後續運作模式之諮詢與討論。

會議總結：同 TWA1。

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 10 位(不含秘書)，來自研究單位代表比例占 40%、學界單位代表比例占 30%及產業界代表比例占 30%。

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	國立台灣大學物理系	教授
李紫原	清華大學材料科學工程學系	教授
陳哲陽	工研院材化所	組長
林麗娟	工研院材化所	研究主任
周德綱	台灣永光化學公司	副總經理
程肇模	長興化學工業公司	協理
張文松	台塑公司電石部	副總經理
林清富	台灣大學電機工程學系	教授
吳國龍	經濟部標準檢驗局	技正

(2) 第四工作組活動與進度：

- 本組草擬之技術規範「奈米技術—粉末狀的奈米顆粒規格：特性和測量方法 Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form -- Characteristics and measurements」已於 103 年 10 月 19 日依 TNSC 審查意見修訂後轉送 TNSC 投票表決。
- 第一次會議召開：103 年 11 月 25 日（星期二）下午 2:00 ~ 4:00

工作組聯合(網路)會議

會議內容探討： A. 主席致詞(略)

B. ISO TC229 JWG4 之進展資訊分享(姚斌誠博士代)

C. 討論議題: 國家奈米計畫結束後，台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)後續運作模式之諮詢與討論。

會議總結： 同 TWA1。

(二)規劃向 ISO 或 IEC 或 VAMAS 提案項目。

目前已有兩項 IEC TC 113 WG3 標準計畫，第一項為 ANF(台灣)主導的編號為 IEC/TS 62844 ” Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products” 之標準，此標準案已進入技術規範草案階段(DTS)，九月收到各國意見回覆文件，共有三個 P 會員 40 個意見回覆，在會議前已舉行了多次專家網路會議，討論意見回覆及草案修改，會議前只剩一項流程圖部分未達共識，因此在 WG3 會議中，大多贊成修正後草案，並決議在流程圖部分修正後，草案進行 TS 最後階段意見徵詢與投票(DTS)，8 月可完成草案送交秘書處進行 DTS 投票，預計年底(11/28)投票同意，如無重大技術意見，2015 應可出版。

第二項標準計畫為，62607-4-4: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method，有關 STOBA 鋰電池標準，主要是針對 Li-Ion battery 短路燃燒潛在危險之品質檢測法，這個提案在上次經過幾個月與 IEC TC 21A 的折衝，在更改 scope 及內容更改為不含 Li-ion battery 幾個字且註明此案不適用於安規後(以 performance or quality 取代)，獲得 TC 21A 同意與其 scope 不衝突，達共識後，IEC TC 113 同意成案，進入第 0 階段(PWI, potential working item)，不過日本之代表仍有疑慮此案是變成正式的安規檢測項目，會影響日本鋰電池產業，未支持本案進入正式提案階段，因此會前議前多次專家網路會議討論，最後達到共識為，在 scope 後加註不能以此標準案直接用於安規，我方考量此案以 performance 測量為主，直接用於安規可能性也不高(需要修改很多，實驗數據可能也不足)，因此同意此項要求，因此在 WG3 會議討論中，日本沒有繼續反對，WG3 並同意此案可進行下一階段新工作提案(NWIP)，8 月 submit NWIP form 至秘書處，11/07 完成投票，正式同意成為新工作提案。

(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、ANF 國際奈米標準會議共 9 人次，參與約 40 項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。同時 ISO TC 229 並派任 ANF 代表為 ISO TC35/SC9(風力發電扇葉鍍膜 TC)內部聯盟代表，台灣專家可常態參加之 ISO TC35/SC9 會議。

ISO TC 229

目前加入這個TC的會員國有35個，觀察會員國有13個，內部聯盟有36個(如IEC TC113, CEN TC352, REMCO及ISO 其它TCs)，外部聯盟有11個(ANEC, BIPM, ANF, OECD, VAMAS, ECOS, ETUI, EC-JRC, IRMM, IUPAC, NIA)，共有4個工作組，共有標準草案文件約 60份，已出版標準文件: 41份。

ISO TC229與IEC TC 113聯合工作組1(JWG1) 目前約有標準案20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13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20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21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。WG3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9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及應用於不同領域之材料規範，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10個(如ISO TC229及IEC 其它TCs)，外部聯盟有3個(ANF, IEEE, SEMI)，共有8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: 11份，正在發展中標準草案文件約 27份

IEC TC 113工作組目前約有標準案38案，今年11月會議後最大之變革是WG3的重新配置，原先主要的標準都在WG3發展，去年多了WG7，但討論基本上都在一起，這次會議後WG3作了重大之調整，多了WG8、WG9、WG10、WG11，

Session 1: "WG 3 Performance Assessment" Session 2: "WG 7 Reliability" Session 3: "Nanomaterials" Session 4: "Graphene and related materials" Session 5: "Luminescent Nanomaterials" Session 6: "Nano-enabled photovoltaics" Session 7: "Organic and Large Area Electronics" Session 8: "Carbon Nanotube Materials" Session 9: "Nano-enabled Electrical Energy Storage" Session 10: "Vocabulary"		IEC TC 113 Nanotechnology standardization for electrical and electronic products and systems Chair: Keith Blakely Sec.: Norbert Fabricius Ass. Sec.: Werner Bergholz, Gerd Weking Documentation: Mike Leibowitz	AG 4 Chairman Advisory Group Convenor: Keith Blakely Secretary: Norbert Fabricius
JWG 1 S10 Convenor: Haridoss Sama (CA)	JWG 2 Convenor: (JP)	WG 3 Performance Assessment S1+S3 Convenor: Jiro Yoshida Secretary: Werner Bergholz	WG 7 Reliability S2 Convenor: Hiro Akinaga (JP) Convenor: Won-Kyu Park (KR) Secretary: Norbert Fabricius
WG 8 Graphene Related Materials Carbon Nanotube Materials S4 + S8 Convenors: Yuji Awano (JP) Ji-Beon Yoo (KR) Secretary: Norbert Fabricius	WG 9 Nano-enabled Photovoltaics Thin-film Organic/nano Electronics Nanoscale contacts/interconnects S6+S7 Convenor: Shinji Aramaki (JP) Secretary: Werner Bergholz	WG 10 Luminescent nanomaterials S5 Convenor: Wang Yiqun* (CN) NN (US) Secretary: Werner Bergholz	WG 11 Nano-enabled Energy Storage S9 Convenor: Gerd Weking (DE) NN (JP) Secretary: Gerd Weking

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: 3份(國內產業標準)，正在發展中標準草案文件約6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3個(4個制定中)、CNS光觸媒標準 11個、奈米標章產品規範52個。

表3-1: ISO TC 229 聯合作組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)	Amendment publish 2015
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

計畫	名稱	狀態
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	Published
PG09	TS 80004-7 - Vocabulary - Part 7- Diagnostics and therapeutics for healthcare	Published
PG10	TS 80004-8 - Vocabulary - Part 8 - Nanomanufacturing processes	Published
PG11	TR 14786 - Framework for nomenclature models for nano-objects	Published
PG12	TR 17302 - Framework for Identifying Vocabulary Development for Nanotechnology Applications in Human Healthcare	Published soon
PG13	TS 18110 - Nanotechnologies - Vocabularies for Science, Technology and Innovation Indicators	Under development
PG14	TR 18401 - Vocabulary- Part 10: photonics components and system	Under development
PG15	TS 80004-9 - Nanotechnologies - Vocabulary - Part 9: Nanoenabled Electrotechnical products and systems	Under development
PG16	TS 80004-10 - Nanotechnologies - Vocabulary - Part 10: Nanoenabled photonic components and systems	Under development
PG17	TS 80004-11 - Nanotechnologies - Vocabulary - Part 11: Nanolayer, nanocoating, nanofilm and related terms	Under development
PG18	TS 80004-12 - Nanotechnologies - Vocabulary - Part 12: Quantum phenomena in nanotechnology	Under development
NWIP	Nanotechnologies — Vocabulary — Part 14: Cellulose nanomaterials	NWIP expected (US)

計畫	名稱	狀態
NWIP	Vocabulary – Graphene and other 2-D materials	drafting (UK)
NWIP	Vocabulary – Carbon nano-objects	accepted as is (confirmed)

表3-2: 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)	Published
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

