

科發基金補助計畫成果報告

國際基本單位 SI 新標準建置計畫- 新質量標準建置(I)

(審核後修正版)

計畫類別: 個別型計畫 整合型計畫

計畫編號: MOST 106-3114-Y-044-006

計畫經費: 78,800 千元

執行期間: 107 年 02 月 12 日至 107 年 12 月 10 日

主管機關: 經濟部標準檢驗局

執行單位: 財團法人工業技術研究院

計畫主持人: 彭國勝

中 華 民 國 107 年 12 月 編 製

目 錄

中英文摘要.....	I
(一) 中文摘要.....	I
(二) 英文摘要.....	V
(三) 關鍵字.....	XIII
一、 前言.....	1
二、 四項 SI 新標準建置之總體說明.....	17
(一) 研究目的.....	17
(二) 研究目標.....	19
(三) 實施方法.....	24
(四) 四項 SI 新標準建置達成情形(截至 107.12).....	37
三、 本計畫之目標與達成情形.....	45
(一) 計畫目標.....	45
(二) 計畫達成情形.....	47
四、 本計畫重要成果說明.....	51
(一) 原級矽晶球質量標準建置.....	51
(二) 矽晶球表層質量量測系統技術建立.....	75
五、 本計畫績效指標與產業效益.....	109
六、 本計畫整體進度.....	110
七、 本計畫技術擴散與重要活動.....	111
(一) 國際單位制(SI)新計量標準說明會.....	111
(二) SI 質量新標準—矽晶球歡迎儀式記者會暨技術研討會(含滿意度調查).....	112
八、 本計畫經費、人力應用情形.....	115
九、 本計畫出國情形一覽表.....	119
十、 本計畫論文一覽表.....	120
十一、 本計畫研究報告一覽表.....	120
十二、 本計畫研討會/說明會一覽表.....	120
附件一、設備驗收報告.....	122
附件二、出國報告.....	156
附件三、新質量標準量測方法比較.....	202

附件四、委員意見回復表.....206

圖目錄

圖 1-1、計量標準追溯之影響	3
圖 1-2、四項 SI 建置經費規劃及執行時程	7
圖 1-3、四項新標準系統後續系統評估/查驗及國際比對時程	12
圖 1-4、新公斤系統完成後建置情況	13
圖 1-5、新溫度系統完成後建置情況	14
圖 1-6、新電流系統完成後建置情況	15
圖 1-7、新物質量系統完成後建置情況	16
圖 2-1、鉑銱公斤 No.691 以及吸附參考法碼 D14，兩法碼的表面積差為	26
圖 2-2、原級矽晶球質量標準由真空導引至大氣所需之各種法碼	26
圖 2-3、XRF 分析系統擬合校正曲線	28
圖 2-4、矽晶球表面之光電子能譜	28
圖 2-5、Si 2p 波峰高解析光電子能譜	28
圖 2-6、靜態膨脹系統腔體配置圖	29
圖 2-7、共振腔與傳感器配置範例圖	30
圖 2-8、絕對輻射溫度量測次系統	31
圖 2-9、(a)約瑟夫森效應(Josephson effect)原理及(b)電壓-電流特性	32
圖 2-10、(a)量化霍爾效應(Quantum Hall effect)原理及(b)電阻與磁場關係	33
圖 2-11、矽同位素樣品之稀釋程序混合程序示意圖	36
圖 2-12、二氧化碳分析樣品之配製程序示意圖	37
圖 3-1、新質量系統追溯圖及追溯鏈上之相關系統	45
圖 4-1、矽單晶棒與用於製作矽晶球原及質量標準之切割部分	52
圖 4-2、矽晶球成形研磨(左圖)與第一階段拋光研磨(右圖)	52
圖 4-3、第一階段拋光研磨後之矽晶球	53
圖 4-4、矽 28 高度純化之 1 kg 標稱質量矽晶球	58
圖 4-5、矽 28 高度純化之 1 kg 標稱質量矽晶球(側視圖)	58
圖 4-6、莫耳分子量與同位素比例量測結果	59
圖 4-7、球體直徑量測結果，真圓度為 25.0 nm	59
圖 4-8、表面粗糙度量測結果	59
圖 4-9、球體質量量測結果	59
圖 4-10、球體體積量測結果	60
圖 4-11、表層質量量測結果	60
圖 4-12、矽晶球不純物量測結果	60
圖 4-13、準原級矽晶球	61
圖 4-14、準原級矽晶球(側視圖)	61
圖 4-15、直徑量測結果	62
圖 4-16、表面粗糙度量測結果	62
圖 4-17、質量量測結果，質量擴充不確定度為 0.05 mg = 50 μ g	62

圖 4-18、置於矽晶球清洗架上之玻璃球	63
圖 4-19、置於矽晶球清洗架上之玻璃球	63
圖 4-20、根據新的追溯鍊並以矽晶球做為我國質量標準後，預估之不確定度傳遞情形	64
圖 4-21、矽晶球清洗台設計圖	65
圖 4-22、購入之矽晶球清洗液 Dconex OP 163，及清洗練習用之玻璃球與三角架	66
圖 4-23、真空相容公斤質量比較儀	66
圖 4-24、法碼保存及運送容器(ASTV)及底座	67
圖 4-25、進行矽晶球由 load lock 腔體傳送至質量比較儀上之位置測試	67
圖 4-26、質量比較儀轉盤	68
圖 4-27、轉盤上放置六顆 1 kg 不鏽鋼法碼與最上方 10 g 配重法碼	68
圖 4-28、渦輪真空泵浦與真空腔體安裝設計	68
圖 4-29、真空度測試之真空計讀值符合規格	69
圖 4-30、6 顆 1 公斤法碼與 1 顆 1 公克感量法碼	69
圖 4-31、重複性測試模式設計	70
圖 4-32、重複性測試結果皆小於 0.0005 mg 之原廠規格	71
圖 4-33、真空至大氣質量傳遞方式概念圖	72
圖 4-34、吸附效應法碼組	73
圖 4-35、不鏽鋼吸附效應法碼組第一組不確定度計算	75
圖 4-36、不鏽鋼吸附效應法碼組第二組不確定度計算	75
圖 4-37、整合式 XRF XPS 表層質量量測系統設計	77
圖 4-38、樣品傳輸腔體細部工程圖	77
圖 4-39、新質量標準實驗室規劃圖	79
圖 4-40、隔振基座與平台示意圖	79
圖 4-41、振動模擬結構示意圖	80
圖 4-42、模擬結果數據圖	80
圖 4-43、水泥塊設計平面尺寸	81
圖 4-44、水泥塊設計高度尺寸	81
圖 4-45、花崗岩設計尺寸	82
圖 4-46、施工公告	82
圖 4-47、施工隔離走道	82
圖 4-48、B9, B10, B11 實驗室天花板拆除作業	82
圖 4-49、B12 實驗室天花板拆除作業	82
圖 4-50、實驗室地板開挖與筏基抽水作業	83
圖 4-51、地板拆除作業	83
圖 4-52、筏基排水管路重新架設	83
圖 4-53、筏基平整修補	84
圖 4-54、水泥塊平面尺寸定位(彈線)放樣	84
圖 4-55、水泥塊基礎鋼筋綁匠	84

圖 4-56、灌漿模板架設	84
圖 4-57、完成水泥塊灌漿作業	84
圖 4-58、完成右側迴風牆面地基灌漿作業	84
圖 4-59、迴風牆庫板架設	85
圖 4-60、迴風牆面鋪設紅磚	85
圖 4-61、水泥塊修整	85
圖 4-62、完成花崗岩定位與接合作業	85
圖 4-63、水泥塊與花崗岩樹脂接合補強作業	85
圖 4-64、完成鋪設高架地板支撐鋼樑作業	86
圖 4-65、空調系統施作	86
圖 4-66、完成隔間庫板與幫浦室工程	86
圖 4-67、水泥塊上漆	87
圖 4-68、筏基底部防塵處理	87
圖 4-69、高架地板鋪設	87
圖 4-70、實驗室地面整平	87
圖 4-71、完成 XPS XRF 區域天車架設	87
圖 4-72、完成氣源、電源與照明安裝	87
圖 4-73、完成新質量標準實驗室消防器材裝設	88
圖 4-74、第一區:矽晶球表面光電子頻譜分析儀(XPS XRF)與矽晶球清洗區域	88
圖 4-75、第二區:質量比較儀與質量導引系統區域	88
圖 4-76、新質量實驗室環境溫、濕度量測配置圖	89
圖 4-77、實驗室環境溫度量測分布圖	90
圖 4-78、實驗室環境溫度變化量量測圖	90
圖 4-79、實驗室相對濕度量測分布圖	90
圖 4-80、實驗室相對濕度變化量量測圖	90
圖 4-81、ITRI-One 腔體內部溫度量測數據	91
圖 4-82、振動測試用加速規	92
圖 4-83、花崗岩 A 塊振動量測結果	93
圖 4-84、花崗岩 B 塊振動量測結果	94
圖 4-85、花崗岩 C 塊振動量測結果	95
圖 4-86、矽晶球表層組成	96
圖 4-87、矽晶球表層質量量測流程	97
圖 4-88、XRF 基本原理示意圖	97
圖 4-89、低溫電子取代輻射計(SYRES)工作示意圖	98
圖 4-90、制動輻射(藍色曲線)強度隨能量變化之模擬結果。	100
圖 4-91、線性修正係數 M	101
圖 4-92、散設粒子數 Nscatt 對線性修正係數 M 歸一化計算	102
圖 4-93、NIST 參考資料:矽的線性吸收係數	102

圖 4-94、單位面積氧沉積量(g/cm^2)與 XRF O/Si 強度比值的線性擬合.....	104
圖 4-95、矽晶球的 X 光螢光頻譜數據.....	105
圖 4-96、矽晶球在擬合曲線中的對應氧沉積量.....	105
圖 4-97、矽晶球的大範圍 XPS 光電子頻譜量測結果.....	107
圖 4-98、Si 2p XPS 數據.....	107
圖 7-1、3 場說明會活動現場(由左至右分別為台中、台北、高雄場).....	111
圖 7-2、貴賓合影留念.....	113

表 目 錄

表 1-1、預定 2019 年開始實施的 SI 新定義.....	2
表 1-2、四項 SI 建置各計畫之計畫目標與執行內容.....	8
表 2-1、新質量標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費.....	20
表 2-2、新溫度標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費.....	21
表 2-3、新電流標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費.....	23
表 2-4、新物質量標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費.....	24
表 2-5、四項 SI 新標準建立之工作內容及於各計畫之關聯性.....	38
表 4-1、德國 PTB 製作高純度矽晶球之進度表.....	51
表 4-2、矽晶球驗收規格及測試結果對照一覽表.....	55
表 4-3、真空相容質量比較儀之技術規格.....	67
表 4-4、重複性測試原始數據(單位:mg).....	71
表 4-5、吸附效應法碼組與其表面積.....	73
表 4-6、量測結果—吸附係數.....	73
表 4-7、振動規範說明與應用.....	78
表 4-8、防振平台體積比較表.....	81
表 4-9、溫濕度量測儀器設備規格.....	89
表 4-10、七支溫濕度計校正報告.....	89
表 4-11、量測過程所採用之標準加速規.....	92
表 4-12、利用整合式 XRF XPS 系統所量測之標準試片 O/Si 比值.....	103
表 4-13、XRF 不確定度來源列表.....	106
表 7-1、說明會與會業者之提問與回覆.....	111
表 7-2、10/24 研討會議程.....	112

科發基金補助計畫成果報告

中英文摘要

(一) 中文摘要

國家度量衡標準實驗室(NML)的任務在維繫國家計量主權，建立、維持及傳遞國家最高計量標準。做為國內標準追溯依據，滿足國家於科技、產業、民生及安全之量測儀器追溯校正需求。並發展計量科學，提升國家整體科技水準。NML 已經建置了聲量、電磁、化學、長度、電量等 15 個領域，118 套國家量測標準系統，每年提供國內近 2,000 家廠商校正服務，並衍生超過 600 萬件次以上二級校正服務。服務範圍涵蓋科學計量、工業計量、法定計量各領域的校正服務，滿足我國在產品製程、產業貿易、安全與環境監測、以及醫療保健各方面的檢測追溯需求。藉由簽訂之國際度量衡委員會(CIPM)相互認可協議(MRA)，NML 所出具之校正報告為 100 個簽署國及 4 個國際組織承認，讓臺灣優良產品可以排除技術貿易障礙，順利外銷全球。

為提供最準確的校正服務，必須確保國家量測標準系統之標準可追溯至 SI 國際單位制(International System of Units)。因為如果沒有可追溯至 SI 國際單位之儀器設備，實驗室就無法提供可靠的測試或校正結果，所以經由可追溯至國際單位制之量測標準，校正儀器設備，確保儀器設備在測試或校正過程中，能正確的以標準國際單位量測各種產品特性或技術參數。

SI 七個基本單位(長度、質量、時間、電流、溫度、物質量和光強度)中，最近一次的修訂是 1983 年「長度」，新公尺(長度)的定義是由光在真空中於 299,792,458 分之一秒時間內所行經的距離，亦即以常數(光速)定義一公尺。而目前基本單位當中，質量基本單位-公斤則是目前唯一仍以特定人工實物(specific artifact)定義之基本單位。國際度量衡大會已於 2018 年 11 月 16 日第 26 屆大會上通過 SI 基本單位新定義，將於 2019 年 5 月 20 日實施，7 個 SI 基本單位都以定值的物理常數來定義(例如，質量-公斤以普朗克常數 h 定義、電流-安培以基本電荷 e 定義、溫度-克耳文以波茲曼常數 k 定義、物質量-莫耳以亞佛加厥常數 N_A 定義...等)。為維持計量主權完整之計量基盤，自主追溯至 SI 基本單位，NML 必須及時因應，與國際同步實行 4 項 SI 單位的重新定義，建立我國最高追溯標準。

為因應 4 項 SI 基本單位定義之變革，保障國內產業生產設備、儀器準確度校正及追溯，提升 Made In Taiwan (MIT) 產品品質以確保國際競爭力，NML 將以經費 5.14 億元，建置 4 項 SI 新標準所需之硬體及技術，期程為 106 年 10 月至 108 年 06 月，分別以五項專案計畫完成 4 項計量標準，使我國計量標準符合 SI 新定義。

在新質量部分，建立 X 光晶體密度法，追溯至普朗克常數實現新公斤定義；並依新追溯方式，建置質量比較系統，將新質量標準傳遞至需求產業。經費規模 2 億 4,345 萬元，包含購置超純化矽晶球、XRF XPS 表面質量分析儀、質量比較儀及超高真空腔等關鍵設備，建置完整追溯體系，確保我國質量標準追溯不受新定義影響。規劃三項主要工作，分別是：1. 原級矽晶球質量標準建置，目標為建立高純度矽晶球質量原級標準，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，其相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)。2. 矽晶球表層質量量測系統技術建立，目標是

完成矽晶球表層質量量測系統，表層質量相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$ 。3. 原級真空標準建置，目標是建立壓力校正範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度為(0.1 ~ 2.5) % 的靜態膨脹真空標準系統與技術。

在新溫度部分，建立聲學氣體溫度計及絕對輻射溫度計實現新克耳文定義，追溯至波茲曼常數。經費規模 1 億 4,478.8 萬元，包含購置聲學共振腔、熱電偶高溫校正系統設備、輻射超高溫校正系統設備，完整構建新溫度校正追溯鏈，溫度範圍涵蓋 -60 °C ~ 3000 °C。主要工作內容分別是：1. 聲學氣體溫度計量測系統建置，目標是完成建立(213 ~ 505) K 聲學氣體溫度計量測系統，量測標準不確定度： $u(T) \leq 2.0$ mK (涵蓋因子 $k=1$)。2. 絕對輻射溫度量測系統建置，擴建溫度範圍至 ~ 3000 °C，標準不確定度小於 5.0 °C。3. 熱電偶高溫校正系統建置，溫度範圍涵蓋(0.01 ~ 1492) °C，標準不確定度為(0.1 ~ 1) °C。

在新電流部分，提升約瑟夫森電壓及量化霍爾電阻標準之能力，以追溯至基本電荷之新安培標準。經費規模 2,753.8 萬元，包含購置免液氦量化霍爾電阻系統，搭配約瑟夫森電壓標準，建立完整符合產業需求並與新定義接軌之電流標準。亦規劃三項主要工作，分別是：1. 量化霍爾電阻系統精進，建立免液氦量化霍爾電阻系統原級標準系統，電阻校正之標準不確定： $< 3 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 6 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ 。2. 大電流標準建置，完成低電阻電橋標準校正程序建立，電阻量測範圍 0.1 m Ω to 1 Ω ，電流量測範圍 100 A to 1000 A，電阻校正之標準不確定： $< 25 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 50 \mu\Omega/\Omega$ 。3. 微電流標準建置，建立用於微電流標準之高電阻電橋系統，高電阻量測範圍 100 k Ω to 1 T Ω ，電橋之比率量測準確度 $< 5 \times 10^{-6}$ 。

在新物質量部分，建立同位素比例量測技術，實現追溯至亞佛加厥常數之新物質量標準。經費規模 9,830 萬元，包含購置多接收器感應耦合電漿質譜儀及同位素質譜儀建立新物質量標準，準確量測元素物質莫耳質量，降低標準參考物質濃度計量追溯之不確定度，建立符合 SI 新定義之物質量標準。主要工作為完成 1 套系統之新建，新增同位素標準品之服務，關鍵技術目標為建立質譜法高純度 ^{28}Si 富集晶體之莫耳質量量測技術，其相對標準不確定度 $< 10^{-7}$ (相對於 ^{28}Si 莫耳質量)。