計畫	名稱	狀態
PG09	TS 11888 Determination of mesoscopic shape factors of multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs)	Published
PG10	TS 12025 Nanomaterials -- Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols	Published
PG11	TS 62622 Artificial gratings used in nanotechnology -- Description and measurement of dimensional quality parameters	Published
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	Published
PG14	TS 17466 Use of UV-Vis Absorption spectroscopy in the Characterization of Cadmium chalcogenide Semiconductor nanoparticles(Quantum Dots)	Under development
PG15	TR 18196 Nanotechnologies - Measurement method matrix for nano-objects	Under development
PG16	TS19590 Detection and sizing of nanoparticles in aqueous media via single particle ICP-MS	Under development
PG17	TR19716 Characterization of cellulose nanocrystals – Particle morphology, purity and surface properties	Under development
PG18	TR19733 Matrix of characterization and measurement methods for graphene	Under development
PWI	PWI19805 On-line/Off-line techniques for characterizing size distribution of airborne nanoparticle populations	Under development
PWI	PWI19749 Determination of size and size distribution of nano-objects by scanning electron microscopy	Under development

表3-3: 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 ameocyte 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	Published
PG08	TS 12901-2 Nanotechnologies - Occupational risk management applied to engineered nanomaterials -- Part 2: Use of the control banding approach	Published
PG09	TR 13329 Nanomaterials -- Preparation of Material Safety Data Sheet (MSDS)	Published
PG10	TS 14101 Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method	Published
PG11	TR 16197 Nanotechnologies - Guidance on toxicological screening methods for manufactured nanomaterials	Published
PG12	TR 16196 Nanotechnologies - Guidance on sample preparation methods and dosimetry considerations for manufactured nanomaterials	Under development
PG13	TS 16550 Nanoparticles - Determination of muramic acid as a biomarker for silver nanoparticles activity	Published

計畫	名稱	狀態
PG14	CEN ISO/TS 13830 Guidance on the labeling of manufactured nano-objects and products containing manufactured nano-objects	Published
PG15	TS 18637 General framework for the development of occupational exposure limits for nanoobjects and their aggregates	Under development
PG16	TS 18827 Nanotechnologies - Comparing the toxic mechanism of synthesized zinc oxide nanomaterials by physicochemical characterization and reactive oxygen species properties	Under development
PG17	ISO 19007 Effects of nanoparticles on cell viability	Under development
PG18	ISO 19006 Effects of nanoparticles on cell oxidative stress	Under development
PG19	TR 19057 The use and suitability of In Vitro Tests and Methodologies to assess Nanomaterial Biodurability	Under development
PG20	(TS) Characterization of nanosuspensions to verify nano-object induced toxicity assessed in vitro (TS), Dr. Hitoshi Iwahashi	Under development
PG21	Aerosol generation for NOAA (nano-objects and their aggregates and agglomerates) air exposure studies, Dr. Il Je Yu	Under development

表3-4 ISO TC 229 聯合工作組4(WG4)標準案

計畫	名稱	狀態
PG1	TS 11931 Nanotechnologies -- Nano-calcium carbonate : Characteristics and measurement methods	Published
PG2	TS 11937 Nanotechnologies -- Nano-titanium dioxide : Characteristics and measurement methods	Published
PG3	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	TS 17200 Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form -- Characteristics and measurements	Published
PWI 19807	Magnetic nanosuspension	NWIP Ballot
PWI 19808	CNT dispersion	Comments to be completed
New work item	Silver nanoparticle for antibacterial application	Korea will seek NWIP Ballot
New work item	Nanomaterials for drug delivery or bioimaging	Need more inf.
New	Nanoclays for improving barrier property in packaging	Need more

計畫	名稱	狀態
work item		information

表3-5: IEC TC 113工作組3(WG3)標準案

計畫	名稱	狀態
1	IEC/TS 62607-3-2 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 3-2: Luminescent nanoparticles - Determination of mass of quantum dot dispersion	1CD
2	IEC/TS 62607-5-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 5-1: Thin-film organic/nano electronic devices - Carrier transport measurements	1CD
3	IEC/TS 62844 Ed. 1.0 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products	DTS
4	IEC/TS 80004-10 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 10: Nano-enabled photonic products and systems	PWI
5	IEC/TS 80004-9 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 9: Nano-enabled electrotechnical products and systems	PWI
6	ISO/TS 80004-2 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 2: Nano-objects - Nanoparticle, nanofibre and nanoplate	1CD
7	IEC/IEEE 62659 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Large scale manufacturing for nanoelectronics	2CD
8	IEC 62607-3-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 3-1: Luminescent nanoparticles - Quantum efficiency	ADIS

計畫	名稱	狀態
9	IEC/TS 62607-4-1 Ed. 2.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-1 Nano-enabled electrical energy storage - Electrochemical characterisation of nanomaterials, 2-electrode cell method	AMW
10	IEC 62565-3-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 3-1: Graphene - Blank detail specification	ANW
11	IEC/TS 62565-4-2 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 4-2: Luminescent nanomaterials - Detail specification for general lighting and display applications	ANW
12	IEC/TS 62607-4-2 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-2: Nano-enabled energy storage - Physical characterization of nanomaterials, density measurement	ANW
13	IEC/TS 62607-4-3 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-3: Nano-enabled energy storage - Contact and coating resistivity measurements for nanomaterials	ANW
14	IEC/TS 62876-2-1 Ed. 1.0 Nanotechnology - Reliability assessment - Part 2.1: Nano-enabled photovoltaic - Stability test	ANW
15	IEC/TS 62607-4-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-1: Nano-enabled energy storage - Electrochemical characterisation, 2-electrode cell method	APUB
16	ISO/TS 80004-8 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 8: Nanomanufacturing processes	APUB
17	ISO/TS 80004-6 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 6: Nano-object characterisation	CDTS
18	PNW/TS 113-159 Ed. 1.0 ISO/TS 80004-11: Nanotechnologies - Vocabulary - Part 11: Nanolayer, nanocoating, nanofilm, and related terms	PNW

計畫	名稱	狀態
19	PNW/TS 113-172 Ed. 1.0 ISO/TS 80004-12: Nanotechnologies - Vocabulary - Part 12: Quantum phenomena in nanotechnology	PNW
20	PWI 113-75 Ed. 1.0 IEC 62607-6-1: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-1: Graphene - Electrical characterization	PWI
21	PWI 113-76 Ed. 1.0 IEC 62607-6-2: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-2: Graphene - Evaluation of the number of layers of graphene	PWI
22	PWI 113-77 Ed. 1.0 IEC 62607-6-3: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-3: Graphene - Evaluation of the defect level in the graphene layer	PWI
23	PWI 113-78 Ed. 1.0 IEC 62607-7-1: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 7-1: Nano-enabled photovoltaics measurement of the electrical performance and spectral response of tandem cells	PWI
24	IEC 62607-4-4: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, nail penetration method	ANW
25	PWI 113-80 Ed. 1.0 IEC 62565-5-2: Nanomanufacturing - Material specifications - Part 5-2: Silver nanomaterials - Detail specification for nano-ink	PWI
26	PWI 62607-2-2 Ed. 1.0 PWI on IEC/TS 62607-2-2: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 2-2: Carbon nanotube materials - Electro-magnetic compatibility	PWI
27	PWI/TR 113-81 Ed. 1.0 Technical Report on graphene material properties and measurement methods	PWI
28	PWI/TR 62565-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Material specifications, Part 1 - Basic concept	PWI

1CD: 1st committee draft,
ANW: approved new work,
PNW: proposed new work

ADIS: approved for final draft international standard circulation
APUB: draft approved for publication
CDTS: circulated draft technical specification
PWI: potential new work item

【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末，奈米技術於各產業領域以應用為主，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，持續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，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，並已在 IEC TC 113 提兩個標準案，同時 ISO TC 229 並派任 ANF 代表為 ISO TC35/SC9(風力發電扇葉鍍膜 TC)內部聯盟代表，又擴展台灣專家可參加之 ISO TC。