四項新標準系統之硬體建置將於 108 年 6 月以前完成，但後續各系統仍需進行系統評估、查驗及國際比對等工作後方可對外開放服務。各系統之評估及查驗時程預估時間約為 1 ~ 1.5 年，並規劃參加國際比對，確保量測系統之能力與全球量測能力一致。為配合引用新技術實現新標準及新標準之實施與校正服務的提供(至客戶端)，追溯鏈之相關系統，亦規劃更新或重新評估及導引。

4 項 SI 新標準之關鍵設備建置及技術引進經費 5.14 億元，規劃於 5 項專案計畫，依每一計畫經費額度、爭取獲得的時間前後，以及 4 項 SI 新標準技術取得之完整性與可行性，依序完成新質量、新溫度、新電流、新物質量等關鍵系統之硬體建置(佔總經費 82%)與量測技術建立。5 項專案計畫分別是(1) 106 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫運作(4,000 萬元)，優先處理新質量矽晶球表層質量量測系統技術及自德國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表層質量

量測技術。(2) 106 年跨部會署科發基金計畫(7,880 萬元)，建立原級矽晶球質量標準及矽晶球表面質量量測系統。(3) 107 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫(4,362.7 萬元)，以新質量中原級矽晶球質量標準及矽晶球表面質量量測系統及新溫度中聲學氣體溫度計量測系統設備建構為主。(4) 107 年行政院第二預備金(2 億 6,065.5 萬)，併入 107 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫第五分項執行。涵蓋新質量系統的原級矽晶球質量標準、矽晶球表層質量量測系統及原級真空標準；新溫度絕對輻射溫度量測系統及熱電偶高溫校正系統；新電流系統的量化霍爾電阻系統及微電流標準；新物質量系統的質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術及光學法同位素比例量測技術；以及滿足 4 項 SI 新標準實驗室環境要求之建置。(5) 107 經濟部科發(9,099.4 萬元)，除了以新質量矽晶球表層質量量測系統及新溫度聲學氣體溫度計量測系統、絕對輻射溫度量測系統關鍵設備建構，亦擴充至新電流系統。各計畫執行內容摘錄如下：

(1) 106 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫運作：

經費規模為 4,000 萬元，優先處理新質量矽晶球表層質量量測系統技術及自德國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表層質量量測技術。

(2) 106 年跨部會署科發基金計畫(本計畫)：

經費規模為 7,880 萬元，旨在建立 X 光晶體密度法來實現新的公斤定義，包含購置高純度矽晶球，配合建置真空質量比較儀及矽晶球表面層分析儀等設備，確保我國質量標準追溯不受新定義實施的影響。計畫目標設定為建立原級矽晶球質量標準，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ 其相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg) 及“矽晶球表面質量量測系統，其系統設計與各次系統規格訂定，目標表層質量相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$ ，以及完成矽晶球表層質量量測系統實驗室環境建置，其環境規格要求為溫度 $(20 \pm 0.3) ^\circ\text{C}$ 、相對濕度 40% 至 60%，並提供獨立地基之隔振基礎平台建置。

至 12 月止，本計畫共 6 個查核點，皆已如期完成計畫規劃，並符合設定之目標。在“原級矽晶球質量標準建置”完成之項目包括：完成質量比較儀與矽晶球清洗實驗室環境建置委外施工採購申請，完成矽晶球清洗標準流程建置，產出技術文件一份“質量原級標準矽晶球清洗標準程序”；完成真空公斤質量比較儀建置，衡量範圍 1 kg，解析度 $0.1 \mu\text{g}$ ，重覆性 $0.5 \mu\text{g}$ ；以及完成高純度矽 28 矽晶球原級質量標準建置，矽 28 同位素比例量測為 99.9985502(80)% ($k=2$)，不圓度量測為 $(25.0 \pm 2.3) \text{nm}$ ，表面粗糙度量測為 $(0.196 \pm 0.024) \text{nm}$ ，質量相對標準不確定度評估為 2.5×10^{-8} (相對於 1 kg)。而在“矽晶球表面質量量測系統技術建立”完成之項目包括：完成矽晶球表層質量量測系統設計與實驗室環境空間施工與驗收，實驗室環境建置之規格分為兩部分：質量比較儀放置區域之環境溫度： $(20.0 \pm 0.3) ^\circ\text{C}$ ，環境濕度： $(50 \pm 10) \% \text{RH}$ ；矽晶球清洗區與矽晶球表面質量量測系統空間環境溫度： $(20.0 \pm 1.0) ^\circ\text{C}$ ，環境濕度： $(50 \pm 10) \% \text{RH}$ ，以及完成矽晶球表層螢光頻譜擬合與分析技術建置，氧元素沉積質量相對標準不確定度 $< 30\%$ 。

(3) 107 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫：

經費規模為 4,362.7 萬元，以新質量中原級矽晶球質量標準及矽晶球表面質量量測系統及

新溫度中聲學氣體溫度計量測系統設備建構為主。

在新質量標準建置部分，至 12 月底如期完成計畫規劃之 4 項查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成吸附效應量測實驗，吸附質量相對標準不確定度小於 65 % 及完成整合 X 光光電子頻譜與 X 光螢光頻譜表層分析儀之超高真空腔體與五軸樣品移動座採購與驗收。

在新溫度標準建置部分，至 12 月底如期完成計畫規劃之 4 項查核點，完成之內容包括：完成符合聲學徑向共振模式、內表面粗糙度為 nm 等級、尺寸公差 $< 3 \mu\text{m}$ 、及腔體與其安裝之聲學傳感器可承受達 373 K 之最高使用溫度且不致產生形變之規格確立。完成氣體純度檢測次系統之全金屬閥件/EP 等級管路/與轉接頭之設計、規格確認、與採購單開立，並完成與水氣分析儀/99.9997 % BIP Ar 鋼瓶氣源之連結、安裝。完成氫氣干擾源-水氣濃度之分析技術建立，水氣濃度隨流量降低而增加，於較高流量 25 sccm 時，兩回合之水氣濃度皆為 0.78 ppb；但低流量在 5 sccm 時因壓力較低，水氣分析儀之靈敏度較低，兩回合之水氣濃度有差異，但皆符合計畫目標 ($< 0.6 \text{ ppm}$)，亦即對應溫度範圍 (213 ~ 505) K 的水氣干擾源之不確定度為 (0.074 ~ 0.175) mK。

(4) 107 年行政院第二預備金：

經費規模為 2 億 6,065.5 萬元，旨在建置新質量系統的原級矽晶球質量標準、矽晶球表層質量量測系統及原級真空標準；新溫度絕對輻射溫度量測系統及熱電偶高溫校正系統；新電流系統的量化霍爾電阻系統及微電流標準；新物質量系統的質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術及光學法同位素比例量測技術；以及滿足 4 項 SI 新標準實驗室環境要求之建置。

在新質量標準建置部分，至 12 月底如期完成計畫規劃之 5 項查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成十克、一百克與一公斤質量比較儀設備驗收。衡量範圍 1000 g，允收標準：解析度 $1 \mu\text{g}$ ，重複性 $8 \mu\text{g}$ ；衡量範圍 100 g，允收標準：解析度 $0.1 \mu\text{g}$ ，重複性 $1 \mu\text{g}$ ；衡量範圍 10 g，允收標準：解析度 $0.1 \mu\text{g}$ ，重複性 $0.6 \mu\text{g}$ ，以及在原級真空標準建置方面，完成靜態膨脹真空原級標準系統設計與硬體建置，體積膨脹比介於 100 ~ 10000 之間，目標壓力量測範圍為 0.1 mPa ~ 1 kPa。

在新溫度標準建置部分，至 12 月底如期完成計畫規劃之 5 項查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成 (213 ~ 373) K 聲學共振頻率之擾動因子修正，並產出技術文件一份“聲學氣體溫度計 (213 ~ 373) K 實務架構解析與量測技術”，完成熱電偶高溫校正系統設備採購，並產出技術文件一份“熱電偶高溫系統組裝與操作程序”，完成輻射超高溫校正系統設備採購及驗收，並產出技術文件一份“高溫黑體爐組裝與操作程序”。

在新電流標準建置部分，至 12 月底如期完成計畫規劃之 4 項查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成免液氦 QHR 系統規格制訂及系統請購申請，及完成免液氦 QHR 電阻原級標準系統的建置與驗收，並確認系統量測變異範圍小於 $\pm 0.04 \mu\Omega/\Omega$ ，以及產出技術文件一份“免液氦量化霍爾電阻系統之操作與量測技術”。而在高電阻電橋系統建置部分則完成高電阻電橋系統規格制訂及請購申請及完成高電阻電橋系統建置與驗收，確認高電阻量測範圍為 100 k Ω 至 1 T Ω ，電橋比例量測準確度小於 5×10^{-6} 。

在新物質量部分，至 12 月底如期完成計畫規劃之 5 項查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成多接收器感應耦合電漿質譜儀、高解析感應耦合電漿質譜儀以及同位素比例分析設備規格制訂與採購申請，並於 12/15 完成測試驗收。完成溶解矽晶體之前處理技術並產出技術文件一份“四甲基氫氧化銨溶解矽晶體之前處理技術”。完成大氣樣品採樣蒐集與分析，樣品分析濃度為 $(215.60 \pm 0.83) \mu\text{mol/mol}$ 。完成主要成分之質量法濃度配製，配製濃度為 $(399.38 \pm 0.28) \mu\text{mol/mol}$ ，相對標準不確定度小於 0.5%，即擴充不確定度小於 1%，符合計畫規格。

(5) 107 經濟部科發：

經費規模為 9,099.4 萬元，執行期間為 107.06~108.06，至 12 月底完成 50% 之進度。執行內容除了以新質量矽晶球表層質量量測系統及新溫度聲學氣體溫度計量測系統、絕對輻射溫度量測系統關鍵設備建構，亦擴充至新電流系統。

在新質量標準建置部分，至 12 月止，本計畫共 2 個查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成矽晶球表層質量量測(III)請購申請以及完成整合型 XPS XRF 表層量測系統之真空次系統硬體組裝與各次模組運轉測試。

在新溫度標準建置部分，至 12 月止，本計畫共 3 個查核點，並符合設定的目標。完成之內容包括：完成圓柱體共振腔體、聲學/微波量測次系統、Huber 冷卻裝置、含真空泵/壓力計之氣體處理次系統之規格討論，9/28 英國國家物理研究院(NPL)已回覆同意製作，包含兩個次系統(準球形共振腔(213~373)K 與圓柱型共振腔(373~505) K)。另外，已完成參考新溫標定義購置高溫黑體爐與共晶點囊(共 3 組)及傳遞件(線性高溫計)規格確認與請購及完成絕對輻射溫度計幾何機構圖與委託加工製作。

在新電流標準建置部分，至 12 月止，本計畫共 3 個查核點，將提早完成計畫規劃之 2 項查核點，並符合設定的目標完成之內容包括：已完成低電阻電橋規格制訂及採購，12 月 14 日完成驗收程序並確認低電阻電橋比例量測準確度小於 6×10^{-6} 。

透過 SI 新標準之建置，以公正第三者角色提供標準量值至產業，確保國家研發與生產製造等活動之量測一致性及準確性。持續維持 CIPM MRA 之有效性，使全國認證基金會(TAF)認證之 2,000 家企業所屬實驗室每年超過 600 萬份以上的產品檢測報告得以與國際接軌，避免可能的技術性貿易障礙。此外，結合 TAF 認證資源協助產業外銷，使我國外銷產品可以一次檢測、通行全球，節省再檢之成本與風險，強化競爭力。

(二) 英文摘要

The mission of the National Measurement Laboratory (NML) of the R.O.C. is to enhance economic growth and improve quality of life through establishing a metrology framework that advances metrology science, assures measurement traceability and global conformity, and disseminates measurement standards and calibration services. With the established metrology framework, not only institutes a foundation of measurement science for the scientific and technological developments, the NML also strengthens industrial competitiveness in Taiwan.

Through years of developments, the NML has established national measurement standards in 15 fields of electricity, magnetics, microwave, luminous intensity, temperature, humidity, chemistry, vibration, acoustics, dimension, mass, force, pressure, vacuum, and flow. Based on the well-established national measurement standards, all traced to SI units (the International System of Units), primary calibration services are performed directly to over 2,000 companies or institutes in all industries. More than 6 million secondary calibration services annually are provided by certified laboratories nationwide through the traceability chain and transfer standards. With the signed “Mutual Recognition Arrangement (MRA) of the International Committee for Weights and Measures (CIPM),” the certified calibration reports issued by the NML are co-certified and recognized by the representatives of 104 institutes - from 59 Member States, 41 Associates of the CGPM (General Conference on Weights and Measures), and 4 international organizations - and covers a further 158 institutes designated by the signatory bodies. The global recognitions in measurement capability and certification services provided by the NML pave the way for the Taiwan’s products sold successfully in worldwide market without technical barriers of trade.

In the NML, the uncertainties, the sensitivities, and the range of validity associated with a measurement are studied. A central term is ‘traceability’ which means the ability to relate a measured value to a base unit definition of the SI system. Without this chain of traceability to the SI, there would be no quantitative means to assess how accurate the measured values are. Through the traceability to the SI system, it enables that only the statement of an uncertainty along with a measurement value determined using a certain method allows for the evaluation of the method in an objective way, and for comparing the results and the performance of different measurement methods.

The SI system with seven base units (second, metre, kilogram, ampere, kelvin, mole, and candela) was originally conceived as a system of measurement that was derivable from unchanging phenomena. Most recently in 1983, the “metre” is re-defined as the length of the path travelled by light in a vacuum in $1/299\,792\,458$ of a second, and leaves the prototype kilogram as the only artefact upon which the SI unit definitions depend.

The CIPM has proposed revised definitions of the SI base units for consideration at the 26th CGPM. It has been approved on November 16, 2018, and the new definitions will come into force on May 20, 2019. Of these seven base units, the kilogram, ampere, kelvin and mole will be redefined by choosing exact numerical values. If the proposed redefinition is accepted, the SI system will, for the first time, be wholly derivable from natural phenomena, which the kilogram for mass is redefined by the Planck constant h , the ampere for electric current is redefined by the elementary charge e , the kelvin for temperature is redefined by the Boltzmann constant k , and the mole for amount of substance is redefined by the Avogadro constant N_A , respectively. In order to maintain the integration of the metrology framework with an unbroken traceability chain to the New SI basis units, the NML is in urgent to implement the new technologies, new measurement standards and advance measurement systems in cooperation with the progress internationally made for the re-definition of 4 new SI units.

In response to the re-definition of 4 new SI units, the NML is developing the new technologies, new measurement standards and advance measurement systems with the total budget of 514 million NTD to ensure the integration of the unbroken traceability chain and the measurement accuracy in domestic industrial production. The developments are planned in five projects to complete the critical

systems and technologies in the time span from October of 2017 to the end of June in 2019.

In the kilogram for mass, redefined by the Planck constant h , the X-Ray Crystal Density method is used for realizing the redefined kilogram, so the mass is traced to the fixed value- the Planck constant. Based on the XRCD method, a new mass comparison system is built to disseminate the new mass standard to the industries. The budget of 243.45 million NTD will be spend for the acquisition of a highly enriched ^{28}Si silicon sphere primary mass standard, establishment of an integrated XRF XPS surface mass measurement system, a vacuum mass comparator, a primary vacuum standard system and other key equipments to complete the unbroken traceability chain for the new mass standards. Three major tasks are as follows: 1. Establishment of the silicon sphere primary mass standard with a target mass relative standard uncertainty of $\leq 5 \times 10^{-8}$ (with respect to 1 kg). 2. Establishment of silicon sphere surface mass measurement technique with a target surface mass relative uncertainty of technology $\leq 15\%$ (relative expanded uncertainty of technology $\leq 30\%$), which is corresponding to $\leq 3 \times 10^{-8}$ relative uncertainty contributed to the 1 kg. 3. Establishment of a primary vacuum standard using the static expansion method with a target vacuum range of 0.1 mPa to 1 kPa and a target relative uncertainty of (0.05 ~ 1.25) % (relative expanded uncertainty of (0.1 ~ 2.5) %).

In the kelvin for temperature redefined by the Boltzmann constant k , both of an acoustic gas thermometer and an absolute radiation thermometer are established to realize the new kelvin definition, that is, to be traceable to the Boltzmann constant. The budget of 144.788 NTD is for the acquisition of an acoustic gas system, a high temperature thermocouple calibration equipment, and a ultra-high temperature radiation calibration equipment to complete the unbroken traceability chain of the new kelvin standard with the temperature calibration range covering $-60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 3000\text{ }^{\circ}\text{C}$. The main tasks are: 1. Establishment of the acoustic gas thermometry measurement system to cover the temperature range of (213 ~ 505) K with measurement uncertainty of $u(T) \leq 2.0\text{ mK}$ (coverage factor $k = 1$). 2. Establishment of the absolute radiation temperature measurement system: the goal is to extend the temperature range to $\sim 3000\text{ }^{\circ}\text{C}$ with the measurement standard uncertainty less than $5.0\text{ }^{\circ}\text{C}$. 3. Establishment of the high temperature thermocouple calibration system to cover temperature range of (0.01 ~ 1492) $^{\circ}\text{C}$ with measurement standard uncertainty of (0.1 ~ 1) $^{\circ}\text{C}$.