四、成果與推廣

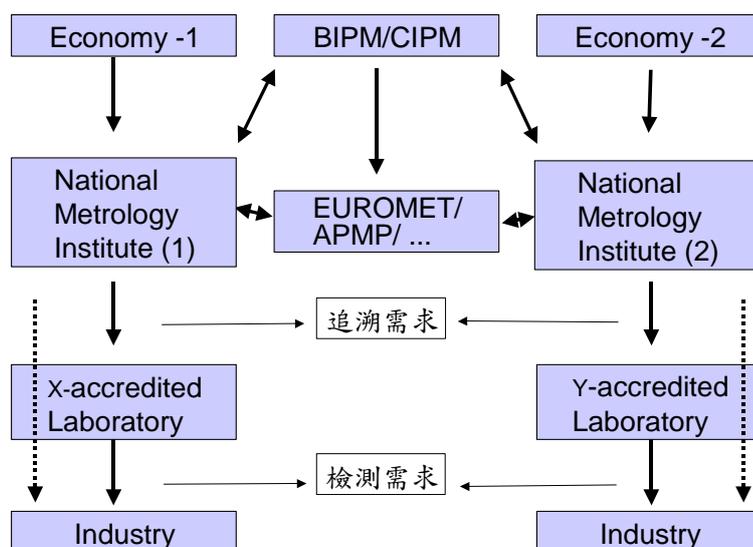
1.年度量化成果

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	1【2】件	1【0】件	0【0】件	2【2】件
	獲得	-【0】件	-【3】件	-【0】件	-【3】件
論文	國內	5【5】篇	3【4】篇	1【0】篇	9【9】篇
	國外	3【7】篇 (內含1篇SCI)	1【2】篇	0【0】篇	4【9】篇 (內含1篇SCI)
研究報告	技術(含訓練)	4【11】篇	3【2】篇	2【3】篇	9【16】篇
學術成就	辦理學術活動	辦理研討會 2【2】場			
技術創新	技術移轉	技轉 2 件 200 千元(簽約金額)【泰仕、台大慶齡、高通、東海大學共 4 件,簽約金額共 710 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【365】件,金額達 4,020 千元(由 NML 計畫統一繳交國庫)。			

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 泰仕－氣體式粉體粒子分散技術授權應用 (授權金 150 千元)
- 1-2 台大慶齡－材料樣品量測分析技術運用於材料分析技術授權(授權金 200 千元)
- 1-3 高通－奈米壓痕機械性質技術運用於材料分析(授權金 250 千元)
- 1-4 東海大學－微奈米機械性質量測蜘蛛絲技術授權運用(授權金 110 千元)

(2) 舉辦技術研討會/參展

- 2-1 6月16日假工研院光復院區17館國際會議廳，舉辦「2014奈米粒徑量測國際研討會」，本研討會邀請NIST(美國)、NMIA(澳洲)、NMIJ(日本)、NIM(大陸)與NML(中華民國)共5國家實驗室專家學者與會討論奈米量測技術、國際比對與生物安全性等議題。共計有51家廠商，114人次參加。
- 2-2 10月20日於中部科學工業園區管理局工商服務大樓舉辦「奈米量測技術與標準研討會」，研討會中介紹氣膠粒徑與數量濃度的量測標準與技術、掃描式電子顯微鏡的原理與量測上需注意的重點，以及以BET法量測粉體比面積的原理與技術；X射線反射儀與原子力顯微鏡於奈米薄膜特性量測方法及原理；薄膜材料機械性質及奈牛頓級力與質量量測的技術。共有16家廠商；27人次參加。
- 2-3 10月2-4日參與2014台灣奈米科技展，展出奈米粒徑量測標準、奈米薄膜計量標準及奈米量測標準。

(3) 協助 TFDA 檢測實驗室能力提升：

A.目的：邀請國內奈米相關測試實驗室，如國衛院、成大、中興與清大等，針對奈米化妝品與奈米食品等，進行量測比對活動。此結果將作為未來主管機關制訂奈米產品測試規範參考，為民生衛生與安全做把關。

B.工作項目：辦理防曬乳中二氧化鈦及食品奈米鈣之實驗室檢測能力比對。

C.比對內容：

市售品名	檢測標的物	儀器方法	參與家次	參加單位名稱
防曬乳	二氧化鈦	TEM	4	中興大學、成大、清大、儀科、國衛院、量測中心、TFDA
NIST 二氧化鈦標準品		XRD	4	
奈米鈣食品添加物	碳酸鈣	TEM	5	
		SEM	4	
		DLS	5	

本次比對邀請了台灣專業實驗室參與，各個參與實驗室皆遵照本次比對規範書所建議的程序，進行量測與分析。以 2 倍標準差評定，各實驗室的結果皆符合一致性趨勢。實驗室間的結果(平均值 \pm 2 倍標準差)與相對標準差 RSD(1 倍實驗室間標準差/實驗室間平均值)等，整理於表 21。不同儀器的量測結果與趨勢也符合預先的預期。樣品 C3 的部份，TEM 與 SEM 結果較為接近，DLS 的結果則大許多，主要是其量測水相的樣品，加上大部分為團聚的粒子，而 EM 則是分析單一粒子的大小(Primary particle size)。另外，EM 的量測，除了邊界的判定，由於選擇的粒子數量、畫面數以及人為判定等，都可能影響最終結果以及造成變異。但整體來說，這些變異相對於產品的粒子分佈範圍來說，應是可以接受的區間。

比對樣品	儀器	Type	Lab results (nm)	RSD (%)
T1	TEM/EDS	Feret mean	16.8 \pm 3.4	9.9 %
	XRD	Crystallite Rutile (110)	7.9 \pm 2.0	12.5 %
T2	TEM/EDS	Feret mean	23.3 \pm 2.6	5.8 %
	XRD	Crystallite Anatase (101)	21.7 \pm 4.0	9.3 %
C3	TEM/EDS	Feret mean	66.7 \pm 18.2	13.6 %
	SEM/EDS	Feret mean	71.0 \pm 1.2	0.9 %
	DLS	Hydro diameter	167.8 \pm 13.2	3.9 %

(4) 協助半導體廠進行線上粒徑與濃度監測技術：

A. 解決問題：

半導體製程中會使用許多道的濕製程，必須線上監控所用溶液的變化，以達到管控制程良率的目的，計畫協助業者建立液相粒子計數技術整合與開發粒子量測模組，包括自動取樣器、線上監控自動化、量測資料庫建立、液相感測器、控制器等開發與整合技術，建置可量測與監控半導體廠常用的製程溶液中的奈米粒子，協助解決半導體業 10 - 50 nm 製程用溶液監控問題。

B. 工作內容：

(a) 建構自動取樣系統，進行半導體線上溶液之自動取樣遂行監測之目的，其工作包含 1. 自動取樣模組之選用，2. 稀釋及混合模組設計及製造，自動取樣之樣本與稀釋液之均勻混和比從 1/500 到 1/10000。3. 清洗機構，4. 整合自動取樣系統及溶液微粒監控系統等四個部分。

(b) 在建構監測系統方面以發展之氣膠量測技術為基礎，發展為線上監測系統。包含霧化器(Atomizer)之優化、電微分移動度析儀(Differential Mobility Analysis, DMA)、凝核計數器(Condensation particles counter, CPC)之參數訂定，及其他模組材料之更換及選定，以符合半導體化學溶液之測試。

(c) 設計量測信賴度驗證方法並發展符合監測系統校正查核用之標準溶液。以粒徑 50 nm、100 nm、200 nm、300 nm 等四種標準粒子混合進行不同濃度的測試，作為監測系統粒徑分布及濃度信賴度驗證之方法。

(5) 計畫迄今新擴建的 11 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)、掃瞄式電子顯微量測系統(D28)、線距校正系統(D19)，FY103 共提供 365 件的服務、收入 4,020 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)	送校件名稱：多邊規、分度盤 工業技術研究院量測技術發展中心、名家股份有限公司、三陽工業股份有限公司、四〇一生產責任中心、榮田精機股份有限公司、森泰儀器有限公司、三聯科技股份有限公司
角度校正系統-小角度校正系統(D08)	送校件名稱：電子水平儀 國立勤益科技大學、科冶新技股份有限公司、台鈴工業股份有限公司、台灣山葉機車工業股份有限公司、量測科技股份有限公司、原形精密儀器股份有

系統名	服務廠商名/樣品名
	限公司、財團法人台灣電子檢驗中心、德律科技股份有限公司、台灣檢驗科技股份有限公司、維竑有限公司、順德工業股份有限公司、工業技術研究院機械與系統研究所、工業技術研究院量測技術發展中心智慧計量系統實驗室
階高校正系統(D21)	<p><u>送校件名稱：階高標準片</u></p> <p>上海和輝光电有限公司、上海儀電顯示材料有限公司、大地光纖股份有限公司、工業技術研究院材料與化工研究所、工業技術研究院量測技術發展中心標準組校正與量測標準實驗室、工業技術研究院電子與光電研究所、工業技術研究院影像顯示科技中心、工業技術研究院機械與系統研究所、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中壢分公司、台積固態照明股份有限公司、台灣永光化學工業股份有限公司、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、台灣顯示器股份有限公司、光韻科技股份有限公司、合肥鑫晟光电科技有限公司、同欣電子工業股份有限公司、旭硝子顯示玻璃股份有限公司、江蘇匯成光电有限公司、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、奇美實業股份有限公司、旺宏電子股份有限公司、旺矽科技股份有限公司、明興光電股份有限公司、欣興電子股份有限公司、矽品精密工業股份有限公司 工程中心-製程技術處量測工程課 CAL 執行組、采鈺科技股份有限公司、南亞電路板股份有限公司、南京中電熊貓平板顯示科技有限公司、威華微機電股份有限公司、重慶京東方光電科技有限公司、凌巨科技股份有限公司、索爾思光電股份有限公司、財團法人國家實驗研究院國家奈米元件實驗室、高平磊晶科技股份有限公司、乾坤科技股份有限公司、深圳市華星光電技術有限公司、逢源科技股份有限公司、敦南科技股份有限公司新竹分公司、景碩科技股份有限公司、晶元光電股份有限公司、晶元光電股份有限公司（南</p>

系統名	服務廠商名/樣品名
	科廠 S1) 、華亞科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、華星光電技術有限公司、新世紀光電股份有限公司、群創光電股份有限公司、達鴻先進科技股份有限公司中科分公司、鉅晶電子股份有限公司、碩邦科技股份有限公司、璟茂科技股份有限公司、臻圓光電股份有限公司、聯亞光電工業股份有限公司、聯華電子股份有限公司、聯華電子股份有限公司 8E 廠、聯華電子股份有限公司 8E 廠、瀚宇彩晶股份有限公司、瀚宇彩晶股份有限公司台南科學園區分公司、穩銀科技股份有限公司
奈米薄膜量測系統 (D22)	<u>送校件名稱：二氧化矽薄膜片</u> 碩邦科技股份有限公司、恆顛科技股份有限公司、台灣美光記憶體股份有限公司、鉅晶電子股份有限公司、晶元光電股份有限公司、鼎元光電科技股份有限公司竹南分公司、晶元光電股份有限公司(南科廠 S1) 、群創光電股份有限公司、益通光能科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、聯景光電股份有限公司、中華映管股份有限公司、台灣通用器材股份有限公司、台灣嘉碩科技股份有限公司、聯華電子股份有限公司、新唐科技股份有限公司、台灣積體電路製造股份有限公司、力晶科技股份有限公司、穩懋半導體股份有限公司、日月光半導體製造股份有限公司中壢分公司、台灣茂矽電子股份有限公司、正達國際光電股份有限公司、瀚宇彩晶股份有限公司台南科學園區分公司、新世紀光電股份有限公司、元晶太陽能科技股份有限公司、采鈺科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、凌巨科技股份有限公司、勝普電子股份有限公司、英穩達科技股份有限公司、聯景光電股份有限公司、里華科技股份有限公司、茂迪股份有限公司 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院量測技術發展中心校正與量測標準室、工業技術研究院 綠能與環境研究所
奈米壓痕量測系統(N10)	<u>送校件名稱：奈米壓痕試片</u> 工業技術研究院量測技術發展中心 標法組奈米與

系統名	服務廠商名/樣品名
	力學研究室、國立中興大學
力量比較校正系統(四)(N11)	<u>送校件名稱：微奈米機械性質試片</u> 私立東海大學、工業技術研究院量測技術發展中心
奈米粒徑量測系統(D26)	<u>送校件名稱：聚苯乙烯球</u> 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院量測技術發展中心 智慧計量系統實驗室、泰仕電子工業股份有限公司、尚偉股份有限公司、國立成功大學、國立清華大學
微流量量測系統(F11)	<u>送校件名稱：光電開關式流量計、熱質式流量計</u> 中榮電瓷工業股份有限公司、高雄榮民總醫院、巨研科技股份有限公司、台耀化學股份有限公司
晶圓表面奈米微粒粒徑校正系統(D27)	<u>送校件名稱：表面奈米微粒粒徑</u> 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室
掃描式電子顯微量測系統(D28)	<u>送校件名稱：標準粒子</u> 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院材料與化工研究所
線距校正系統(D19)	<u>送校件名稱：線距標準片</u> 國立成功大學、汎銓科技股份有限公司、新唐科技股份有限公司、旺宏電子股份有限公司、台灣茂矽電子股份有限公司、量測科技股份有限公司、工業技術研究院量測技術發展中心、工業技術研究院材料與化工研究所

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

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，FY102 年完成奈米氧化鋅標準粒子研發。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。FY103 年增加二氧化鈦標準粒子研發，使奈米粒子參考物質更完整。此外，本奈米團隊更依據多年量測之結果與經驗，歸納出一套建立奈米粒子參考物質的方法，提供各學、業界作為研究奈米粒子之依據。因此，本計畫最後一年除了整理參考物質量測方法，建立奈米粒子參考物質之量測之外，也提供數種奈米粒子參考物質(如下表)給予學、業界研究之參考，解決各單位量測差異。而未來若本計畫能延續下去，奈米粒子參考物質將會經過更長時間的量測及分析，使得在未來的用途或應用上更為廣泛，可靠度更高，以獲得更多的效益並且達成奈米粒子參考物質之完整性。

表 1-1-6

RM	No.	Particle size / Size distribution	Composition
polystyrene sphere 100 nm	CMS-PS-100	EAB 109 nm, CV = 4.9 %	(C8H8)n : 1%
polystyrene sphere 200 nm	CMS-PS-200	EAB 181 nm, CV = 1.6 %	(C8H8)n : 1%
polystyrene sphere 250 nm	CMS-PS-250	EAB 237 nm, CV = 2.4 %	(C8H8)n : 1%
polystyrene sphere 300 nm	CMS-PS-300	EAB 285 nm, CV = 1.8 %	(C8H8)n : 1%
polystyrene sphere 450 nm	CMS-PS-450	EAB 457 nm, CV = 2.6 %	(C8H8)n : 1%

RM	No.	Particle size / Size distribution	Composition
polystyrene sphere 500 nm	CMS-PS-500	EAB 532 nm, CV = 2.3 %	(C ₈ H ₈) _n : 1%
Silver nanoparticle 20 nm	CMS_S20C	AFM 19.1 nm, exp. uncertainty 4.4 nm SEM : 22.6 nm, exp. uncertainty 2.7 nm DLS : 21.8 nm, exp. uncertainty 3.4 nm CV = 2.1 %	atomic absorption spectrometry Ag 9.60 µg/ml
Silver nanoparticle 60 nm	CMS_S60C	DLS : 63.7 nm CV = 1.4 % SEM : 60.9 nm	atomic absorption spectrometry Ag 6.82 µg/ml
Silver nanoparticle 70 nm	CMS_S70C	DLS : 70.7 nm CV = 1.4 % SEM 71.4 nm	atomic absorption spectrometry Ag 13.06 µg/ml
Gold nanoparticle 10 nm	Gold colloid	AFM 8.8 nm, exp. uncertainty 4.4 nm SEM : 10.2 nm, exp. uncertainty 1.5 nm DLS : 10.4 nm, exp. uncertainty 3.4 nm	Au 57.6 µg/ml Au ₂ Cl ₆ 0.01 % *
Titanium oxide	TiO ₂ -TC-30	DMA 31.1 nm CV = 8.1 %	TiO ₂ : 1 mg/ml
Zinc oxide	ZnO-CS-40	SEM 43.3 nm CV = 12.5% DMA 39.5 nm CV = 14.6 %	ZnO :0.2 mg/ml

(二) 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立

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。同時因應 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 等建置需求之量測能力。因此國家度量衡標準實驗室在奈米粒子計量標準研究中，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。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。本計畫已 FY101 擴展 DMA 量測技術，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。FY103 更進一步依照 ISO 標準完成比表面積系統的建置與對外服務。藉由計畫的執行，國家實驗室已經建立了八大參數中幾個重要的量測參數所需要的系統與儀器，將可滿足國內產業與安全衛生等議題量測與校正需求。