In the ampere for electric current redefined by the elementary charge e , the measurement capability improvement of the Josephson voltage and quantum Hall resistance standard systems is required to ensure that the electric current standard can be traced to the new ampere standard of the elementary charge. The budget of 27.538 million NTD is planned for the acquisition of the liquid-helium-free quantum Hall resistance system in conjunction with the present high-accuracy Josephson voltage standard for the development of the electric current standard for the new SI definition. Three major tasks are as follows: 1. Establishment of the liquid-helium-free quantum Hall resistance primary system for upgrading the quantum Hall resistance system with resistance uncertainty less than $< 3 \times 10^{-8}\ \Omega/\Omega$ (expanded uncertainty less than $< 6 \times 10^{-8}\ \Omega/\Omega$.) 2. Establishment of the calibration procedures of low resistance bridge standard for high current standard at the resistance range from 0.1 m Ω to 1 Ω and current range from 100 A to 1000 A with resistance uncertainty less than $< 25\ \mu\Omega/\Omega$ (expanded uncertainty $< 50\ \mu\Omega/\Omega$). 3. Establishment of the high resistance bridge system for low current standard at the high resistance measurement range of the 100 k Ω to 1 T Ω with the accuracy of the ratio measurement of $< 5 \times 10^{-6}$.

In the mole for amount of substance redefined by the Avogadro constant N_A , the isotope ratio measurement technology is established to realize a new definition for the mole based on the Avogadro constant. The budget is 98.3 million NTD to include the acquisition of multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometer and isotope mass to accurately measure the molar mass of element and reduce the uncertainty of primary reference standards to match with the new definition for the mole. The main task is to complete a new system (the inorganic elements supply and certification system based on the static gravimetric method) with the addition service for the “isotope ratio measurement on samples.” The key technical objective is to establish the molar mass measurement technology for high purity and ^{28}Si -enriched crystal with uncertainty $< 10^{-7}$.

The critical equipment and subsystems for implementing the new and re-defined SI units will be ready by June, 2019. The subsequent tasks to complete the systems for the re-defined SI units are still required, such as systematic assessments of the systems, validation and uncertainty evaluations, and inter-laboratory comparisons, before being opened to services. The assessments and uncertainty evaluations of the systems are generally required approximately 1 to 1.5 year. After the evaluations, all systems are requested to participate inter-laboratory comparisons to ensure that the measurement capabilities of the systems are consistent with global NMI’s measurement capabilities. To disseminate the new standards, based on the technology adopt for the New SI units, to the customers, calibration systems within the traceability chain are also required to perform measurement uncertainty re-evaluation.

Based on the budget of total 514 million NTD, the establishment of the critical equipment and subsystems for the re-defined SI units and the corresponding technology is conducted in 5 government projects. The establishment is started in order of ‘kilogram for mass’, ‘kelvin for temperature,’ ‘the ampere for electric current,’ and ‘the mole for amount of substance,’ based on the budget scale, approval time, and the technology readiness of the 4 new SI units. Estimated around 82 % will be spent on the critical equipment of the systems.

The 5 projects are (1) 106 National Measurement Laboratory Operation and Development Project (40 million NTD): prioritizing in the redefinition of kilogram for developing the silicon sphere surface mass measurement technology and requesting technology-transfer of XRF XPS silicon surface mass measurement from the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) in Germany. (2) 106 Executive Yuan’s National Science and Technology Development Fund Project (78.8 million NTD): to establish the primary silicon sphere mass standard and the silicon sphere surface mass measurement system. (3) 107 National Measurement Laboratory Operation and Development Project (43.627 million NTD): to establish the primary silicon sphere mass standard, the silicon sphere surface mass measurement system, and the acoustic gas temperature measurement system. (4) 107 Secondary Reserve Fund (266.55 million NTD) is merged to the fifth sub-project of the 107 National Measurement Laboratory Operation and Development Project. This project covers all 4 new SI units, such as the primary silicon sphere mass standard, the primary vacuum standard of the new mass system, the absolute radiation temperature measurement system, the high temperature thermocouple calibration system, the quantum Hall resistance system and the low current standard system, multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometer and isotope mass for the molar mass of element and reduce the uncertainty of primary reference standards to match with the new definition for the mole, as well as the establishment

of laboratory environments to meet all 4 new SI units' requirements. (5) 107 Ministry of Economic Affairs Science Project (90.994 million NTD): in addition to establish the silicon sphere surface mass measurement system, the acoustic gas temperature measurement system, and the absolute radiation temperature measurement system, the project is expanded to include the critical equipment of the Josephson voltage and quantum Hall resistance standard systems for the ampere redefined by the elementary charge.

(1) 106 National Measurement Laboratory Operation and Development Project:

The budget of the project is 40 million NTD, and the main contents of the project include: prioritizing in the redefinition of kilogram for developing the silicon sphere surface mass measurement technology and requesting technology-transfer of XRF XPS silicon surface mass measurement from the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) in Germany

(2) 106 Executive Yuan's National Science and Technology Development Fund Project:

In the project (2) 106 Inter-Ministerial programme, the accomplishments are summarized as below. Establishing the XRCD method for the kilogram of the mass is redefined by the Planck constant h is the primary mission with budget scale of 78.8 million NTD for the acquisition of enriched silicon sphere, high vacuumed mass comparator and the silicon sphere surface mass measurement system to ensure the integration of the measurement traceability of the redefined mass standards. The goals of the project are: 1. Establishment of the silicon sphere primary mass standard with a relative uncertainty of $\leq 5 \times 10^{-8}$. 2. Establishment of silicon sphere surface mass measurement technique with a target surface mass relative uncertainty of technology $\leq 15\%$ (relative expanded uncertainty of technology $\leq 30\%$), which is corresponding to $\leq 3 \times 10^{-8}$ under 1 kilogram. Additionally, establishment of measurement laboratory for silicon sphere primary mass standard measurements with temperature control of $(20 \pm 0.3)^\circ\text{C}$, relative humidity control of 40% to 60% and independent vibration isolation foundation platform is also included.

The progress has met the set targets of the project and the total 6 checkpoints were completed on time. The implementation result of the project include: completions of the silicon sphere mass comparator and laboratory environment design, and procurement for both mass comparator and laboratory construction, completion of the silicon sphere cleaning process and standard procedures, Completion of the vacuum compatible kilogram mass comparator, the maximum load is 1001.5 g, the repeatability is 500 ng and the vacuum pressure 10^{-4} Pa and in ^{28}Si highly enriched silicon sphere primary mass standard, a ^{28}Si highly enriched silicon sphere has been fabricated with the following measured mass determining parameters: the ^{28}Si isotope ratio is 99.9985502(80) % ($k = 2$), the unroundness is $(25.0 \pm 2.3)\text{ nm}$, the surface roughness is $(0.196 \pm 0.024)\text{ nm}$, and the mass relative standard uncertainty is evaluated to be 2.5×10^{-8} (with respect to 1 kg), which complies with the goal of the project. In addition, also completion of the silicon sphere surface mass measurement system and laboratory design with related engineering drawings, The specifications of the laboratory environment are divided into two parts: the area where the mass comparator is placed consists of ambient temperature for $(20.0 \pm 0.3)^\circ\text{C}$ and ambient humidity for $(50 \pm 10)\%$ RH; the area where silicon sphere is cleaned and silicon sphere surface mass measurement is performed consists of environment

temperature for $(20.0 \pm 1.0) \text{ }^\circ\text{C}$, and ambient humidity for $(50 \pm 10) \text{ \% RH}$. In addition, also completed establishment of silicon sphere surface mass measurement technique with a target surface mass relative uncertainty of technology of $\leq 30 \text{ \%}$, which is corresponding to $\leq 3 \times 10^{-8}$ under 1 kilogram.

(3) 107 National Measurement Laboratory Operation and Development Project:

The budget of the project is 43.627 million NTD, and the main contents of the project include: to establish the primary silicon sphere mass standard, the silicon sphere surface mass measurement system, and the acoustic gas temperature measurement system.

For the job items in “New mass” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 4 planned checkpoints will be completed on time. The implementation results of the 4 checkpoints were the completions of the sorption effect experiments, and a target sorption mass relative uncertainty is $< 65\%$. Additionally, the procurement for the ultra-high vacuum system for X-ray fluorescence spectroscopy and X-Ray photoelectron spectroscopy surface mass measurement system is completed.

For the job items in “New temperature” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 4 planned checkpoints will be completed on time. The first accomplished result was the completion of the specification confirmation and placing the order for quasi-spherical resonator (QSR). The confirmed specifications of QSR included it is used for acoustic radial resonance mode, and has internal surface roughness of nanometer’s dimension, dimensional tolerance of less than $3 \text{ }\mu\text{m}$, and inclusive of installed sensors withstand the maximum temperature of 373 K . The second accomplished result was the fulfillment of the installation of the subsystem for gas purity detection, which included the design, specification confirmation, purchase of the full-metal valves/EP-grade pipeline/adapters, and completion of the connection and installation with the moisture analyzer as well as the $99.9997 \text{ \% Ar BIP}$ cylinder gas source. The third achieved result was accomplishing the establishment of analysis technology on the moisture concentration in Ar gas, which were inclusive of completing the design and construction of pre-installed gas purity detection subsystem, studying on the relationship between moisture concentration and gas flow rate of $(5 \sim 25) \text{ sccm}$. All the detected moisture concentrations meet the project goal ($< 0.6 \text{ ppm}$), and that means the uncertainty is within $(0.074 \text{ mK} \sim 0.175 \text{ mK})$ when the working temperature ranges from 213 K to 505 K .

(4) 107 Secondary Reserve Fund

In the project (4) 107 Secondary Reserve Fund which the budget is 266.55 million NTD, it covers all 4 new SI units. The goals of the project are: the primary silicon sphere mass standard, the primary vacuum standard of the new mass system, the absolute radiation temperature measurement system, the high temperature thermocouple calibration system, the quantum Hall resistance system and the low current standard system, multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometer and isotope mass for the molar mass of element and reduce the uncertainty of primary reference standards to match with the new definition for the mole, as well as the establishment of laboratory environments to meet all 4 new SI units’ requirements.

For the job items in “New mass” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 5 planned checkpoints will be completed on time. The implementation results of the 5 checkpoints were the completions of procurement for the 1 kg mass comparator fully automated measurement system (the repeatability is 8 μg and the resolution is 1 μg), the 100 g mass comparator fully automated measurement system (the repeatability is 1 μg and the resolution is 0.1 μg), and the 10 g mass comparator fully automated measurement system (the repeatability is 0.6 μg and the resolution is 0.1 μg). Additionally, in the primary vacuum standard, a static expansion vacuum standard system is designed and its hardware construction is completed. The volume expansion ratio is between 100 ~ 10000, and the target pressure measurement range is 0.1 mPa ~ 1 kPa.

For the job items in “New temperature” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 5 planned checkpoints will be completed on time. The implementation results of the 5 checkpoints were the completions of the perturbation correction on Acoustic Resonance Frequency in temperature the range of (213 ~ 373) K, and produces a technical document entitled as “Practice architecture analysis and measurement technology on the Acoustic Gas Thermometer in temperature the range of (213 ~ 373) K”. Moreover, the other implementation results were the completions of procurement for the high temperature thermocouple calibration system. The acceptance procedure of the high temperature thermocouple calibration system is expected to be completed on December 12, and produces a technical document entitled as “Installation structure and the operation procedure of the high temperature thermocouple system”. Meanwhile, the other implementation results were the completions of procurement for the ultra-high temperature radiation calibration system. The acceptance procedure of the ultra-high temperature radiation calibration system is completed on December 12, and produces a technical document entitled as “Installation structure and the operation procedure of the high temperature black furnace.

For the job items in “New Electric Current” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 4 planned checkpoints will be completed on time. The implementation results of the 4 checkpoints were the completions of specification design and procurement for the liquid helium free QHR system. The acceptance procedure of the liquid helium free QHR system is completed on December 21 as a technical document entitled as “Operation and measurement technology of the liquid helium free Quantum Hall Resistance system”, and the system measurement deviation should be less than $\pm 0.04 \mu\Omega/\Omega$. Moreover, the other implementation results were the completions of specification design and procurement for the high resistance bridge system. The acceptance procedure of the high resistance bridge system is completed on December 14, and the accuracy of ratio measurement should be less than 5×10^{-6} in the high resistance range of 100 k Ω to 1 T Ω .

For the job items in “New amount of substance” standard, the all planned checkpoints of the sub-project of establishment the measurement technology of induced plasma mass spectrometry (ICP-MS) and the sub-project of establishment the isotope-ratio measurement technology will be completed on time. The implementation results of the above checkpoints were the completions of specification design and procurement for the multi-collector ICP-MS, high resolution ICP-MS and isotope-ratio measurement system. The acceptance procedure of the above devices and system are completed on

December 15. Another implementation results were the completions of the silicon sample pre-treatment procedure establishment as a technical document entitled as “Pretreatment technology of tetramethylammonium hydroxide to dissolve silicon crystal”. The other implementation results were the completions of atmosphere sample collection and analysis, and CO₂ concentration of the collected sample is $(215.60 \pm 0.83) \mu\text{mol/mol}$. Moreover, the other implementation results were the completions of the preparation of major component standard with gravity method and the prepared standard concentration is $(399.38 \pm 0.28) \mu\text{mol/mol}$, and the relative expansion uncertainty was less than 1%, which was in accordance with the project specifications.

(5) 107 Ministry of Economic Affairs Science Project

In the project (5) 107 Ministry of Economic Affairs Science Project which budget is 90.994 million NTD and the execution time will continued to the end of June in 2019. In the project, the main contents are establishing the silicon sphere surface mass measurement system, the acoustic gas temperature measurement system, and the absolute radiation temperature measurement system, the project is expanded to include the critical equipment of the Josephson voltage and quantum Hall resistance standard systems for the ampere redefined by the elementary charge.

For the job items in “New mass” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 2 planned checkpoints will be completed on time. The implementation results of the 2 checkpoints were the completions of procurement for the silicon sphere surface layer mass analysis instrumentation (III) and the testing of a vacuum subsystem of an integrated XRF XPS surface mass measurement system.

For the job items in “New temperature” standard, until the end of this December, the progress has met the set targets of the project that all 3 planned checkpoints will be completed on time. The implementation results of the 3 checkpoints were the completions of the specification discussion of cylindrical resonant, acoustic/microwave measurement subsystem, cooling equipment, gas treatment subsystem with vacuum pump/pressure gauge, and NPL agreed to our order which included two subsystems (the quasi-spherical resonant (213 ~ 373) K from the cylindrical resonator (373 ~ 505) K on September 28th. In addition, the other implementation results were the completions of procurement for the high temperature black furnace and the eutectic fixed-point cells (3 sets of cells) and the transfer item (optical pyrometer) by referring the definition of the new temperature scale”, and “completions of the geometric diagram of mechanism for the absolute radiation thermometer and contracted processing and manufacturing”.

For the job items in “New Electric Current” standard, until this December, the progress has met the set targets of the project that all 2 planned checkpoints of the total 3 checkpoints will be early completed. The first implementation results of the 2 checkpoints were the completions of specification design and procurement for the low resistance bridge system. The acceptance procedure of the high resistance bridge system is expected to be completed on December 14, and the accuracy of ratio measurement should be less than 6×10^{-6} .

Through the establishment of the re-definition 4 new SI units, the new standards and corresponding calibration services will be provided to ensure the measurement consistency and

accuracy for the manufacturing processes and R&D developments in industries. Additionally, the establishment of the new SI units will maintain the effectiveness of the signed CIPM MRA continuously, so more than 6 million calibration reports in each year certified by 2000 laboratory or enterprises, which are accredited by the Taiwan Accreditation Foundation (TAF), can be recognized globally to avoid possible technical barriers of trade. With globally recognized reports in hands, the export products from Taiwan can be qualitatively and quantitatively evaluated at once locally and recognized nationally to save cost and avoid risks of re-inspection. As a result, the industry's competitiveness is strengthened.