(三)奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

近年來由於奈米粒子被廣泛應用於各種民生用品上，奈米粒子的物化特性鑑定及生物及環境安全性也逐漸受到重視。根據 ISO/TR 13014:2012 指出，要進行奈米的毒理測試前，需要確認的八個奈米的物理-化學特性，以及奈米材料之物質安全資料表 (Material Safety Data Sheets, MSDS)描述的物理與化學性質中，Zeta 表面電位是其中之一的重要參數。電位除了為奈米懸浮溶液之分散穩定性指標外，薄膜表面電位也影響物質的穿透性及吸附能力，同時也為開發半導體業常用的化學機械研磨液配方過程中重要的調整依據。在新版化學物質管理法及職業安全衛生法公告並施行後，Zeta 電位更成為奈米物質登錄時必要之物化資料之一，建立國家標準實驗室之 Zeta 電位量測技術以提供準確並具有追溯性之量測數據實為時勢所趨。於今年完成校正程序及不確定度評估，並利用聚苯乙烯標準粒子監控系統穩定性。提供粒徑大於 20 nm 聚苯乙烯標準粒子之 Zeta 電位校正服務，校正範圍自 -75 mV 至 75 mV，於 95%信賴水準下，擴充不確定度為 2.7 mV。

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

半導體業對 CD 檢測需求，可由每年超過百件以上的校正總數，得到證實。隨著奈米檢測技術的開展，原有的檢測需求包括線距、階高及膜厚等等，已未能滿足製程需求。在半導體與 LED 製程中對於表面粗糙度要求都已達 1 nm 等級，如 LED 磊晶用藍寶石基板，可實現了極低的洩漏電流和很高的擊穿電壓，或鑽石薄膜的表面粗糙度太大，則沉積於鑽石薄膜之上的壓電薄膜會有更大的表面粗糙度，影響表面聲波的傳遞，進而影響濾波效果，其要求的平均表面粗糙度(Average Roughness, R_a)為 0.3~10 nm 等級。另外在次 100 奈米的半導體傳輸線的外形 (Shape) 對電的傳輸效影響，線寬愈小影響更是顯著，因而半導體結構關鍵外形 (Critical Shape) 越來越重要，尤其

對於 45 奈米以下，又增加有 SWA、LER、LWR 等關鍵外形參數，例如 LWR 於 2015 年要求在 1.34 nm 以下，其量測不確定度更要求在 0.27 nm 對 CD 檢測能力，上述接說明建立次奈米及量測標準已經是刻不容緩。因此在 102 年建立次奈米級矽晶格階高 (0.312 nm) 量測技術後，於今年執行平面晶格常數量測先期研究，成功在大氣環境底下掃描到 HOPG 微小晶格常數 (0.246 nm) 影像，經影像處理、漂移修正及統計方法評估後其量測重複性可至 5 %。上述成果皆證明材料之晶格常數確實可做為次奈米級尺寸量測之追溯標準。

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，帶動奈米產品的快速發展，制定奈米產品檢驗規範，促進優良奈米產品在台灣市場的流通非常重要，近年隨著世界各國對奈米產品開始有不同的安全要求，不可避免地，必須在國際標準組織裡制定共識的標準，才能促進奈米產品在世界市場的流通。台灣專家透過參與國際標準組織 ISO TC 229、IEC TC 113 及 VAMAS，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應用開發、社會上公眾的接受度及市場擴散等各面向之效益。

附 件

附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單	111
附件二、新台幣壹百萬以上儀器設備清單	111
附件三、國外出差人員一覽表	112
附件四、專利成果統計一覽表	114
附件五、論文一覽表	115
附件六、研究報告一覽表	119
附件七、研討會一覽表	121
附件八、研究成果統計表	122
附件九、中英文對照表	123
附件十、參考文獻索引	125
附件十一、期末審查意見回覆	127

附件一、新台幣參百萬元以上儀器設備清單

機關（學校）名稱：經濟部標準檢驗局

單位：新台幣元

編號	儀器名稱 (英文名稱)	使用單位	單位	數量	單價	總價	優先 順序	備註
	無							

填表說明：

- 1.本表中儀器名稱以中文為主，英文為輔。
- 2.本表中之優先順序欄內，係按各項儀器採購之輕重緩急區分為第一、二、三優先
- 3.本計畫新台幣 300 萬以下設備，悉由執行單位自行籌款購置，計畫編列設備使用費分年攤提。300 萬元以上設備由計畫內編列經費

附件二、新台幣壹百萬元以上儀器設備清單

單位：新台幣元

儀器設備名稱 (中/英文)	主要功能規格	預算數	單價	數量	總價	備註
無						

註：凡單價 300 萬元以下之機儀器設備，均由量測中心以自有資金購置。

附件三、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/ 訪問	參加 IEEE-NEMS 2014 會議，發表論文及拜訪日本計量研究機構(NMIJ)。	美國、日本	103.04.13- 103.04.22	陳國棟	奈米粒子 研製計畫 研究成員	蒐集國際研究發展資訊，並發表國際論文，增加國際能見度。	1
發表論文/ 訪問	參加 UK Colloids 2014 國際研討會，發表論文及拜訪英國國家物理實驗室 (National Physical Laboratory, NPL)	英國	103.07.05- 103.07.12	葉育姍	奈米粒子/ 線功能性 量測標準 技術建立 子項計畫 主持人	蒐集國際研究發展資訊，並發表國際論文，增加國際能見度。	2
發表論文	參加 2014 第十屆海峽兩岸計量研討會及 The 3rd International Workshop on Material Metrology。	大陸、日本	103.06.03- 103.06.12	何信佳	奈米粒子/ 線之尺寸 形貌與功 能性量測 標準追溯 分項主持 人	蒐集國際研究發展資訊，並發表國際論文，增加國際能見度。	3
參加標準 組織會議	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(IEC TC 113 working group 3 上半年 meeting)	加拿大	103.06.01- 103.06.08	姚斌誠	奈米國際 量測與產 品標準推 動分項主 持人	參與國際標準活動，收集奈米標準發展資料。	4
參加標準 組織會議	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(ISO TC 229 working group 2 會議)	印度	103.11.02- 103.11.09	何信佳	奈米粒子/ 線之尺寸 形貌與功 能性量測 標準追溯 分項主持 人	參與國際標準活動，收集奈米標準發展資料。	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
參加標準組織會議	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(VAMAS 第 39 屆 Steering Committee 會議)	大陸	103.05.11-103.05.17	傅尉恩	總計畫主持人	參與國際標準活動，收集奈米標準發展資料。	6
參加標準組織會議	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(IEC TC 113 會議)	日本	103.11.06-103.11.14	姚斌誠	奈米國際量測與產品標準推動分項主持人	參與國際標準活動，收集奈米標準發展資料。	7

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
8	國際合作研究	<ul style="list-style-type: none"> 至德國 PTB 之 X 射線與 IR 光譜技術部門，參與奈米薄膜量測及晶圓表面微量污染物分析之合作研究計畫 	德國	103.09.1-103.11.30	葉育姍	<ul style="list-style-type: none"> 奈米粒子/線功能性量測標準技術建立子項計畫主持人 	<ul style="list-style-type: none"> 至德國 PTB 國家標準實驗室，學習不須使用標準件的 X 射線螢光光譜技術、相關儀器架設、數據處理流程及應用，該技術針對不均勻及厚度較低的薄膜進行準確量測，同時也可避免使用標準件帶來之量測誤差，此合作研究有助於國家標準實驗室於奈米薄膜厚度量測能力的提升，縮短投入研發的時程。

附件四、專利成果統計一覽表

專利獲證/申請成果統計

專利獲證 3 件

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	定位裝置	20101213	20140407	中華民國	99143543 / I431636	陳朝榮,張良知,黃俊達, 吳忠倫	粒子分項
發明	光譜影像處理方法	20120720	20141022	中華民國	101126389 / I454655	楊富翔	粒子分項
發明	測定液晶參數的方法及裝置	20101228	20141023	中國大陸	201010610643.X/ ZL201010610643.X	江直融,劉志祥	粒子分項

專利申請 2 件

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	穿透式 x 光小角散射強度 增強裝置	20140407	美國	14/246,702	傅尉恩,吳文立	薄膜分項
發明	穿透式 x 光小角散射強度 增強裝置	20141015	日本	2014-211199	傅尉恩,吳文立	薄膜分項