(三) 關鍵字

公斤重新定義(Kilogram Redefinition)、X 光晶體密度法(X-ray Crystal Density Method)、矽 28 高度純化矽晶球(Highly Enriched ²⁸Si Silicon Sphere)、吸附效應(Sorption Effect)、原級質量標準(Primary Mass Standard)、表層質量分析(Surface Mass Analysis)

一、前言

依據我國度量衡法第 4 條「度量衡專責機關得設國家度量衡標準實驗室，負責全國度量衡最高標準之研究實驗、建立、維持、保管、供應、校正及其他相關事宜。」中央政府度量衡專責機關-經濟部標準檢驗局於民國 78 年起，以委辦計畫方式，委託工研院量測中心，建立並維持國家度量衡標準實驗室(National Measurement Laboratory, NML)之運作，執行至今已 30 年。NML 透過追溯至 SI (International System of Units)基本單位，建立計量追溯基磐，維持計量主權完整；藉由計量標準之建置，提供精準之計量標準與技術，服務國內產業。除持續建立與維持我國國家計量追溯基磐外，也積極接軌國際，強化我國計量標準的國際等同與相互承認。多年來計已達成若干重要里程碑，例如：加入國際度量衡大會(General Conference on Weights and Measures, CGPM)成為仲會員(Associate Member)，簽署國際度量衡委員會(International Committee for Weights and Measures, CIPM)主辦之國家計量標準相互認可協議(Mutual Recognition Arrangement, MRA)，使得 NML 提供給國內產業之校正報告得以通行全球。而透過國際度量衡局(Bureau international des poids et mesures, BIPM)的關鍵比對(Key comparison, KC)，除可直接證明 NML 之量測能力外，亦維持 MRA 之效力，促使國家品質基磐與國際接軌，協助產業界在邁向全球貿易之過程，減少技術貿易障礙(Technical Barriers to Trade, TBT)。NML 建立與維持之國家計量追溯基磐，提供我國生產經營服務活動所需的最高檢測依據，藉由實現準確量測，保證產品品質及安全，協助推動科技進步和技術創新，保障國家經濟社會發展。

國際度量衡大會已於 2018 年 11 月 16 日第 26 屆大會上通過 SI 基本單位新定義，將於 2019 年 5 月 20 日實施，屆時 7 個 SI 基本單位都將以“定值”的物理常數來定義，其中秒(時間)、公尺(長度)、燭光(光強度)已經符合新定義之要求，其餘 4 項基本單位，包括公斤(質量)將以普朗克常數 h 定義、安培(電流)將以基本電荷 e 定義、克耳文(溫度)將以波茲曼常數 k 定義、莫耳(物質量)將以亞佛加厥常數 N_A 定義，如下表 1-1 所示。為維持計量主權完整之計量基磐，自主追溯至 SI 基本單位，NML 必須及時因應，與國際同步實行 4 項 SI 單位的重新定義，建立我國最高追溯標準。以質量標準為例，我國現有 78 號鉑銻合金國際公斤原器，將隨新定義頒布實施而降為二級標準。若未及時建立符合新定義之新質量標準，NML 將無法自主追溯至 SI 基本單位，而必須追溯至具有能力之國家計量機構(National Measurement Institute, NMI)，以維持 MRA 之有效性，例如德國 PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt)、美國 NIST (National Institute of Standards and Technology)、日本 NMIJ (National Metrology Institute of Japan)或是中國大陸 NIM (National Institute of Metrology)等，而喪失國家計量主權的完整性。除影響國家權益外，業界必須將產品送至其他國家之 NMI 校正，廠商勢必額外耗費大量時間成本、校正費用等，影響產業權益至鉅。如下圖 1-1 所示，如我國計量標準降為二級標準，業者為確保準確性，尋求其他 NMI 校正服務。而先進國家校正費用高出我國甚多，如送校美國 NIST 整體費用約為送校 NML 的 30 倍，選擇德國 PTB 則是 NML 的 10 倍，選擇日本則是 NML 的 5 倍。廠商在考量成本下，選送最便宜且臨近的中國計量院(NIM)校正，則將會喪失我國計量自主性。

表 1-1、預定 2019 年開始實施的 SI 新定義

基本單位	新舊定義對照	
second (秒), s	舊	$\Delta\nu(^{133}\text{Cs})_{\text{hfs}}$ 一秒等於銻 133 原子於基態之兩超精細能階間躍遷時所放出輻射之週期的 9 192 631 770 倍時間。
	新	(定義未改變)
meter (米), m	舊	c 光在真空中於 299 792 458 分之一秒時間內所行經的距離。
	新	(定義未改變)
kilogram (公斤), kg	舊	$m(\text{K})$ 一公斤等於國際公認原器之質量。唯一由人工製品所定義的基本單位。
	新	h Planck constant (普朗克常數) 將普朗克常數 h 固定為 $6.626\ 070\ 15 \times 10^{-34}$ J s, J s 等於 $\text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$ 。
ampere (安培), A	舊	μ_0 一安培等於二條截面積為圓形無限長且極細之導線，相距一公尺平行放置於真空中，通以同值恒定電流時，使每公尺長之導線間產生千萬分之二牛頓作用力之電流。
	新	e Elementary charge (基本電荷) 將基本電荷 e 固定為 $1.602\ 176\ 634 \times 10^{-19}$ C, C 等於 A s。
kelvin (克耳文), K	舊	T_{TPW} 1 K 等於水在三相點熱力學溫度之 1/273.16
	新	k Boltzmann constant (波茲曼常數) 將波茲曼常數 k 固定為 $1.380\ 649 \times 10^{-23}$ J K ⁻¹ , J K ⁻¹ 等於 $\text{kg m}^2 \text{s}^{-2} \text{K}^{-1}$ 。
mole (莫耳), mol	舊	$M(^{12}\text{C})$ 一莫耳為物質系統中所含之基本顆粒數等於碳十二之質量為千分之十二公斤時所含原子顆粒數之物質質量。
	新	N_A Avogadro constant (亞佛加厥常數) 將亞佛加厥常數 N_A 固定為 $6.022\ 140\ 76 \times 10^{23}$ mol ⁻¹ 。
candela (燭光), cd	舊	K_{cd} 一燭光等於頻率 540 太赫(THz)之光源發出之單色輻射，在一定方向每立徑之放射強度為 1/683 瓦特之發光強度。
	新	(定義未改變)

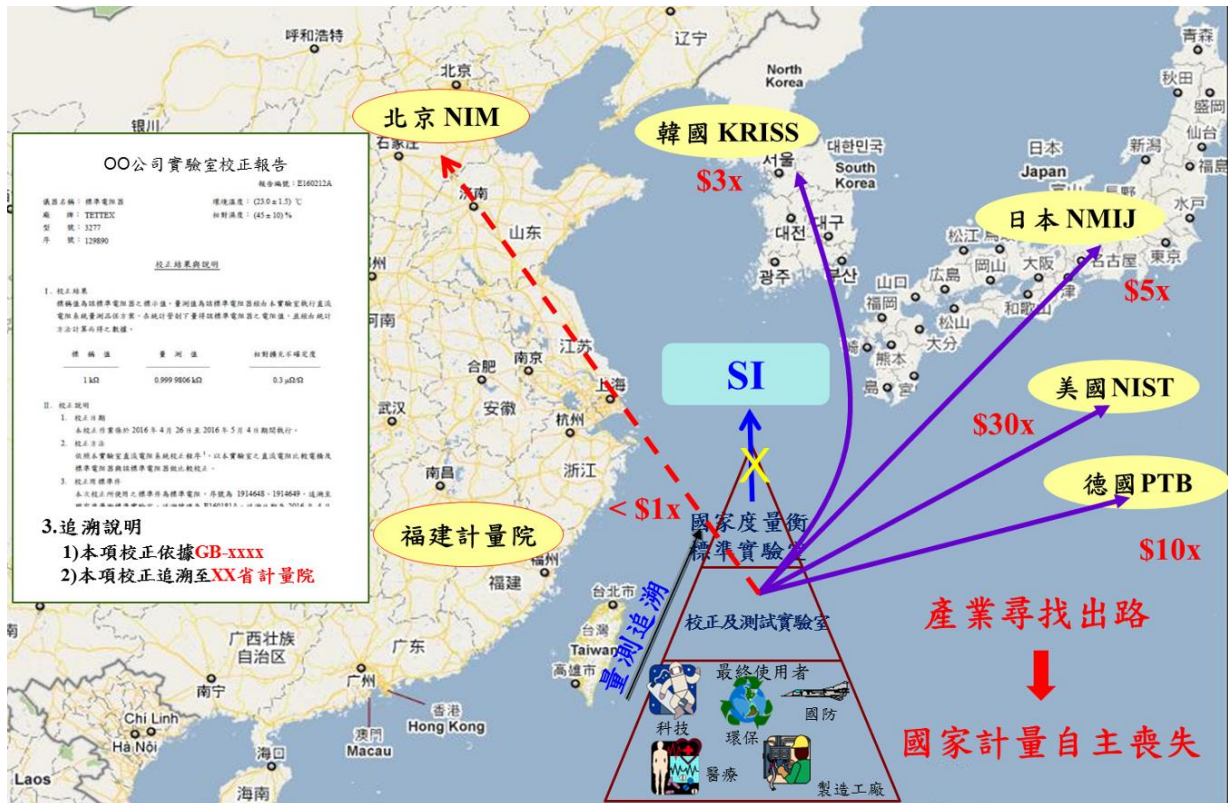


圖 1-1、計量標準追溯之影響

國際度量衡委員會對公斤(質量)、克耳文(溫度)、安培(電流)、莫耳(物質)等 4 項 SI 基本單位提出新定義，由此 4 項基本單位所推導出的導出單位(例如電阻、速度，密度、照度等)幾乎涵蓋所有計量領域，應用於我國所有產業。根據內部統計資料，NML 共累計提供我國約 2400 家廠商符合 SI 定義之校正追溯服務，其中，舉例來說，屬電腦資訊產業約 150 家、半導體產業約 155 家、機械產業約 157 家及光電產業約 200 家。上述所統計之廠家幾乎涵蓋該產業之龍頭及所有重要廠家，即這些廠家的總產值幾乎為該產業的總產值。以相關產業調查機構所公布的資訊，我國電腦資訊業產值約新臺幣 4500 億元、半導體業產值約新臺幣 2.4 兆元、機械業產值約新臺幣 9900 億元、光電業產值約 2 兆元。而根據工研院 IEK (Industrial Economics and Knowledge Center)的估計，我國製造業 2018 年的總產值約為新臺幣 18 兆元。

因此，為因應 4 項 SI 基本單位定義之變革，保障國內產業生產設備、儀器準確度校正及追溯，提升 Made In Taiwan (MIT)產品品質以確保國際競爭力，國家度量衡標準實驗室(NML)規劃將執行以下對應之 4 項工作，使我國計量標準符合 SI 新定義：(1) 建立 X 光晶體密度法，追溯至普朗克常數實現新公斤定義；並依新追溯方式，建置質量比較系統，將新質量標準傳遞至需求產業。經費規模 2 億 4345 萬元，包含購置超純化矽晶球、XRF (X-ray Fluorescence Spectroscopy) XPS(X-Ray Photoelectron Spectroscopy)表面質量分析儀、質量比較儀及超高真空腔等關鍵設備，建置完整追溯體系，確保我國質量標準追溯不受新定義影響；(2) 建立聲學氣體溫度計及絕對輻射溫度計實現新克耳文定義，追溯至波茲曼常數。經費規模 1 億 4,478.8 萬元，包含購置聲學共振腔、熱電偶高溫校正系統設備、輻射超高溫校正系統設備，完整構建新

溫度校正追溯鏈，溫度範圍涵蓋-60°C~3000°C；(3) 提升約瑟夫森電壓及量化霍爾電阻標準之能力，以追溯至基本電荷之新安培標準。經費規模 2,753.8 萬元，包含購置免液氦量化霍爾電阻系統，搭配約瑟夫森電壓標準，建立完整符合產業需求並與新定義接軌之電流標準。(4) 建立同位素比例量測技術，實現追溯至亞佛加厥常數之新物質量標準。經費規模 9,830 萬元，包含購置多接收器感應耦合電漿質譜儀及同位素質譜儀建立新物質量標準，準確量測元素物質莫耳質量，降低標準參考物質濃度計量追溯之不確定度，建立符合 SI 新定義之物質量標準。

4 項 SI 新標準建立之關鍵系統，硬體建置所需經費 5.14 億元，分由 5 項專案計畫執行。依每一計畫經費額度、爭取獲得的時間前後(請參照圖 1-2)，以及 4 項 SI 新標準技術取得之完整性與可行性，整體 5 項政府專案計畫及經費的規劃上，依序完成新質量、新溫度、新電流、新物質量等關鍵系統之硬體建置(佔總經費 82%)與量測技術建立。5 項專案計畫分別是(1) 106 年分攤款(4,000 萬元)-併入 106 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫運作，優先處理新質量矽晶球表層質量量測系統技術中的光電子頻譜分析儀(含 XFlash 矽漂移偵測器)設備購置(1 項)及自德國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表層質量量測技術。以及，新溫度系統中之氣體分析儀與溫度定點 2 項關鍵設備建構。(2) 106 年跨部會署科發基金計畫(7,880 萬元)，執行期間為 107.02~12，主要工作為建立原級矽晶球質量標準及矽晶球表面質量量測系統，以新質量系統之關鍵設備建構(2 項)為主。(3) 107 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫(4,362.7 萬元)，執行期間為 107.01~12，以新質量中原級矽晶球質量標準及矽晶球表面質量量測系統的關鍵設備之 3 項關鍵設備，及新溫度中聲學氣體溫度計量測系統之 1 項關鍵設備建構為主。(4) 107 經濟部科發(9,099.4 萬元)，執行期間為 107.07~108.06。除了以新質量矽晶球表層質量量測系統(1 項)及新溫度聲學氣體溫度計量測系統、絕對輻射溫度量測系統(5 項)之關鍵設備建構，亦擴充至新電流系統之大電流標準(關鍵設備 1 項)。(5) 107 年行政院第二預備金(2 億 6,065.5 萬)，併入 107 年國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫第五分項執行，執行期間為 107.07~12。執行內容以補足在(1)~(4)項計畫內尚缺乏之關鍵設備建構一共 17 項，涵蓋新質量系統的原級矽晶球質量標準、矽晶球表層質量量測系統及原級真空標準共 4 項；新溫度絕對輻射溫度量測系統及熱電偶高溫校正系統共 2 項；新電流系統的量化霍爾電阻系統及微電流標準共 4 項；新物質量系統的質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術及光學法同位素比例量測技術共 4 項；以及滿足 4 項 SI 新標準實驗室環境要求之建置 3 項等。

5 項政府專案計畫執行時程橫跨 106 年 10 月至 108 年 6 月，各項計畫之經費規劃與關鍵目標如下圖 1-2 及表 1-2。四項新標準系統之硬體建置將於 108 年 6 月以前完成，但後續各系統仍需進行系統評估、查驗及國際比對等工作後方可對外開放服務，系統各項工作之規劃時程如圖 1-3。

在新質量部分，以三項工作為主，分別是：1. 原級矽晶球質量標準建置，目標為建立高純度矽晶球質量原級標準，質量標準不確定度^[註]為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，其相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)。2. 矽晶球表層質量量測系統技術建立，目標是完成矽晶球表層質量量測系統，表層質量相對標準不確定度 $\leq 15\%$ ，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$ 。3. 原級真空標準建置，目標是建立壓力校正範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，相對標準

不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度為(0.1 ~ 2.5) %的靜態膨脹真空標準系統與技術。整體將完成 3 套系統之更新，包括公斤質量量測系統(M02)、小質量量測系統(M01)及真空比較校正系統(L01)，各系統之評估及查驗時程預估時間為 1 ~ 1.5 年，並規劃參加兩項國際比對，確保量測系統之能力與全球量測能力一致。為配合引用新技術實現新質量標準，參考新質量標準實施後之校正追溯練(至客戶端)，前述三套系統更新後之規格及系統追溯圖如圖 1-4 所示。

在新溫度部分，以三項工作為主，分別是：1. 聲學氣體溫度計量測系統建置，目標是完成建立(213 ~ 505) K 聲學氣體溫度計量測系統，量測不確定度： ≤ 2.0 mK (涵蓋因子 $k = 1$)。2. 絕對輻射溫度量測系統建置，擴建溫度範圍至 ~ 3000 °C，標準不確定度小於 5.0 °C。3. 熱電偶高溫校正系統建置，溫度範圍涵蓋(0.01 ~ 1492) °C，標準不確定度為(0.1 ~ 1) °C。整體將完成 1 套系統(白金電阻溫度計定點量測系統(T05))之更新及 2 套系統(輻射溫度計量測系統(T01)、熱電偶溫度計量測系統(T03))之擴建，各系統之評估及查驗時程預估時間為 1 ~ 1.5 年，並規劃參加三項國際比對，確保在量測能力擴充的範圍內與全球量測能力一致。此三套系統主要係配合新溫度標準量測方法的更新，進行系統能量之擴充，系統更新及擴充後之規格及系統追溯圖如圖 1-5 所示。

在新電流部分，以三項工作為主，分別是：1. 量化霍爾電阻系統精進，建立免液氦量化霍爾電阻系統原級標準系統，電阻校正之標準不確定： $< 3 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 6 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ 。2. 大電流標準建置，完成低電阻電橋標準校正程序建立，電阻量測範圍 0.1 m Ω to 1 Ω ，電流量測範圍 100 A to 1000 A，電阻校正之標準不確定： $< 25 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 50 \mu\Omega/\Omega$ 。3. 微電流標準建置，建立用於微電流標準之高電阻電橋系統，高電阻量測範圍 100 k Ω to 1 T Ω ，電橋之比率量測準確度 $< 5 \times 10^{-6}$ 。因此，預期完成 3 套系統之更新，包括量化霍爾電阻量測系統(E24)、直流電阻量測系統(E13)及直流高電阻量測系統(E14)，各系統之評估及查驗時程預估時間為 1 年 ~ 1.5 年，並規劃參加雙邊國際比對，以確保量測系統之能力與全球量測能力一致。此三套系統主要係配合新電流標準的不確定度要求，進行相關系統及設備之更新，更新後之規格及系統追溯圖如圖 1-6 所示。

在新物質部分，主要工作是將完成 1 套系統之新建，新增同位素標準品之服務，關鍵技術目標為建立質譜法高純度 ^{28}Si 富集晶體之莫耳質量量測技術，其相對標準不確定度 $< 10^{-7}$ 。系統之評估及查驗時程預估時間為 1.5 年，並規劃於完成系統評估後，參加雙邊國際比對，擴充後之規格及系統追溯圖如圖 1-7 所示。