附件五、論文一覽表

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國別	所屬分項
Synthesis and Characterization of Zinc Oxide Nanoparticle for Reference Material	20140414	IEEE NANO	陳國棟,翁漢甫	研討會論文	1	美國	粒子分項
Calibration and Uncertainty Evaluation of a Zeta Potential Measuring System	20140729	National Conference of Standards Laboratories, International(NCSLI)	葉育嫻	研討會論文	9	美國	粒子分項
The effects of key factors to precise measurement of zeta potential	20140707	UK Colloids	葉育嫻,何信佳	研討會論文	9	英國	粒子分項
Nanoparticle In-Line Monitoring in Semiconductor Industry	20140610	International Workshop on Materials Metrology	何信佳,傅尉恩	研討會論文	20	日本	粒子分項
Current Status of the Materials Metrology Development at NML/CMS	20140610	International Workshop on Materials Metrology	傅尉恩,何信佳	研討會論文	33	日本	粒子分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國別	所屬分項
奈米計量研究與環境、健康和安全的發展	20140806	環境奈米科技論壇	何信佳	研討會論文	10	中華民國	粒子分項
儀器校正/追溯及參考物質研製於奈米環境監控之重要性	20140517	環境保護與奈米科技學術研討會	葉育珊,何信佳,余大昌	研討會論文	1	中華民國	粒子分項
奈米粒子參考物質之製作與分析	20140517	環境保護與奈米科技學術研討會	陳國棟,翁漢甫,何信佳,余大昌	研討會論文	1	中華民國	粒子分項
奈米標準粒子之分析與介紹	20140604	海峽兩岸計量學術研討會	陳國棟	研討會論文	7	大陸	粒子分項
Zeta 電位量測儀之驗證	20140604	海峽兩岸計量學術研討會	葉育珊,何信佳	研討會論文	5	大陸	粒子分項
Colored reflective organic light-emitting device without bias	20140123	Organic Electronics (SCI/IF : 3.676)	邱天隆,Yi-Peng Hsiao,Ya Ting Chuang,Chih-Ming Lai,何信佳	期刊論文	7	美國	粒子分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國別	所屬分項
Determination of reference values for optical properties of liquid phantoms based on Intralipid and India ink	20140604	Biomedical Optics Express	L. Spinelli,何信佳,M. Botwicz,U. Weigel,F. Foschum,F. Baribeau,A. Pifferi,H. Wabnitz,M. Benazech-Lavoue,P. Di Ninni	期刊論文	17	美國	粒子分項
Enhanced Efficiency of the Dye-sensitized Solar Cells by Excimer Laser Irradiated Carbon Nanotube Network Counter Electrode	20140204	Applied Physics Letters	簡筠珊,楊柏宇,李逸哲,朱致潔,周佳信,鄭晃忠,傅尉恩	期刊論文	4	美國	薄膜分項
原子力顯微鏡生物細胞表面性質量測技術	20140901	量測資訊雙月刊	何柏青,傅尉恩,呂昱璋	期刊論文	4	中華民國	薄膜分項
晶格階高校正原子力顯微鏡 Z 軸不確定度研究	20140604	海峽兩岸計量學術研討會	何柏青,傅尉恩,簡筠珊,劉惠中	研討會論文	9	大陸	薄膜分項
Calibrating the Z-magnification of atomic force microscope below 10 nm by single-atom steps	20140715	Thin Films Conference	何柏青,傅尉恩,劉惠中,簡筠珊,吳忠霖	研討會論文	1	大陸	薄膜分項

論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國別	所屬分項
STM 平面晶格量測之先期研究	20141107	第九屆海峽兩岸工程材料研討會	何柏青,林以青	研討會論文	4	中華民國	薄膜分項
利用原子力顯微鏡量測細胞表面性質	20140821	奈米工程及微系統技術研討會	何柏青,傅尉恩,呂昱璋,吳忠霖	研討會論文	3	中華民國	薄膜分項

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。

附件六、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
奈米二氧化鈦粒子參考物質規劃技術報告	20140321	中文	非機密	7	陳國棟	粒子分項
參加第 9 屆 IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems 會議之出國報告	20140520	中文	機密級	18	陳國棟	粒子分項
VAMAS (Versailles Project on Advanced Materials and Standards)第 39 屆 SC (Steering Committee) 會議報告	20140529	中文	非機密	18	傅尉恩	粒子分項
奈米粒徑量測系統校正程序-Zeta 電位校正	20140801	中文	非機密	16	葉育姍,何信佳	粒子分項
奈米粒徑校正系統評估報告-Zeta 電位校正	20140801	中文	非機密	33	葉育姍,何信佳	粒子分項
UK Colloids 2014 訓練報告	20140730	中文	非機密	17	葉育姍	粒子分項
二氧化鈦奈米粒徑標準參考物質分裝作業程序	20140930	中文	非機密	10	陳國棟	粒子分項
奈米二氧化鈦粒子參考物質粒徑評估與特性分析技術報告	20141114	中文	非機密	12	陳國棟	粒子分項
奈米粒徑量測系統校正程序-氣體吸附 BET 法/ 比表面積校正	20141030	中文	非機密	20	翁漢甫,段靜芬,林以青	粒子分項
奈米粒徑量測系統評估報告-氣體吸附 BET 法/ 比表面積校正	20141030	中文	非機密	26	翁漢甫,林以青,段靜芬	粒子分項
奈米二氧化鈦粒子驗證參考物質生產作業指引	20141117	中文	非機密	6	陳國棟	粒子分項
使用 STM 量測 HOPG 平面晶格之研究	20141128	中文	非機密	15	林以青	薄膜分項
AFM 量測 HOPG 平面晶格量常數研究	20141128	中文	非機密	15	吳國真	薄膜分項
2014 亞洲奈米論壇 會議報告	20141110	英文	非機密	13	姚斌誠	國標分項

報告名稱	發表日期	語言	密等	頁數	作者	所屬分項
2014 IEC TC 113 會議報告	20141110	中文	非機密	18	姚斌誠	國標分項
參加 ISO/ TC229 大會和第 14 屆 ISO/ TC229/ WG2 以及 IEC/ TC113 的聯合工作組 JWG2 會議 報告	20141128	中文	非機密	23	何信佳	國標分項

附件七、研討會一覽表

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	2014 奈米粒徑量測國際研討會	103.06.16	新竹	51	114
2	奈米量測技術與標準研討會	103.10.20	台中	16	27
小計				67	141

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	2		5	7	8		3	-	-	-	-	-	4	4	11	365	2	141	2
2.薄膜結構與特性量 測標準追溯分項	3	0		4	2	2		0												
3.奈米國際量測與產 品標準推動分項	0	0		0	0	0		3												
小 計	3	2	-	9	9	10		6	-	-	-	-	-	4	4	11	365	2	141	2
合 計	3	2	-	18		16			-				-	-	-	-	-			

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。

附件九、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	Differential 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 Environmental Scanning Electron Microscope	場發射環境掃描式電子顯微鏡
GUM	Central Office of Measures (Główny Urząd 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
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

簡 稱	全 名	中文譯名
NIM	National Institute of Metrology	中國計量科學研究院
NIST	National Institute of Standards and Technolog	美國國家標準與技術研究院
NMi	Nederlands Meetinstitute 《Neatherlands 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 Meausrement 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
VNIM	DI Mendelejev Institute for Metrology	俄羅斯計量組織

附件十、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	
1-1-1	ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers
1-1-2	"Section 5.7. A Glossary of DOE Terminology". NIST Engineering Statistics handbook. NIST. Retrieved 5 April 2012
1-1-3	http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?e#mid .
1-1-4	http://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFFFF_channel.svg#
1-2-1	ISO 9277:2010 Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption -- BET method
1-2-2	S. Brunauer, P. H. Emmett and E. Teller, J. Am. Chem. Soc., 1938, 60, 309. doi:10.1021/ja01269a023
1-2-3	奈米粒徑量測系統評估報告-氣體吸附 BET 法/比表面積校正，07-3-A3-0183，初版，工研院量測技術發展中心，2014 年。
1-2-4	奈米粒徑量測系統操作程序-氣體吸附 BET 法/比表面積校正，07-3-A3-0184，初版，工研院量測技術發展中心，2014 年。
1-3-1	奈米粒徑量測系統評估報告-Zeta 電位校正，07-3-A3-0148，初版，工研院量測技術發展中心，2014 年。
1-3-2	ISO/IEC Guide 98-3:2008, Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995).
1-3-3	ISO/TR3666:1998, Viscosity of water
1-3-4	Calibration Certificate FTC-2014-01-01, National Time and Frequency Standard Laboratory of Taiwan, Jan 23 rd , 2014.
1-3-5	Bureau International des Poids et Mesures, Comité International des Poids et Mesures, 96 th meeting, November 2007.
1-3-6	Lu S. H., Pan S. P., Liu T. S., Kao C. F., Liquid refractometer based on immersion diffractometry, Optical Express, 2007, 15, 9470-9475.
1-3-7	http://physics.nist.gov/cuu/Constants/
1-3-8	Gregory A. P. and Clarke R. N., Traceable measurements of the static permittivity of dielectric reference liquids over the temperature range 5 – 50 °C, Meas. Sci. Technol. 2005, 16, 1506 – 1516.
1-3-9	Calibration Certificate E130688B, National Measurement Laboratory, R.O.C., Dec. 12 th , 2013.
1-3-10	Measurement Service Report 10307C00646-1-1-0 Ver.A, National Measurement Laboratory, R.O.C., Jan. 12 th , 2014.
1-3-11	Measurement Service Report 10307C00432-1-1-01 Ver.A, Industrial Technology Research Institute, Apr. 23 rd , 2014.
1-3-12	Calibration Certificate T140007A, National Measurement Laboratory, R.O.C., Jan.