註：

- 標準不確定度 (standard uncertainty)：

以一倍標準差表示量測結果的不確定度，稱為「標準不確定度」。亦即，受測量會落在(量測平均值 \pm 標準不確定度)區間內的機率約為 68 %。

ISO/IEC Guide 98-3:2008

2.3.1: standard uncertainty

uncertainty of the result of a measurement expressed as a standard deviation

- 擴充不確定度 (expanded uncertainty) :
將標準不確定度擴充為可涵蓋較大機率的區間，稱之為「擴充不確定度」，擴充不確定度通常以約 95 % 的信賴水準來表示。亦即，受測量會落在(量測平均值±擴充不確定度)區間內的機率約為 95 %。

ISO/IEC Guide 98-3:2008

2.3.5: expanded uncertainty

quantity defining an interval about the result of a measurement that may be expected to encompass a large fraction of the distribution of values that could reasonably be attributed to the measurand

- 相對標準不確定度 (relative standard uncertainty) :
將標準不確定度除以其對應的量測值，換算為相對型態或百分比，稱之為「相對標準不確定度」。
- 相對擴充不確定度 (relative expanded uncertainty) :
將擴充不確定度除以其對應的量測值，換算為相對型態或百分比，稱之為「相對擴充不確定度」。

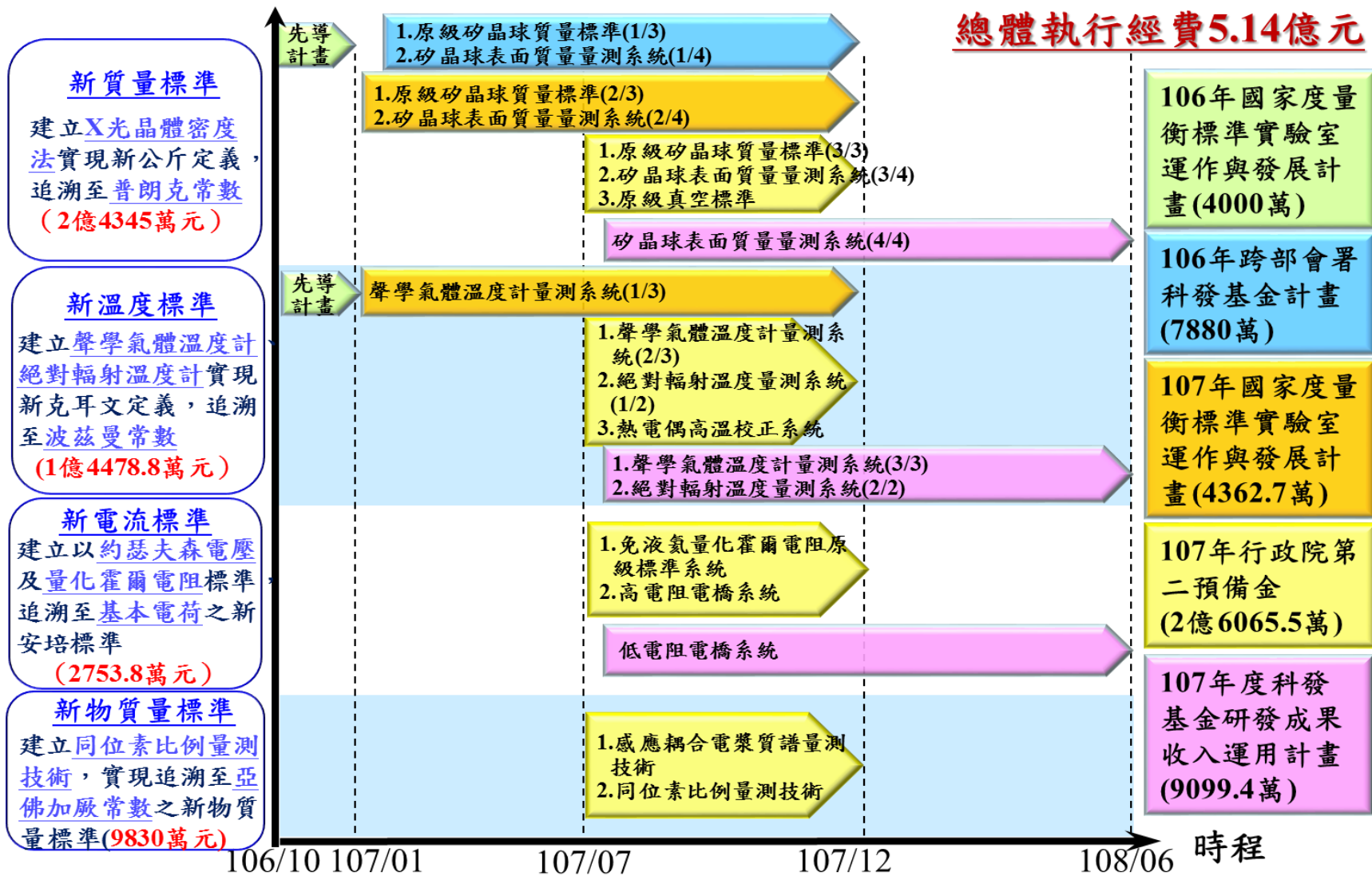


圖 1-2、四項 SI 建置經費規劃及執行時程

表 1-2、四項 SI 建置各計畫之計畫目標與執行內容

名稱	工作項目	106 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部 會署科發基金 計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政 院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發 基金研發成果 收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
新 質 量 標 準	(1) 原級矽晶球質量標準建置					
	A. 高純度矽晶球質量原級標準規格制訂與採購申請，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)		✓			
	B. 完成真空相容質量比較儀規格制訂與系統採購，並完成實驗室環境建置，腔體真空度可達 0.1 mPa，質量補償範圍 1.5 g，質量解析度 100 ng		✓			
	C. 建立質量標準真空至大氣導引技術，完成法碼氣體吸附效應量測流程建置		✓			
	D. 完成吸附效應量測實驗，吸附質量相對標準不確定度小於 65%			✓		
	E. 完成 1 mg 至 1 kg 質量導引系統採購與驗收				✓	
	(2) 矽晶球表層質量量測系統技術建立					
	A. 完成矽晶球表面光電子頻譜分析儀(含 XFlash 矽漂移偵測器)設備購置及自德國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表層質量量測技術	✓				
	B. 完成系統設計與各次系統規格訂定，目標表層質量相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$		✓			
	C. 建立矽晶球表面水層、碳化汙染層與氧化層定量量測技術，完成螢光頻譜與電子頻譜數據分析軟體建置		✓			
	D. 完成矽晶球表層質量量測系統實驗室環境建置(溫度 $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ 、相對濕度 40 %至 60 %，並提供獨立地基之隔振基礎平台)建置		✓			
	E. 完成整合 X 光光電子頻譜與 X 光螢光頻譜表層分析儀之超高真空腔體與五軸樣品移動座採購與驗收			✓		
	F. 完成整合型 XRF XPS 表層質量分析系統之真空樣品傳輸腔體測試，真空度小於 10^{-5} Pa				✓	

名稱	工作項目	106 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部 會署科發基金 計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政 院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發 基金研發成果 收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
	G. 完成 X 光光電子頻譜與 X 光螢光頻譜技術表層分析儀系統整合					✓
	H. 完成矽晶球表層質量量測評估，表層質量量測範圍大於 10 μg ，相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$					✓
	(3) 原級真空標準建置					
	A. 完成靜態膨脹真空標準系統與技術建立，壓力校正範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %				✓	
新溫度標準	(1) 聲學氣體溫度計量測系統建置					
	A. 完成氣體分析儀(I)-H ₂ O 濃度分析與溫度定點(I)-Ag、Al、Zn、In 定點採購	✓				
	B. 完成聲學氣體溫度計共振腔體採購與組裝，溫度範圍(213 ~ 373) K，溫度穩定度 $\leq \pm 5$ mK			✓		
	C. 建立工作氣體純度分析技術，可量測水氣最小濃度 0.6 ppm			✓		
	D. 建立聲學共振頻率量測與修正技術及共振腔於(213 ~ 373) K 溫度範圍之溫度穩定性評估技術				✓	
	E. 建立(213 ~ 505) K 聲學氣體溫度計量測系統，量測不確定度: $u(T) \leq 2.0$ mK (涵蓋因子 $k=1$)					✓
	(2) 絕對輻射溫度量測系統建置					
	A. 建立絕對輻射溫度量測技術，溫度點為銻碳合金(Re-C 2474 °C) 定點。確定高溫共晶點銻碳合金(Re-C；2474 °C)下熱力學溫度與現行國際溫標 ITS-90 之差小於 0.5 %					✓
B. 完成高溫黑體爐設備(1000 ~ 3000) °C 與標準傳遞件(波長 0.65 μm 及 0.9 μm ，溫度範圍(800 ~ 3000) °C)採購及完成 Co-C(1324 °C)、Pd-C(1492 °C)、Re-C(2474 °C)及鎢碳(WC-C，2747 °C)高溫共晶定點囊設備採購						✓

名稱	工作項目	106 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部 會署科發基金 計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政 院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發 基金研發成果 收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
	C. 完成 Co-C(1324 °C)共晶定點囊短期重複性評估，重複性 ≤ 20 mK					✓
	D. 完成建立絕對式輻射溫度計及相關參數追溯，波長 650 nm 及 900 nm，光源尺寸效應(SSE) < 0.05 %					✓
	(3) 熱電偶高溫校正系統建置					
	A. 建立熱電偶高溫校正量測技術，溫度範圍涵蓋(0.01 ~ 1492) °C				✓	
新 電 流 標 準	(1) 量化霍爾電阻系統精進					
	A. 建立免液氬量化霍爾電阻系統原級標準系統，電阻校正之標準不確定： $< 3 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 6 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$				✓	
	(2) 大電流標準建置					
	A. 完成低電阻電橋標準校正程序建立，電阻量測範圍 0.1 m Ω to 1 Ω ，電流量測範圍 100 A to 1000 A，電阻校正之標準不確定： $< 25 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 50 \mu\Omega/\Omega$					✓
	(3) 微電流標準建置					
	A. 建立用於微電流標準之高電阻電橋系統，高電阻量測範圍 100 k Ω to 1 T Ω ，電橋之比率量測準確度 $< 5 \times 10^{-6}$				✓	
B. 完成高電阻校正之重複量測變異性評估($< 80 \mu\Omega/\Omega$)，高電阻量測範圍為 100 k Ω to 1 T Ω				✓		
新 物 質 量 標 準	(1) 感應耦合電漿質譜量測技術建置					
	A. 建立高濃度四甲基氫氧化銨試劑純度分析技術(LOD < 50 ppt, 20 elements)				✓	
	B. 建立高濃度硝酸試劑純度分析技術(LOD < 50 ppt, 20 elements)				✓	
	C. 建立四甲基氫氧化銨溶解矽晶體之前處理技術				✓	
	(2) 同位素比例量測技術建置					
	A. 建立質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術				✓	
B. 建立質譜法高純度 ^{28}Si 富集晶體之莫耳質量量測技術(相對標準不確定度 $< 10^{-7}$)(相對於 ^{28}Si 莫耳質量)				✓		

名稱	工作項目	106 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部 會署科發基金 計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家 度量衡標準實 驗室運作與發 展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政 院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發 基金研發成果 收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
	C. 建立光學法同位素比例量測技術				✓	