編 號	出 處
	17 th , 2014.
薄膜結構與特性量測準追溯分項	
2-1	DIMENSION ICON INSTRUC MANUAL (004-1023-000), Bruker, 2011.
2-2	NanoScope Analysis 1.50 Manual, Bruker.
2-3	http://www.itrs.net/ .

附件十一、期末審查意見回覆

計畫名稱：「奈米技術計量標準計畫(6/6)」

103 年度 細審報告

期中報告

期末報告

建 議 事 項	說 明
<p>A 委員：</p> <p>1.請說明奈米粒子參考物質之具體量化之成果效益或預期之量化效益為何?</p>	<p>感謝委員的建議與指導，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，FY102 年完成奈米氧化鋅標準粒子研發。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。FY103 年增加二氧化鈦標準粒子研發，使奈米粒子參考物質更完整。本奈米團隊更依據多年量測之結果與經驗，歸納出一套建立奈米粒子參考物質的方法，提供各學、業界作為研究奈米粒子之依據，例如此方法協助了 FY103 食品藥物管理署進行含奈米物質食品與化妝</p>

建 議 事 項	說 明
	品之先期比對研究。
2.請說明奈米粒子表面電位量測預期之量化效益為何?	<p>感謝委員的建議與指導，Zeta 電位為評估膠體懸浮粒子在溶液中分散穩定性的重要參數之一，可藉此參數了解奈米粒子在溶液中的行為表現，以及與周圍環境的交互作用機制。由於奈米物質在環境健康安全 (Environment, Health and Safety) 相關議題的重要性與日俱增，商用量測儀器之驗證、以及 Zeta 電位量測程序的標準化為目前急需完成的重要任務，以期能提供具有追溯性之可靠量測數據。本年度完成商用 Zeta 電位量測儀器之校正程序，針對 Zeta 電位各項量測參數進行驗證及不確定度評估，同時也開發出合適的查核樣品監控量測系統的穩定性。通過標準檢驗局之查驗後，已可正式對外校正服務。可配合政策提供奈米物質登錄時必要之物化性質數據，同時也協助相關產業在製程開發及調整之重要依據。</p>
3.請說明奈米粒子比表面積量測預期之量化效益為何?	<p>感謝委員的建議與指導，奈米粒子比表面積量測技術建立，滿足化妝品、塗料、生醫材料、半導體化學機械研磨液調配、高分子材料設計及製程調整、藥物傳輸系統研發、噴墨顏料開發、廢水處理及淨化材料建立相關產業等領域原級校正與追溯的需求。此外表面積為奈米物質需訂定之八大參數，因應國內、外奈米 EHS 議題和管理法規規定，系統之建立可以協助奈米標示，物質安全資料表之參數量測依據，配合貿易、法規之需求。</p>
4.請說明量測晶格預期之量化效益為何?	<p>感謝委員的建議與指導，在半導體產業中，關鍵尺寸發展已越來越小。參考 2013 年國際半導體技術發展藍圖 (International Technology Roadmap for Semiconductors)，閘極線寬粗糙度 (Gate Line Width Roughness, LWR) 於 2015 年要求在 1.34 nm 以下，其量測不確定度更要求在 0.27 nm，此發展趨勢考驗著現今儀器之尺寸量測解析能力極限及精準度。掃描電子顯微</p>

建 議 事 項	說 明
	<p>鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)是一快速量測微奈米形貌尺寸之儀器。然而其解析度最大只能到奈米等級，因此無法達到次奈米等級之精度需求。而穿透式電子顯微鏡(Transmission Electron Microscope, TEM)雖然擁有次奈米等級之高解析能力，但製片製備過程耗時且為破壞性檢測，因此降低其實用性。原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)以及掃描穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)為非破壞性檢測，且解析能力可以達到次奈米等級，故適合成為次奈米等級關鍵尺寸檢測儀器。然雖擁有高解析度，但其掃描壓電陶瓷亦必須經過合適之參考標準片校正後方能確認其精準度。現今最小線距標準片只達到 25 nm，故在次奈米量測標準追溯變成一個急待解決問題。此計畫利用高熱解定向石墨烯 (HOPG) 材料晶格常數 (0.246 nm) 作為量測尺寸標準。經評估後重複性可達到 5 %，可以用來校正 AFM 次奈米級量測尺寸。</p>
<p>5.請說明奈米壓痕量測系統(N10)、力量比較校正系統(四)(N11)、晶圓表面奈米微粒粒境校正系統(D27)及掃描式電子顯微量測系統(D28)之校正服務件數過少之原因為何?</p>	<p>感謝委員的建議與指導，103 年度奈米計畫總校正件數共 365 件，102 年度為 355 件。其中，奈米壓痕量測系統(N10)102 年度校正件 16 件，103 年度為 13 件；力量比較校正系統(四)(N11) 102 年度校正件 1 件，103 年度為 6 件；晶圓表面奈米微粒粒境校正系統(D27) 102 年度校正件 6 件，103 年度為 6 件；掃描式電子顯微量測系統(D28) 102 年度校正件 2 件，103 年度為 9 件。</p>
<p>B 委員： 6.本計畫執行多年，建立奈米物質分析方法、標準，並將這些成果推向國際，讓台灣的奈米科技走在世界的前端。對國內的產業影響深遠。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p>
<p>7.為台積電所設計的線上即時偵測溶液中的奈米微粒濃度，不僅對台積電的製程品質有極</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p>

建 議 事 項	說 明
大助益，應該也適合推廣到其他產業做為製程控制的參數。	
8.高熱解定向石墨烯，是否為高定向熱解石墨烯更佳。	感謝委員指正，「高定向熱解石墨烯」確實較符合原文敘述，因此將會統一修改此中文名詞。
C 委員 9.本計畫有(1) 奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項，(2) 薄膜結構與特性量測標準追溯分項，(3) 奈米國際量測與產品標準推動分項三個分項，實際執行內容與原計畫內容大致相符，執行成果很好；計畫預算支用與原計畫大致相符；成果量化有專利申請 2 件，獲得 2 件，論文共 17 篇，技轉 2 件 200 千元，提供產學校正服務 365 件，4020 千元。	感謝委員的肯定與支持。
10.新擴建的有 11 套國家標準量測系統，提供產學校正服務 365 件，成果卓著，是否可進一步分析其產業別，及提供服務件數與時間關係，以了解各服務與產業發展趨勢。	感謝委員的建議與指導，整理製表如附件。
11.在奈米國際量測與產品標準推動分項中，在標準制訂上進度與內容說明尚不清楚，請再說明。	感謝委員的建議與指導，標準制訂上進度與內容已整理製表，呈現於簡報第 16,17 頁。
12.奈米粒子已應用在民生用品上，尤其在安全衛生上日漸重要，本計畫在此著墨似乎較少，請說明。	感謝委員的建議與指導，計畫主要工作在於建立量測標準，做為國內檢、校儀器之標準。近幾年接受奈米國家型科技計畫之”奈米物質的環境-健康-安全性研究”分項之指導，以及因應 ISO TR 13014 奈米技術-人造奈米尺度物質在進行毒理評估時，所需的物化特性分析，建立八大參數之量測參數校正系統；同時也依據分項之決議，因應 EHS 需求建立三種金屬氧化物粒子驗證程序，作為 EHS 研究議題之標準物質，滿足儀校需求。 此外協助政府權責機關，共同研擬奈米技術在安全問題與健康問題上之解決對策，例如協助了 FY103 食品藥物管理署進行含奈米物質食品與化妝品之先期比對研究、執行建構含奈米