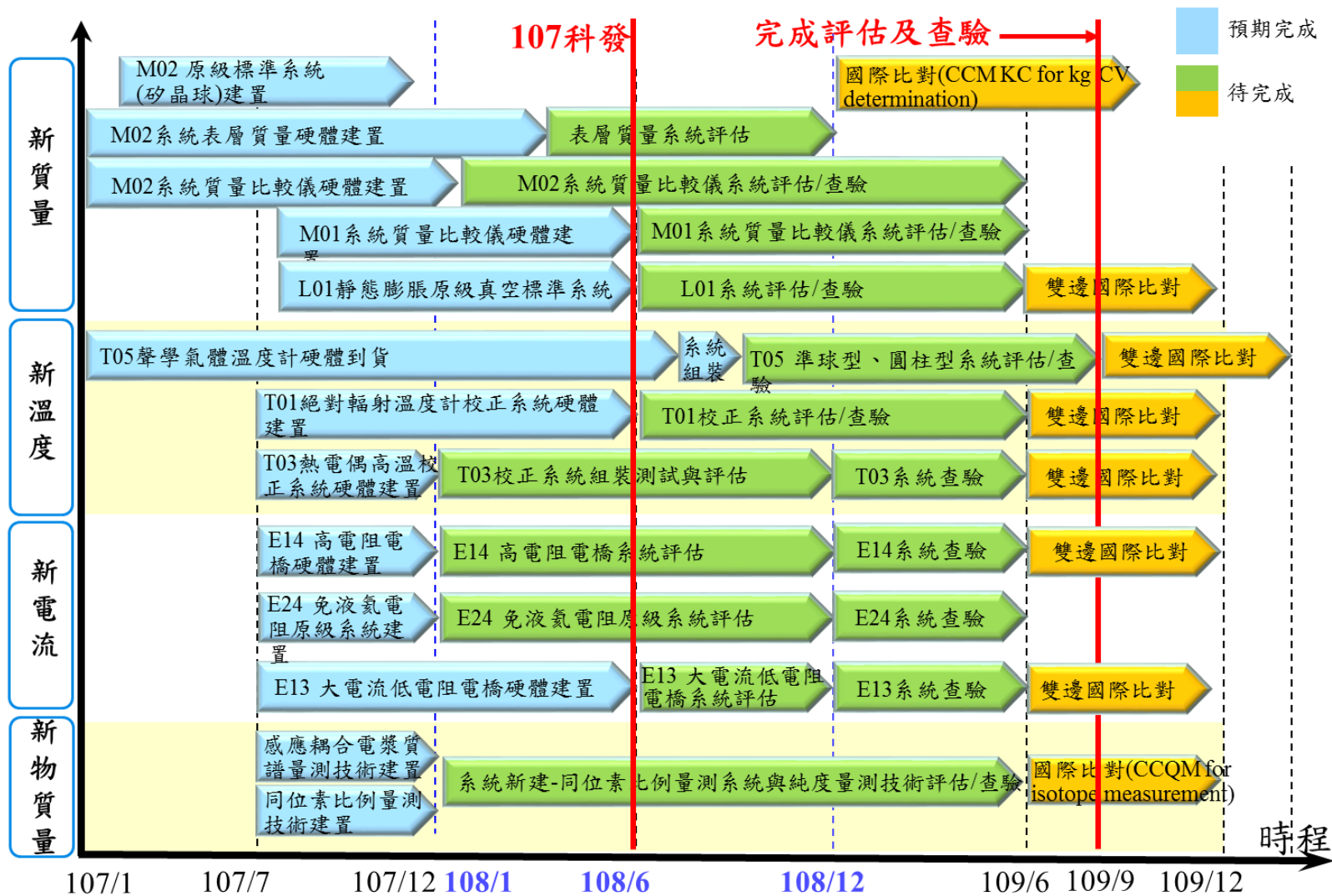


圖 1-3、四項新標準系統後續系統評估/查驗及國際比對時程

國際基本單位制重新定義-新公斤系統完成後建置情況

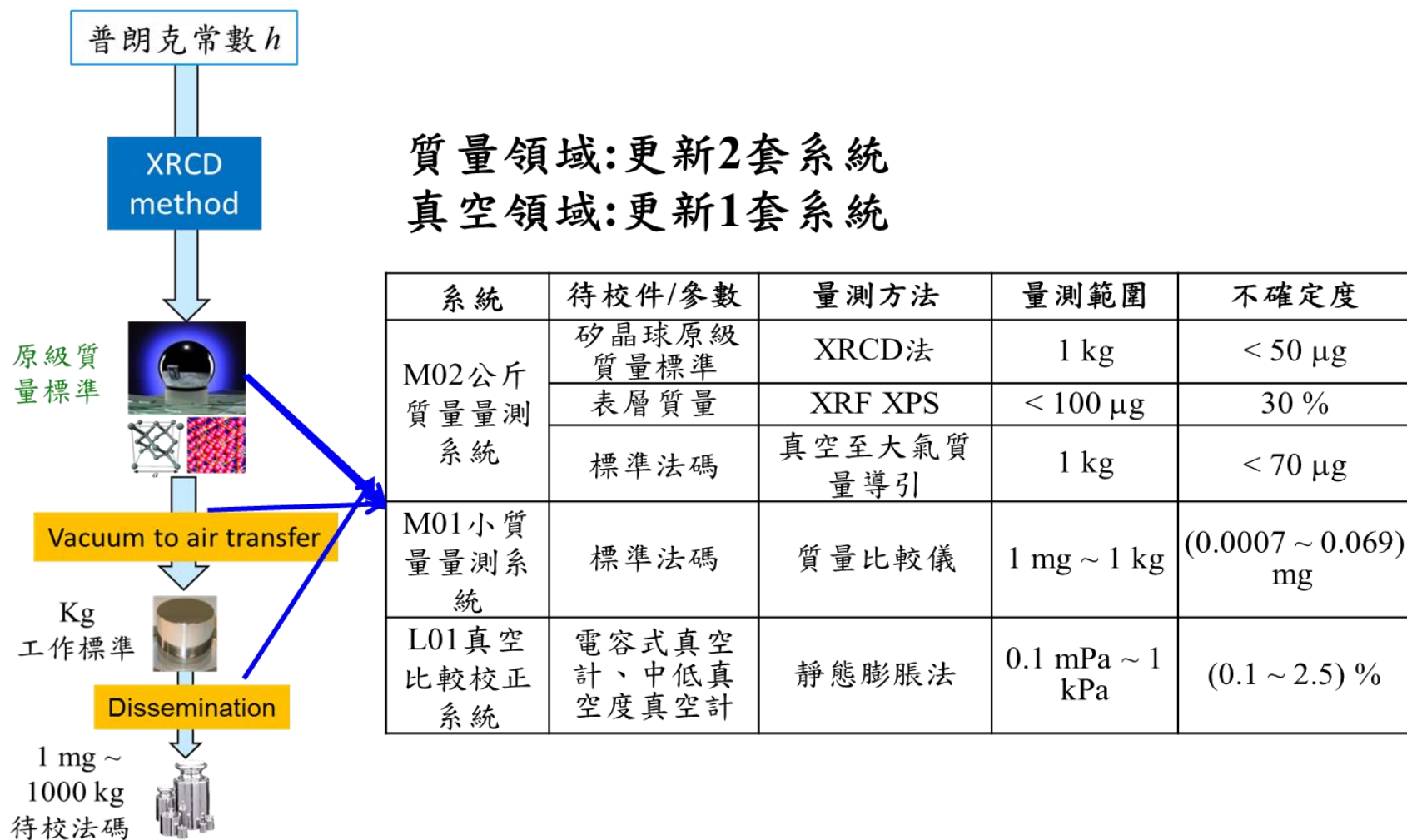
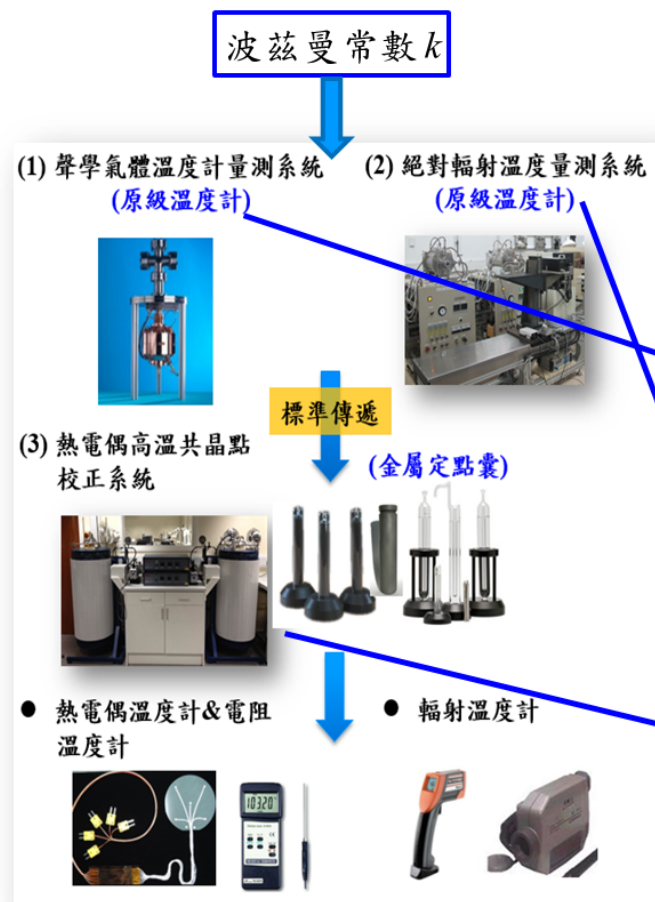


圖 1-4、新公斤系統完成後建置情況

國際基本單位制重新定義-新溫度系統完成後建置情況



溫度領域:更新1套系統，擴建2套

系統	待校件/參數	量測方法	量測範圍	不確定度
T05	標準白金電阻溫度計/熱力學溫度	聲學氣體溫度計	原級: (-60 ~ 232) °C ITS-90: (-190 ~ 962) °C	原級: 4 mK ITS-90: 10 mK
T01	輻射溫度計/熱力學溫度	絕對輻射溫度計	原級: (1085 ~ 2748) °C ITS-90: (800 ~ 3000) °C	原級: (0.33 ~ 2.0) °C ITS-90: (0.9 ~ 7.0) °C
T03	貴金屬型熱電偶	定點囊校正	(0 ~ 1492) °C	(0.11 ~ 1.0) °C

圖 1-5、新溫度系統完成後建置情況

國際基本單位制重新定義-新電流系統完成後建置情況

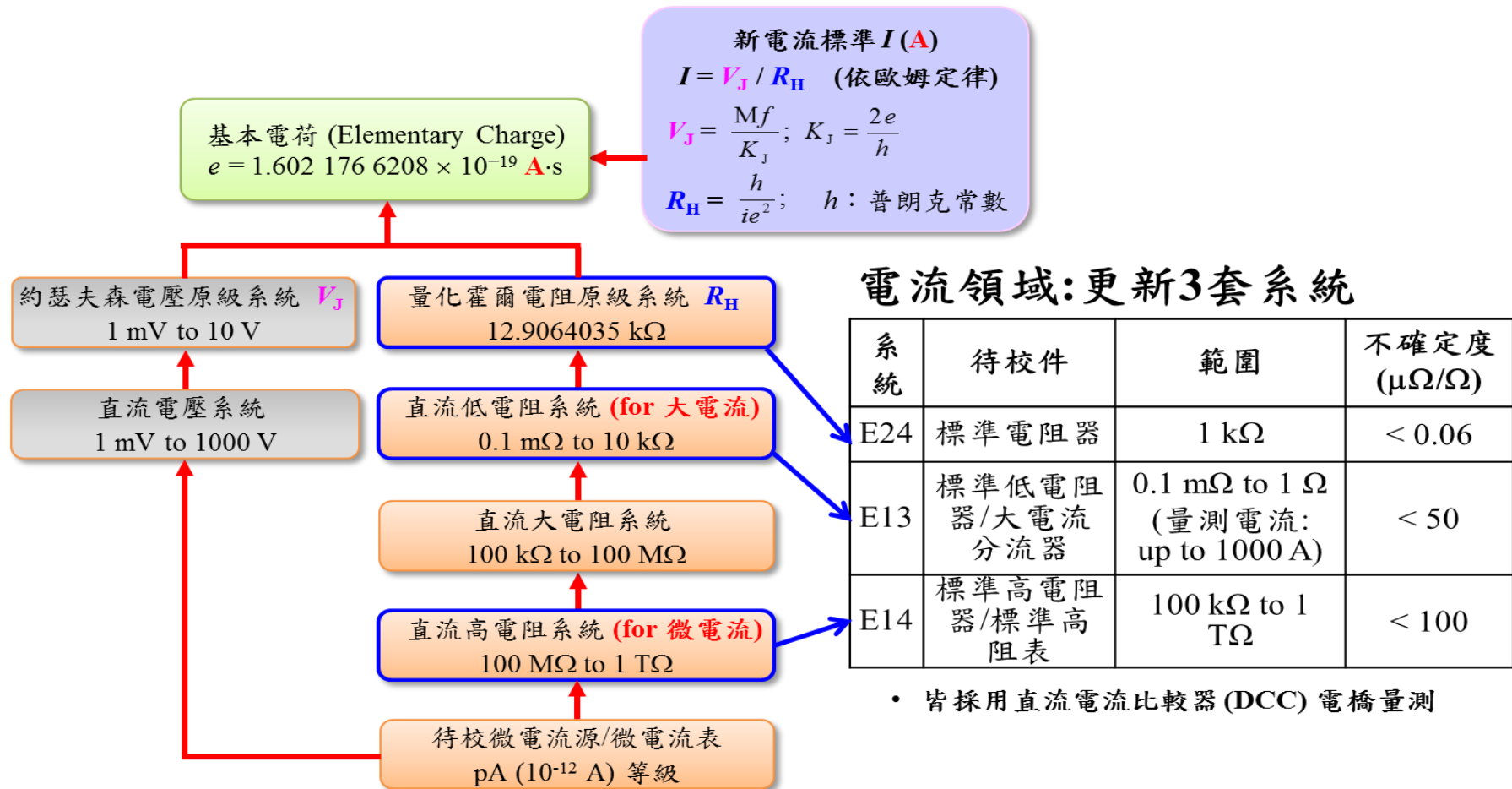


圖 1-6、新電流系統完成後建置情況

國際基本單位制重新定義-新物質質量系統完成後建置情況

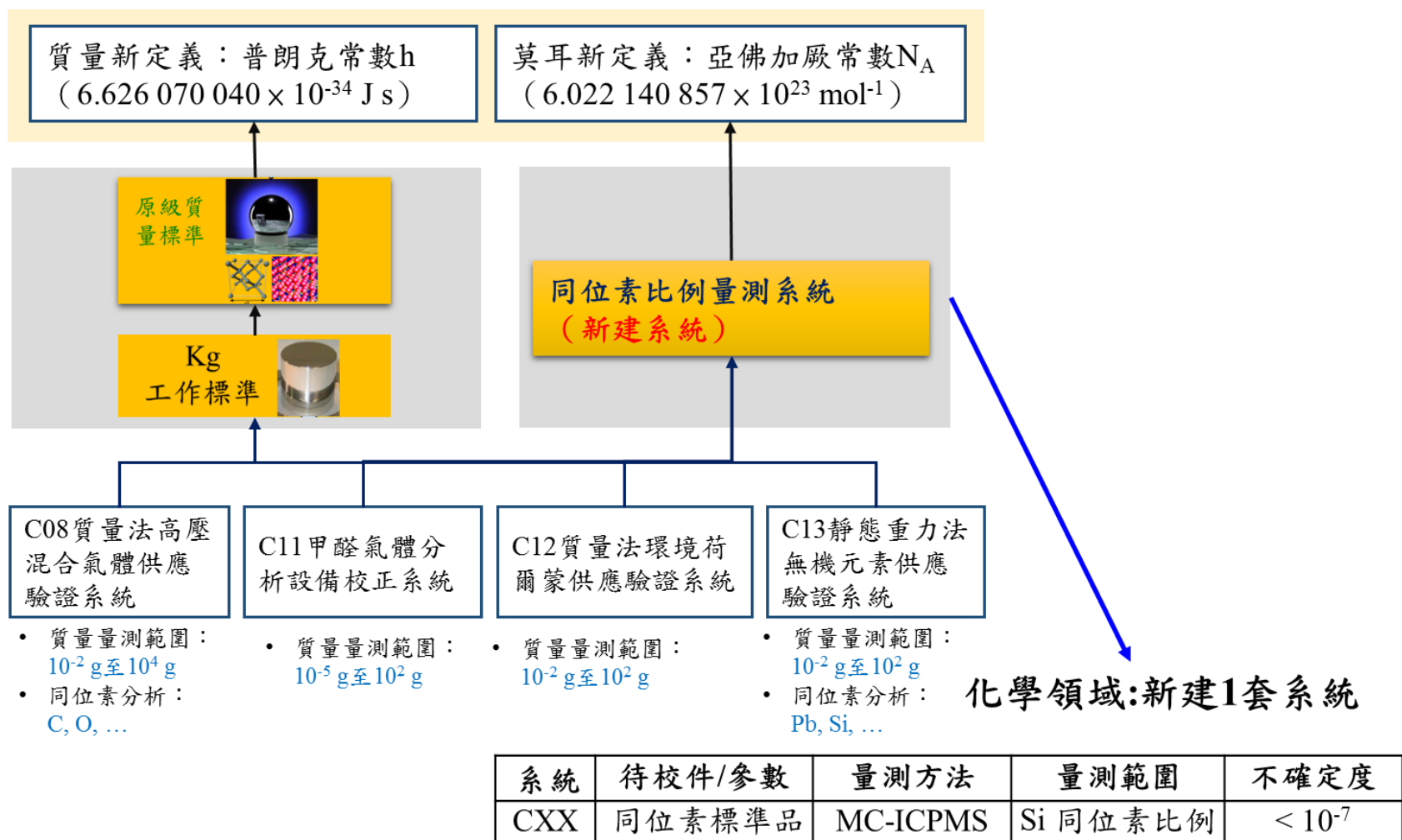


圖 1-7、新物質質量系統完成後建置情況

二、四項 SI 新標準建置之總體說明

(一)研究目的

1. 新質量標準建置

質量單位「公斤」目前定義為「國際公斤原器」(International Prototype of Kilogram, IPK)之質量，我國質量最高標準，IPK 第 78 號複製品，目前放置於國家度量衡標準實驗室，提供產業界質量追溯校正的最高基準。近 130 年來「國際公斤原器」質量已產生約 50 微克(μg)的漂移，如我國未依新公斤標準的追溯方式(例如:矽晶球法)，建立新質量量測標準系統，將衝擊國內對高準確質量量測有需求之相關產業。

例如在半導體產業製程中，晶圓整體質量改變量為製程中重要監測參數之一，以 12 吋晶圓表面鍍製 10 nm 厚之鈦接合層為例，導致之質量改變量僅達 5 μg 左右；面對半導體前瞻製程的快速進展，基板的清洗、蝕刻與研磨須要仰賴特定化學溶液或是特殊氣體，這些溶液或氣體不純物濃度除了須經過準確的成分配重與校準外，量測化學溶液或氣體不純物的成分，避免缺陷(奈克、皮克等級的不純物沉積而成)，也是前瞻製程良率關注的焦點之一，其影響產值達 12,299 億新台幣(臺灣 2017 晶圓代工預估產值)。由於不純物的成分分析(以感應耦合電漿質譜儀-ICP-MS 為例)，需要達到 ng/kg 等級的精準質量定量，因此，準確的質量量測技術建立，對於半導體前瞻製程良率的提升，扮演重要的角色。

在製藥產業中常需針對製藥所需微量(微克級)反應成分，進行微克等級之高準確質量量測，以確保藥效及生命安全，因此如食○工業研究所、台○檢驗科技等便需要極其準確之標準法碼；於航空產業中，飛機引擎的金屬合金材料、機體各設備防火材料、結構膠粘劑、各式塗層等等之性能的優劣影響到飛航安全，如飛機航行中發動機運轉與機體各部結構材料於高溫下運作時，材料之應力、化性與氧化程度皆會產生變化，變化過程中有昇華、汽化、分解出氣體或失去結晶水以及燃燒損耗、氧化、氫化和吸附等各現象，此時材料質量因而產生變化，導致其材料性能改變，影響飛航正常運作。這些因飛航所導致之材料性質變化檢測仰賴熱重分析技術，即在不同高溫下進行準確之微小質量量測(解析度需達 0.1 μg)，進行材料熱重曲線量測，分析材料性能或應用於先進飛航材料之開發，進而提高材料之安全及耐用性。

未來質量單位「公斤」的新定義，不再依賴指定的國際公斤原器(IPK)質量，也解決現行公斤定義中未知 50 微克漂移與相關之隱藏質量不確定度，公斤定義可在任何地點、由任何實驗室依符合新定義之方法實現，確保公斤的長期穩定度及可靠度，亦可達到分散風險的效果。

2. 新溫度標準建置

目前溫度單位「克耳文(kelvin)」的定義為「1 K 等於水三相點熱力學溫度之 1/273.16」。但產生水三相點溫度之「三相點囊」受水的純度、蒸餾工藝、同位素含量及熱流效應等

影響，製作與長期保存不易。為了避免水的宏觀不穩定性，SI 溫度新定義改用波茲曼常數來定義克耳文，將溫度回到微觀基礎上與能量聯繫起來，實現上，目前最準確的是聲學氣體溫度計法。

新定義進一步可解決目前國際溫標 ITS-90 以內插法導出定點值間溫度之誤差問題，亦能滿足低於 $\sim 20\text{ K}$ 和高於 $\sim 1300\text{ K}$ 的溫度使用需求，未來將可提供高、低溫範圍比當前 ITS-90 更低的熱力學溫度不確定度。同時，隨 SI 新定義的提出，實施已屆 30 年的 ITS-90 國際溫標未來將被廢除，而被醞釀已久的新溫標 ITS-20xx 取代。新溫標 ITS-20xx 欲將溫度的範圍往銅凝固點($1084.62\text{ }^\circ\text{C}$)以上的高溫範圍延伸至金屬(碳化物)-碳共晶點($3185\text{ }^\circ\text{C}$)所能達到的範圍。

面對此國際溫標的轉換，將衝擊國內產業溫度標準與國際之一致性，例如：在國防科技產業上潛艦鋼板被各國政府視為戰略物資，不允許擅自出口，鋼鐵產業如中○鋼鐵公司開發此類鋼板時之熱處理溫控條件需加熱至 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 至 $1250\text{ }^\circ\text{C}$ ，必須準確控制方能使其微觀組織能快速再結晶和晶粒生長，以找到最適合的製程。在航太產業上，噴射發動機為了提高熱效率與推力，需提高渦輪進氣溫度，但是提高的溫度會縮短渦輪葉片與其零組件的使用壽命，所以必須採用新型合金熱處理條件來提高其耐溫與耐壓的能力，如榮○材料公司與漢○公司在渦輪葉片與零組件的熱處理溫度範圍往往需在 $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 至 $1400\text{ }^\circ\text{C}$ 。目前渦輪葉片與零組件熱處理溫度的量測不確定度在 $2\text{ }^\circ\text{C}$ 極限上，容易造成葉片的損壞並影響整體良率，新溫度標準建置後，能將量測不確定度控制在 $1\text{ }^\circ\text{C}$ 內，具有最佳的熱處理效果與良率。因此，NML 將建置聲學氣體溫度計系統以實現克耳文的新定義，並利用高溫共晶點溫度校正量測技術來建立符合新定義之溫標範圍，滿足產業高溫之校正需求。

3. 新電流標準建置

1948 年由 CGPM 決議採用之 SI 基本單位「電流」，即「安培(A)」，的定義必須採用兩條截面積可忽略之無限長極細平行導線，於現實物理世界中無法被準確地實現。SI 新標準採用「基本電荷」來定義電流，使電流定義回歸「單位時間內通過的電荷數」之基礎物理原理。實現上，除採用單電子元件控制電荷數目之方法外，另一廣為被各國國家計量機構採用之方法是以由基本電荷 e 與普朗克常數 h 推演定義之「量化霍爾電阻」及「約瑟夫森電壓」兩個電量原級標準，根據歐姆定律(電流等於電壓除以電阻)來實現新的電流定義。

為因應新的電流定義，NML 將建立採用免液氦低溫裝置之量化霍爾電阻標準系統(標準不確定： $< 3 \times 10^{-8}\ \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度 $< 6 \times 10^{-8}\ \Omega/\Omega$)，以與約瑟夫森電壓標準系統搭配，導出符合新定義之電流標準。而為了提供半導體、材料、通訊等產業於製程或產品特性檢測常用的微電流標準(10^{-12} A 等級)，以及能源、電機產業之大電流(100 A 以上)標準等需求，必須將量化霍爾電阻標準傳遞至低電阻與高電阻標準。但我國目前低電阻標準的電流量測範圍不足，最大量測電流僅能提供至 100 A 的服務能量，而高電阻

標準之量測準確度為 0.5 mΩ/Ω與先進國家的差距在數 10 倍以上。

電流量測是工業用來監控制程的主要方法之一，例如在半導體產業製程中，隨著半導體前瞻製程技術進展至 10 奈米以下，例如台○電所研發之新世代 10 nm FinFET 製程結構，其漏電流(即微電流)檢測(10^{-12} A 等級)將扮演重要的角色，也代表微電流量測準確度將是影響前瞻製程良率的關鍵因素之一。因此，NML 亦將建置新的低電阻標準系統(標準不確定： $<25 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度 $<50 \mu\Omega/\Omega$)，最大量測電流可提升至 1000 A，以及高電阻標準系統(標準不確定： $<50 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度 $<100 \mu\Omega/\Omega$)，最小量測電流在搭配微電流系統精進後可達 1 pA，以全面滿足產業需求，使我國電流標準之準確度及量測範圍於新定義實施後與國際一致。

4. 新物質量標準建置

為了確保 SI 新單位制中物質量「莫耳」的定義可完整實現，本計畫建置發展同位素比例量測能力，以準確量測物質莫耳質量，除可銜接 XRCD 方法(X 光晶體密度法，及矽晶球法)進行亞佛加厥常數的量測，亦可擴充執行關鍵元素的莫耳質量量測，將莫耳質量之不確定度納入原級標準物質之濃度計算，完備驗證參考物質之追溯鏈。

穩定同位素比例量測系統主要為進行物料鑑識，除莫耳質量或俗稱分子量的量測應用外，主要的應用是科學鑑識(Forensic Science)，如地質研究，刑事鑑識，物質來源與農牧產品產地追蹤。其產業應用必須搭配其他相關樣品前處理技術與物質濃度定量技術。也因此，在本計畫因同位素樣品處理所建立的旁支技術：氣體純度分析技術與溶劑純度分析技術，將是未來對於臺灣產業發展重要的關鍵技術。

以半導體產業而言，所使用的電子級材料與特殊氣體均需要進行 ppb 至 ppt 等級的不純物分析，並同時包含氣狀不純物(如 H₂O, O₂, HC)及粒狀物金屬元素(如鉛、銅、鈉、鎂、鈣等)的分析。此類技術目前已有多家氣體廠(如：夫翔氣體、林德聯華等)與電子級試劑廠(如：宏廣新技、臺灣德亞瑪等)與 NML 洽談技術運用，並以合作意向書或技術衍生應用等方式啟動技術合作工作。包含環境保護署在進行執行的新世代空氣品質監測設備汰換更新計畫中，均使用 NML 所建置之純度鑑識技術進行儀器的性能驗證規劃。由此可見，在 SI 計畫中進行技術的持續深化，將可強化且拓展計量標準與產業及環保政策的連結。

(二) 研究目標

1. 新質量標準建置

符合新定義之新質量系統建立，以 X 光晶體密度法為基礎，追溯至普朗克常數，實現新公斤定義。並依新追溯方式，建置質量比較系統，將新質量標準傳遞至需求產業。新質量系統的建立，分為三個主要項目，分別是：

- (1) 原級矽晶球質量標準建置，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，即相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)；
- (2) 矽晶球表層質量量測系統技術建立，相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ；
- (3) 原級真空標準建置，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %。

在有限的時間及經費規模 2 億 4345 萬元的條件下，先以關鍵設備的建置與技術的建立為主。關鍵設備的建置與技術的引進，佔總經費的 82%，包含購置超純化矽晶球、XRF XPS 表面質量分析儀、質量比較儀及超高真空腔等關鍵設備，以建置完整追溯體系，確保我國質量標準追溯不受新定義影響。下表 2-1 為新質量標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費。

表 2-1、新質量標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費

計畫名稱	採購設備	技術研發
106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫	共 2,600 萬元 矽晶球表層質量分析儀(I)-XFlash 矽漂移偵測器、X 射線光電子頻譜分析儀(2,600 萬元)	共 720 萬元 自德國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表層質量量測技術。
106 年度行政院跨部會署科發基金計畫	共 6,400 萬元 1.矽晶球(3,600 萬元) 2.真空相容質量比較儀(2,800 萬元)	共 1,480 萬元 1.建立質量標準真空至大氣導引技術 2.法碼氣體吸附效應量測流程建置 3.建立矽晶球表面水層、碳化汙染層與氧化層定量量測技術 4.完成螢光頻譜與電子頻譜數據分析軟體建置
107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫	共 1,600 萬元 1.超高真空系統及載台(1,150 萬元) 2.吸附效應參考法碼組(450 萬元)	共 730.5 萬元 1.完成吸附效應量測實驗 2.整合 X 射線光電子頻譜與 X 射線螢光頻譜表層分析儀系統
107 年度行政院第二預備金	共 8,823.5 萬元 1.一公斤質量比較儀全自動量測系統(1,500 萬元) 2.一百克質量比較儀全自動量測系統(2,983.5 萬元) 3.十克質量比較儀全自動量測系統(1,590 萬元)	共 915.8 萬元 1.完成 1 mg 至 1 kg 質量導引系統採購與驗收 2.完成整合型 XRF XPS 表層質量分析系統之真空樣品傳輸腔體測試，真空度小於 10^{-5} Pa 3.完成靜態膨脹真空標準系統與技術建

計畫名稱	採購設備	技術研發
	4.新質量實驗室空調系統 (原實驗室環境溫濕度改善)(250萬元) 5.靜態膨脹真空標準系統 (2,500萬元)	立，壓力校正範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %
107 年度科發基金研發成果收入運用計畫	<u>共 500 萬元</u> 超高真空相容五軸矽晶球調整座(II)	<u>共 575.2 萬元</u> 1.完成 X 射線光電子頻譜與 X 射線螢光頻譜技術表層分析儀系統整合 2.完成矽晶球表層質量量測評估
合計經費	19,923.5 萬元	4,421.5 萬元
	2 億 4,345 萬	

2. 新溫度標準建置

未來新溫度標準將以波茲曼常數為基準，重新定義克耳文，取代原以水三相點定義之方式。NML 為因應 SI 克耳文(溫度)新定義，將建立聲學氣體溫度計技術與絕對輻射溫度量測技術，重新定義與修正水三相點以及各式定點囊的熱力學溫度與不確定度，並傳遞至接觸式熱電偶溫度計量測系統與非接觸式輻射溫度計量測系統，以實現符合新定義要求之溫度標準，並與未來國際新溫標 ITS-20xx 接軌。

新溫度系統的建立，分為三個主要項目，分別是：

- (1) 聲學氣體溫度計量測系統建置，溫度範圍(213 ~ 505) K；
- (2) 絕對輻射溫度量測系統建置；
- (3) 熱電偶高溫校正系統建置，溫度範圍(0.01 ~ 1492) °C。

在有限的時間及經費規模 1 億 4,478.8 萬元的條件下，先以關鍵設備的建置與技術的建立為主。關鍵設備的建置與技術的引進，佔總經費的 79 %，包含購置準球型聲學共振腔、熱電偶高溫校正系統設備及輻射超高溫校正系統設備等關鍵設備，以建置完整追溯體系，確保我國溫度標準追溯不受新定義影響。下表 2-2 為新溫度標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費。

表 2-2、新溫度標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費

計畫名稱	採購設備	技術研發
106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫	<u>共 680 萬元</u> 1.氣體分析儀(I)-H ₂ O 濃度分析(320 萬元) 2.溫度定點(I)-Ag、Al、Zn、In 定點(360 萬元)	-

計畫名稱	採購設備	技術研發
107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫	共 690 萬元 準球型聲學共振腔	共 1,342.2 萬元 1.完成聲學氣體溫度計共振腔體採購與組裝 2.建立工作氣體純度分析技術
107 年度行政院第二預備金	共 3,430 萬元 1.熱電偶高溫校正系統設備(2,080 萬元) 2.輻射超高溫校正系統設備 (1,350 萬元)	共 927 萬元 1.建立聲學共振頻率量測與修正技術與共振腔於(213 ~ 373) K 溫度範圍之溫度穩定性評估技術:180 分鐘內 ± 3 mK 2.建立熱電偶高溫校正量測技術，溫度範圍涵蓋(0.01 ~ 1492) °C 3.建立絕對輻射溫度量測技術
107 年度科發基金研發成果收入運用計畫	共 6,630 萬元 1.圓柱型聲學共振腔及相關感測、聲學、微波、真空組件(3,300 萬元) 2.氣體分析儀 II(280 萬元) 3.溫度定點裝備 II-Sn、In、Ga 定點(200 萬元) 4.精密電阻電橋(550 萬元) 5.輻射超高溫校正系統設備(I)-Co-C、Pd-C 等定點及高溫定點黑體爐、傳遞用高溫計(2,300 萬元)	共 779.6 萬元 1.建立(213 ~ 505) K 聲學氣體溫度計量測系統 2.完成高溫黑體爐設備(1000 ~ 3000) °C 與標準傳遞件採購及完成 Co-C(1324 °C)、Pd-C(1492 °C)、Re-C(2474 °C)及鎢碳(WC-C，2747 °C)高溫共晶定點囊設備採購 3.完成 Co-C(1324 °C)共晶定點囊短期重複性評估 4.完成建立絕對式輻射溫度計及相關參數追溯
合計經費	11,430 萬元	3,048.8 萬元
	1 億 4,478.8 萬	

3. 新電流標準建置

未來新電流標準將以量化霍爾電阻(QHR)原級標準搭配約瑟夫森電壓原級標準，根據歐姆定律來間接實現新的電流定義。NML 為因應 SI 電流新定義，將建置高準確度之免液氦 QHR 原級系統以搭配約瑟夫森電壓原級系統，以歐姆定律導出電流標準。此外，根據歐姆定律，當電壓值固定，電流值與電阻值成反比，因此，為了導出符合產業界需求之大電流標準(100 A 以上)以及微電流標準(10^{-12} A 等級)，需藉由大電流電阻電橋量測技術與精密高阻電橋量測技術的建立，將量化霍爾電阻標準傳遞至低電阻與高電阻標準，建立與新定義接軌之電流標準。

新電流系統的建立，分為三個主要項目，分別是：

(1) 免液氦量化霍爾電阻系統(量測標準不確定： $< 3 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度 $<$

$6 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$;

- (2) 用於大電流標準之低電阻電橋系統(低電阻量測範圍 0.1 mΩ to 1 Ω，大電流量測範圍 100 A to 1000 A，電阻校正之標準不確定: $< 25 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度 $< 50 \mu\Omega/\Omega$) ;
- (3) 用於微電流標準之高電阻電橋系統(高電阻量測範圍:100 kΩ to 1 TΩ，電阻校正之標準不確定: $< 50 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度 $< 100 \mu\Omega/\Omega$)，未來搭配微電流系統量測技術與相關設備精進後，微電流量測範圍最小可達 1 pA。

在有限的時間及經費規模 2,753.8 萬元的條件下，先以關鍵設備的建置與技術的建立為主。關鍵設備的建置與技術的引進，佔總經費的 82%，包含購置免液氦量化霍爾電阻系統、高精密多通道高阻電橋及低電阻電橋設備等關鍵設備，以建置完整追溯體系，確保我國電流標準追溯不受新定義影響。下表 2-3 為新電流標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費。

表 2-3、新電流標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費

計畫名稱	採購設備	技術研發
107 年度行政院第二預備金	共 1,842 萬元 1.免液氦量化霍爾電阻系統(800 萬元) 2.高精密多通道高阻電橋(450 萬元) 3.精密標準電阻器及其恆溫儲存槽(242 萬元) 4.新電流標準建置之精密電阻校正器(350 萬元)	共 297.2 萬元 1.建立免液氦量化霍爾電阻系統原級標準系統 2.建立用於微電流標準之高電阻電橋系統，高電阻量測範圍 100 kΩ to 1 TΩ，電橋之比率量測準確度 $< 5 \times 10^{-6}$ 3.完成高電阻校正之重複量測變異性評估($< 80 \mu\Omega/\Omega$)，高電阻量測範圍為 100 kΩ to 1 TΩ
107 年度科發基金研發成果收入運用計畫	共 420 萬元 低電阻電橋	共 194.6 萬元 完成低電阻電橋標準校正程序建立，電阻量測範圍 0.1 mΩ to 1 Ω，電流量測範圍 100 A to 1000 A
合計經費	2,262 萬元	491.8 萬元
	2,753.8 萬	

4. 新物質量標準建置

莫耳是一個特定基本實體的物質量單位，該實體可以是一個原子、分子、離子、電子、任何其他粒子，或是該等粒子的特定群組。其大小將藉由固定亞佛加厥常數之數值等於 $6.022\ 140\ 76 \times 10^{23}$ ，以 SI 單位表示為 mol^{-1} 。莫耳質量在莫耳新定義實現(亦即亞佛加厥常數量測)上為四大量測參數之一，莫耳質量透過元素同位素比例量測技術得以估算，進而運用於進行參考物質的莫耳濃度量測，也因此影響各類參考物質之原級追溯標準。為了確保 SI 新單位制中物質量「莫耳」的定義可完整實現，將建置一新物

質量標準系統，發展同位素比例量測能力，以準確量測物質莫耳質量，除可銜接 XRCD 方法進行亞佛加厥常數的量測，亦可擴充執行關鍵元素的莫耳質量量測，將莫耳質量之不確定度納入原級標準物質之濃度計算，完備驗證參考物質之追溯鏈。

新物質量系統的建立，分為二個主要項目，分別是：

- (1) 感應耦合電漿質譜量測技術建置；
- (2) 同位素比例量測技術建置。

在有限的時間及經費規模 9,830 萬元的條件下，先以關鍵設備的建置與技術的建立為主。關鍵設備的建置與技術的引進，佔總經費的 87%，包含購置多接收器感應耦合電漿質譜、同位素比例量測設備及高解析感應耦合電漿質譜等關鍵設備，以建置完整追溯體系，確保我國新物質量標準追溯不受新定義影響。下表 2-4 為新物質量標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費。

表 2-4、新物質量標準建置於各計畫之計畫目標與投入經費

計畫名稱	採購設備	技術研發
107 年度行政院第二預備金	<p>共 8,565.2 萬元</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 多接收器感應耦合電漿質譜(3,100 萬元) 2. 同位素比例量測設備(2,000 萬元) 3. 高解析感應耦合電漿質譜(1,800 萬元) 4. 新物質量無塵實驗室(原高潔淨度環境設施)(200 萬元) 5. 新物質量實驗室全自動滅火系統(原實驗室消防設施建置)(385.2 萬元) 6. 新物質量實驗室空調系統(原實驗室恆溫恆濕環境建置)(1,080 萬元) 	<p>共 1,264.8 萬元</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 建立高濃度四甲基氫氧化銨試劑純度分析技術(LOD < 50 ppt, 20 elements) 2. 建立高濃度硝酸試劑純度分析技術(LOD < 50 ppt, 20 elements) 3. 建立四甲基氫氧化銨溶解矽晶體之前處理技術 4. 建立質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術 5. 建立質譜法高純度 ^{28}Si 富集晶體之莫耳質量量測技術(相對不確定度 < 10^{-7}) 6. 建立光學法同位素比例量測技術
合計經費	8,565.2 萬元	1,264.8 萬元
	9,830 萬	

(三)實施方法

1. 新質量標準建置

(1) 原級矽晶球質量標準建置

NML 之真空相容質量比較儀，量測腔體真空度可達 10^{-4} Pa，質量補償範圍 1.5 g，質量解析度 100 ng。此質量比較儀將用於矽晶球原級質量標準，與二級質量標準之間