建 議 事 項	說 明
	<p>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-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)；亦協助勞研所進行奈米作業場所調查與粒徑濃度測定(FY97)。FY104 計畫會持續在 EHS 議題上貢獻力量。</p>
D 委員	
<p>13.本計畫主要可分為奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫及奈米國際量測與產品標準推動分項計畫之三大部分，有完善且明確之目標，且實際進度皆符合預期，計畫品質良好，對我國奈米量測及標準建立頗有助益。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p>
<p>14.本計畫有提及多種參數在量測時會產生之不確定度，並舉出相對應的公式以供計算，然實際量測中，應考慮各種參數組合造成之影響，建議在組合標準不確定度方面多加著墨。</p>	<p>感謝委員的指導。我們的評估方法參考國際標準組織(ISO)發行的 ISO/IEC Guide 98-3:2008 分析各誤差源及相對標準不確定度，再計算出組合不確定度。眾參數中偶有交互項出現時，會另評交互項造成的不確定度，最終納入組合不確定度的計算當中。</p>
<p>15.本計畫有提及協助半導體廠進行線上粒徑與濃度監測技術，主要是針對半導體製程中的濕製程，必須線上監控所用溶液的變化以提高良率，並有提出具體之工作內容，然應詳加考慮是否會影響原製程之產能及其必要性，建議深入探討與說明。</p>	<p>此監測技術的設計，基本上採行以定時取樣方式進行，經取樣之樣本雖不再回到原系統中，但取樣量不多，取樣的方法也已經受到 beta site 廠商的認可，因此不會影響其產能。而監測需求也是 beta site 廠商提出，原因是尖端製程已達 20 nm，而目前的監測儀器至小只達 50 nm，顯然不足以應付製程在尺寸上之需求。</p>

建 議 事 項	說 明
16.在論文發表方面，大部分為研討會論文，建議增加國外期刊論文發表數。	感謝委員的建議與指導，未來會規劃增加於國外期刊論文發表數。

附件

系統名	服務廠商名/送校件名稱	103 年度至 上半年累計 校正件數	103 全年度 累計 校正件數
角度校正系統-大角度校正系統(D07)	送校件名稱： 多邊規、分度盤 服務廠商名： 工業技術研究院量測技術發展中心、名家股份有限公司、三陽工業股份有限公司、四〇一生產責任中心、榮田精機股份有限公司、森泰儀器有限公司、三聯科技股份有限公司	5	12
角度校正系統-小角度校正系統(D08)	送校件名稱： 電子水平儀 服務廠商名： 國立勤益科技大學、科治新技股份有限公司、台鈴工業股份有限公司、台灣山葉機車工業股份有限公司、量測科技股份有限公司、原形精密儀器股份有限公司、財團法人台灣電子檢驗中心、德律科技股份有限公司、台灣檢驗科技股份有限公司、維竑有限公司、順德工業股份有限公司、工業技術研究院機械與系統研究所、工業技術研究院量測技術發展中心智慧計量系統實驗室	11	29
線距校正系統(D19)	送校件名稱： 線距標準片 服務廠商名： 國立成功大學、汎銓科技股份有限公司、新唐科技股份有限公司、旺宏電子股份有限公司、台灣茂矽電子股份有限公司、量測科技股份有限公司、工業技術研究院量測技術發展中心、工業技術研究院材料與	5	13

系統名	服務廠商名/送校件名稱	103 年度至 上半年累計 校正件數	103 全年度 累計 校正件數
	化工研究所		
階高校正系統(D21)	<p>送校件名稱：階高標準片</p> <p>服務廠商名：</p> <p>上海和輝光电有限公司、上海儀電顯示材料有限公司、大地光纖股份有限公司、工業技術研究院材料與化工研究所、工業技術研究院量測技術發展中心 標準組校正與量測標準實驗室、工業技術研究院電子與光電研究所、工業技術研究院影像顯示科技中心、工業技術研究院機械與系統研究所、中華映管股份有限公司、元太科技工業股份有限公司、友達光电股份有限公司、日月光半導體製造股份有限公司中壢分公司、台積固態照明股份有限公司、台灣永光化學工業股份有限公司、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、台灣顯示器股份有限公司、光頡科技股份有限公司、合肥鑫晟光电科技有限公司、同欣電子工業股份有限公司、旭硝子顯示玻璃股份有限公司、江蘇匯成光电有限公司、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、奇美實業股份有限公司、旺宏電子股份有限公司、旺矽科技股份有限公司、明興光电股份有限公司、欣興電子股份有限公司、矽品精密工業股份有限公司 工程中心-製程技術處量測工程課 CAL 執行組、采鈺科技股份有限公司、南亞電路板股份有限公司、南京中電熊貓平板顯示科技有限公司、威華微機電股份有限公司、重慶京東方光电科技有限公司、凌巨科技股份有限公司、索爾思光电股份</p>	65	150

系統名	服務廠商名/送校件名稱	103 年度至 上半年累計 校正件數	103 全年度 累計 校正件數
	有限公司、財團法人國家實驗研究院國家奈米元件實驗室、高平磊晶科技股份有限公司、乾坤科技股份有限公司、深圳市華星光電技術有限公司、逢源科技股份有限公司、敦南科技股份有限公司新竹分公司、景碩科技股份有限公司、晶元光電股份有限公司、晶元光電股份有限公司(南科廠 S1)、華亞科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、華星光電技術有限公司、新世紀光電股份有限公司、群創光電股份有限公司、達鴻先進科技股份有限公司中科分公司、鉅晶電子股份有限公司、頤邦科技股份有限公司、環茂科技股份有限公司、璨圓光電股份有限公司、聯亞光電工業股份有限公司、聯華電子股份有限公司、聯華電子股份有限公司 8E 廠、聯華電子股份有限公司 8E 廠、瀚宇彩晶股份有限公司、瀚宇彩晶股份有限公司台南科學園區分公司、穩銀科技股份有限公司		
奈米薄膜量測系統 (D22)	送校件名稱： 二氧化矽薄膜片 服務廠商名： 頤邦科技股份有限公司、恆顛科技股份有限公司、台灣美光記憶體股份有限公司、鉅晶電子股份有限公司、晶元光電股份有限公司、鼎元光電科技股份有限公司竹南分公司、晶元光電股份有限公司(南科廠 S1)、群創光電股份有限公司、益通光能科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、聯景光電股份有限公司、中華映管股份有限公司、台灣通用器材股份有限公司、台灣嘉碩科技股份有限公司、聯華	49	113

系統名	服務廠商名/送校件名稱	103 年度至 上半年累計 校正件數	103 全年度 累計 校正件數
	<p>電子股份有限公司、新唐科技股份有限公司、台灣積體電路製造股份有限公司、力晶科技股份有限公司、穩懋半導體股份有限公司、日月光半導體製造股份有限公司中壢分公司、台灣茂矽電子股份有限公司、正達國際光電股份有限公司、瀚宇彩晶股份有限公司台南科學園區分公司、新世紀光電股份有限公司、元晶太陽能科技股份有限公司、采鈺科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、凌巨科技股份有限公司、勝普電子股份有限公司、英穩達科技股份有限公司、聯景光電股份有限公司、里華科技股份有限公司、茂迪股份有限公司</p> <p>工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院量測技術發展中心校正與量測標準室、工業技術研究院 綠能與環境研究所</p>		
奈米粒徑量測系統(D26)	<p>送校件名稱：聚苯乙烯球</p> <p>服務廠商名：</p> <p>工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院量測技術發展中心 智慧計量系統實驗室、泰仕電子工業股份有限公司、尚偉股份有限公司、國立成功大學、國立清華大學</p>	4	17
晶圓表面奈米微粒粒徑校正系統(D27)	<p>送校件名稱：表面奈米微粒粒徑</p> <p>服務廠商名：</p> <p>工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室</p>	3	6

系統名	服務廠商名/送校件名稱	103 年度至 上半年累計 校正件數	103 全年度 累計 校正件數
掃描式電子顯微量測系統 (D28)	送校件名稱：標準粒子 服務廠商名： 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院材料與化工研究所	3	9
奈米壓痕量測系統(N10)	送校件名稱：奈米壓痕試片 服務廠商名： 工業技術研究院量測技術發展中心 標法組奈米與力學研究室、國立中興大學	5	8
力量比較校正系統(四)(N11)	送校件名稱：微奈米機械性質試片 服務廠商名： 私立東海大學、工業技術研究院量測技術發展中心	2	4
微流量量測系統(F11)	送校件名稱：光電開關式流量計、熱質式流量計 服務廠商名： 中榮電瓷工業股份有限公司、高雄榮民總醫院、巨研科技股份有限公司、台耀化學股份有限公司	1	4