的質量導引工作，以及法碼對氣體吸附效應量測之評估，完成矽晶球質量由真空至大氣環境質量傳遞量測。此外，也將建置矽晶球清洗工作站，完成清洗標準流程文件化，並評估清洗流程對矽晶球質量重覆性之影響，此部分的工作會先以 PTB 主導國際合作計畫 Si-Trust 所提供之準原級矽晶球進行實驗，並不會受到原級矽晶球採購時程之影響。

法碼之氣體吸附效應(Sorption Effect)，可透過在不同環境參數下(壓力與相對濕度)，比較吸附參考法碼與一般法碼之質量差異而得。吸附效應是利用一般法碼及多個不同表面積的吸附參考法碼做量測，來探討法碼在真空中與大氣環境下表面水氣吸附的質量變化，當中吸附參考法碼需與一般法碼有相同的質量、體積及表面粗糙度，一般是使用數個圓盤堆疊而成，如圖 2-1 及圖 2-2，將這類法碼於真空及大氣環境中來回測量，而推估一般法碼的表面吸附率。

假設每一個法碼的單位表面積吸附率是相同的，則法碼質量變化為公式(2-1)。

$$m_{air} = m_{vac} + A \times s \quad (2-1)$$

其中 s 為法碼的表面吸附率。若考慮一般法碼及吸附參考法碼的質量，可以將公式(2-2)整理如下

$$s = \frac{(m_{stk(vac)} - m_{int(vac)}) - (m_{stk(air)} - m_{int(air)})}{A_{stk} - A_{int}} \quad (2-2)$$

其中 $m_{int(vac)}$ 是一般法碼於真空中所測得的質量， $m_{int(air)}$ 是一般法碼於大氣環境中所測得的質量， $m_{stk(vac)}$ 是吸附參考法碼於真空中所測得的質量， $m_{stk(air)}$ 是吸附參考法碼於大氣環境中所測得的質量， A_{int} 為一般法碼的表面積， A_{stk} 為吸附參考法碼的表面積。經過整理可以得知，只要知道法碼間於不同環境的質量差，就能得知法碼的吸附率，如公式(2-3)。

$$s = \frac{\Delta m_{vac} - \Delta m_{air}}{A_{stk} - A_{int}} \quad (2-3)$$

實際上 Δm_{vac} 及 Δm_{air} 可視為質量比較儀量測這兩法碼所測得的讀值。

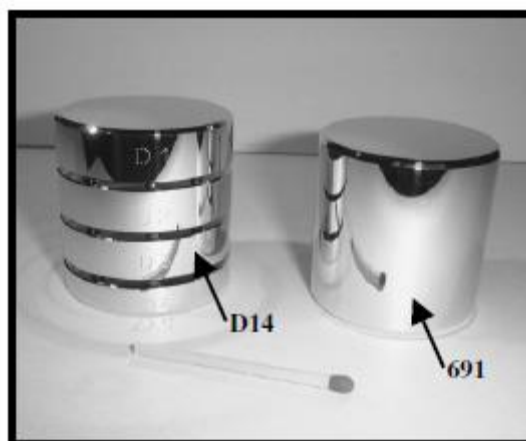


圖 2-1、鉑銥公斤 No.691 以及吸附參考法碼 D14，兩法碼的表面積差為

$$\Delta S = 78 \text{ cm}^2$$

吸附參考法碼之體積與一般法碼相同，但其表面積較一般法碼大，所以可以藉由準確質量比較評估此效應。本工作項目將建置相關軟硬體技術，滿足質量由真空導引至大氣之需求，完成吸附效應的評估，相對標準不確定度 $\leq 65\%$ ，將真空中矽晶球的質量傳遞至大氣中的不鏽鋼法碼。另完成 1 kg、100 g 及 10 g 之質量比較儀自動量測系統採購與驗收作業，以實現完備質量傳遞。

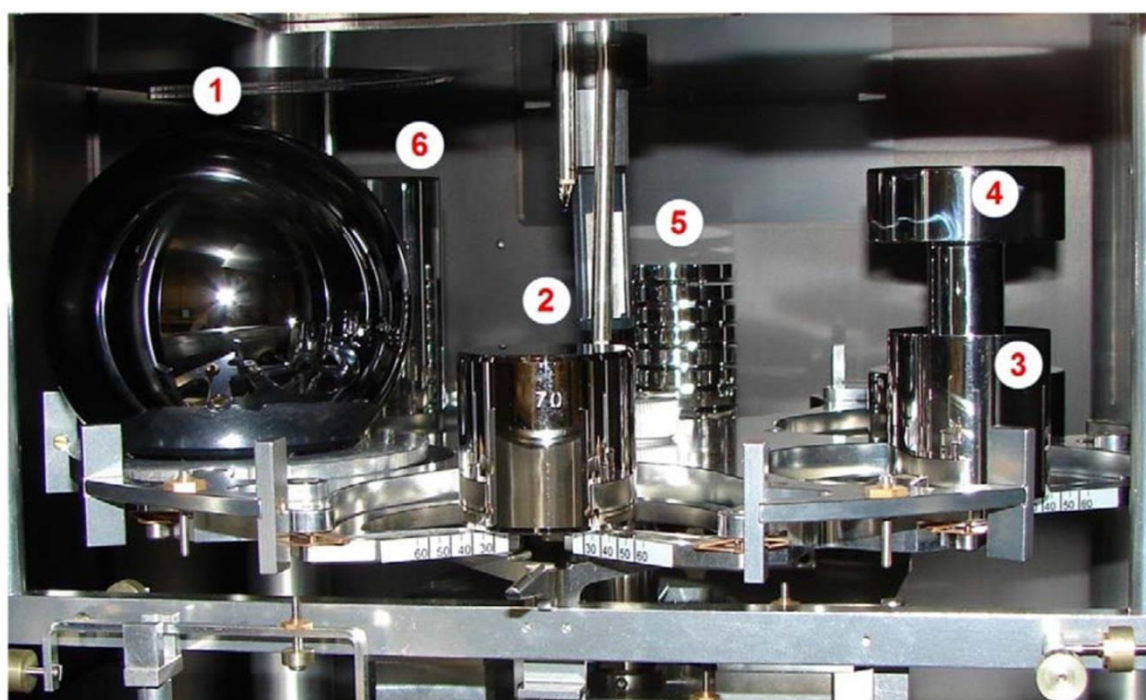


圖 2-2、原級矽晶球質量標準由真空導引至大氣所需之各種法碼，包含(1)矽晶球質量標準、(2)鉑銥公斤原器、(3)不鏽鋼標準法碼、(4)空氣浮力啞鈴型法碼、(5)及(6)吸附效應圓盤法碼

(2) 矽晶球表層質量量測系統技術建立

本工作項目將建置相關軟硬體技術，完成矽晶球表層質量量測評估，表層質量量測範圍大於 10 g，相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ 。整合型 XRF XPS 量測系統對矽晶球表面進行各元素質量沉積量(單位: $\mu\text{g cm}^{-2}$)量測，為 PTB 為矽晶球表層質量量測新設計開發之儀器，此方法不受矽晶球表面拋光方法或後續實驗中使用之標準試片製程所影響。在 XRF 分析方面，系統採用以 Sherman's Equation 為基礎之參考試片定量方法，此方法可定出單位面積質量沉積量與螢光輻射強度之間之相關性。參考試片為厚度不同之二氧化矽，標稱值介於 2 nm 至 10 nm 之間，參考試片之均勻性與質量沉積量皆需另外透過無參考標準 XRF 分析方法定量。此外，為了降低 X-Ray 光源本身穩定度的影響，系統將以螢光光譜中氧與矽之訊號比例(O/Si ratios)為主要量測值。由此 O/Si ratio 以及前述質量沉積參考試片，則可定出 XRF 分析系統之擬合校正曲線，如圖 2-3 所示。

在矽晶球的表面分析中，XPS 直接針對矽晶球在超高真空環境下工作(壓力約 5×10^{-9} mbar)進行表面分析，以降低物理性吸附水氣層(Physical Absorbed Water Layer, PWL)影響。與 XRF 系統相較，XPS 將不需使用任何參考標準試片，XPS 將用來測定矽晶球表層各元素與氧元素之間之比例，包含碳與不同氧化態之矽與氧元素之比例，再由這些比例與 XRF 之氧質量沉積量定量量測，即可定出矽晶球之表層質量。圖 2-4 為矽晶球表面之光電子能譜，涵蓋之元素有碳、氧與矽，若進一步使用高解析度電子分析頻譜分析 Si 2p 之波峰，則可得到不同氧化態的矽原子所產生之頻譜(如圖 2-5)，並據此決定矽晶球表層矽次氧化物如 SiO_2 , SiO 與 Si_2O_3 。

上述這些分析，已足以涵蓋矽表層模型中之污染物層、二氧化矽層與矽次氧化物層，但 XRF XPS 技術無法對污染物層中的化學吸收水層與二氧化矽層之間，可能產生之氫氧化矽成分進行定量分析，目前 PTB 對此成分參考其他文獻結果，採用理論模型計算方式，給出此部分之表層質量修正項。雖然此修正項之相對不確定度相當高(介於 78 % 至 91 % 之間)，但對整體表層質量不確定度的貢獻卻相當低。本工作項目將整合型 XRF XPS 表層質量分析系統之真空樣品傳輸腔體測試，真空度小於 10^{-5} Pa。

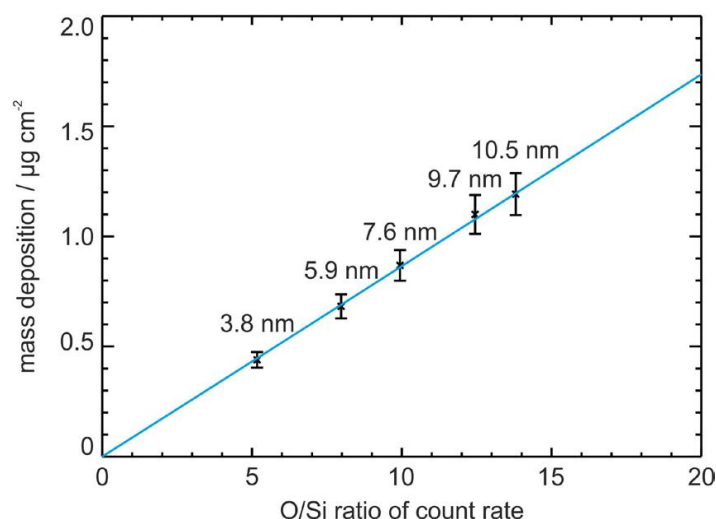


圖 2-3、XRF 分析系統擬合校正曲線

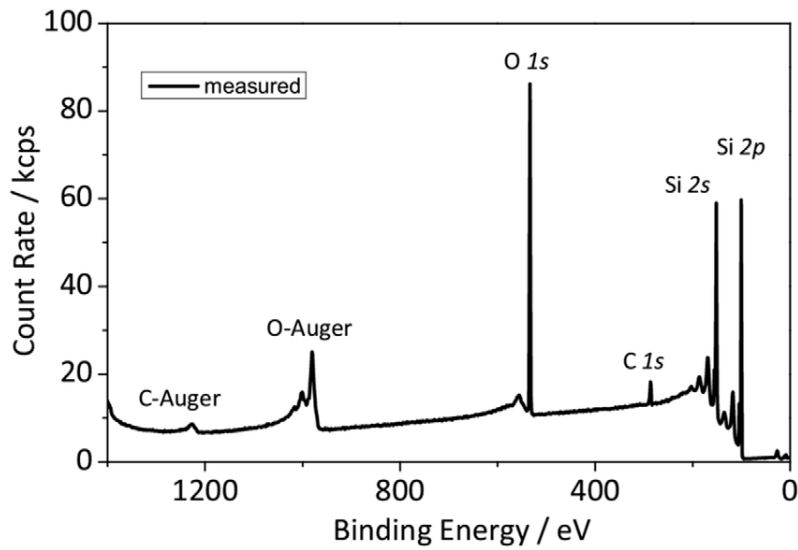


圖 2-4、矽晶球表面之光電子能譜

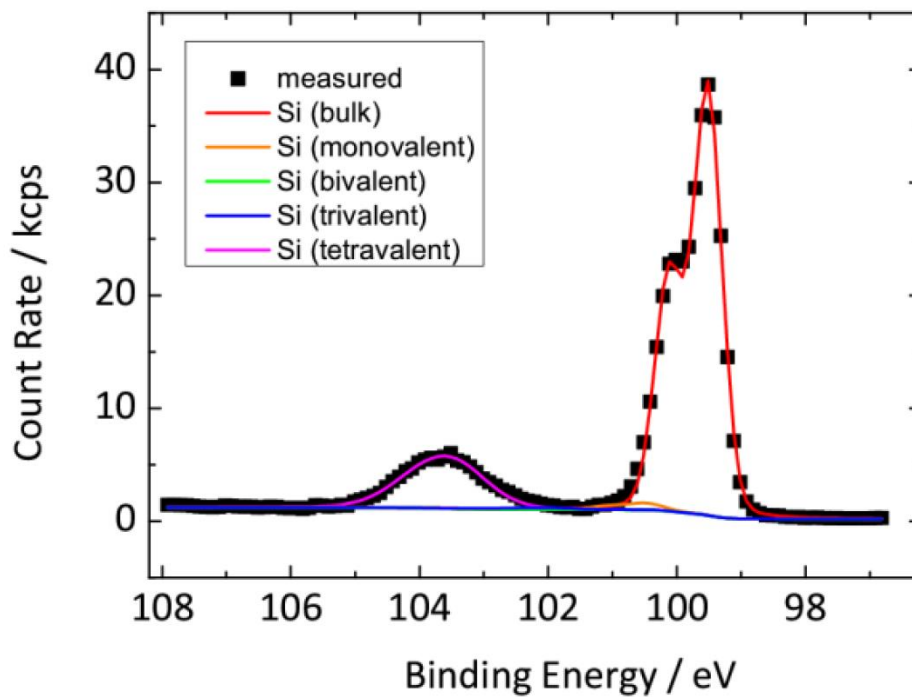


圖 2-5、Si 2p 波峰高解析光電子能譜

(3) 原級真空標準建置

為了將真空環境中原級公斤質量標準導引至提供校正服務的大氣環境中工作標準法碼，法碼在真空至大氣或大氣至真空轉換過程中，表面吸附之質量必須被準確的測量測出，並加入法碼整體質量評估中。此吸附效應與環境中大氣壓力極為相關，但目前國家度量衡實驗室在吸附效應量測所需的壓力範圍中，並無對應之真空原級標準，壓力之追溯仍須仰賴他國國家實驗室完成。為此，計畫也將建置以靜態膨脹法為基礎的真空原級標準系統，壓力量測範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，以提供法碼吸附效應量測與矽

晶球質量導引所需之壓力原級標準。

靜態膨脹系統主要五個真空腔體構成，腔體體積分別為 0.1 公升(V_2)、1 公升(V_1 與 V_5)與 100 公升(V_4 與 V_6)，主要配置圖如圖 2-6 所示。本工作項目將完成之系統主要硬體建置，包含壓力標準器、初始腔體、膨脹腔體與真空幫浦系統，腔體及系統，以及系統之測試與評估。

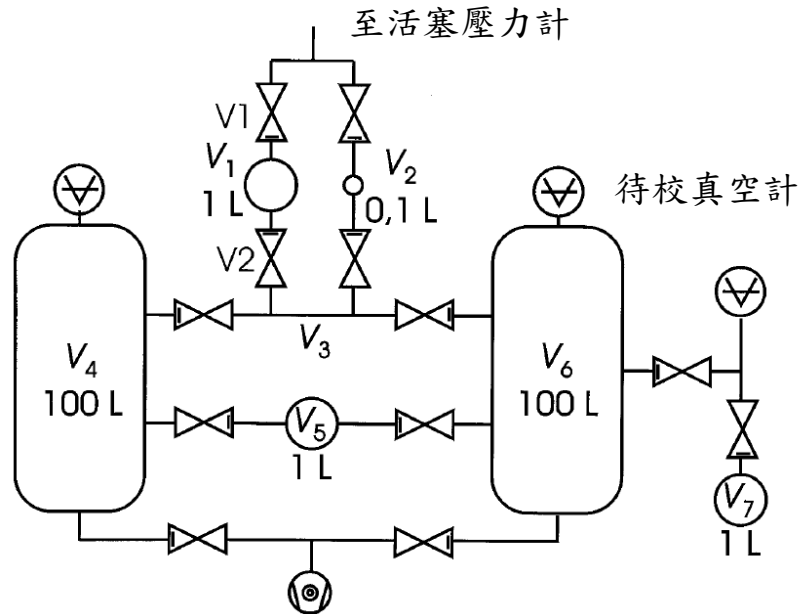


圖 2-6、靜態膨脹系統腔體配置圖

2. 新溫度標準建置

(1) 聲學氣體溫度計量測系統建置

聲學氣體溫度計之原理是利用稀薄氣體聲速和熱力學溫度的關係，藉由共振頻率的量測來決定熱力學溫度。本計畫將向英國國家物理實驗室(NPL)技術移轉聲學氣體溫度計系統技術，包括聲學氣體共振腔本體及其周邊之聲學、微波、溫度傳感器與連結壓力艙之管路配置設計及整合等技術。聲學氣體共振腔及其感測器配置範例，如圖 2-7。

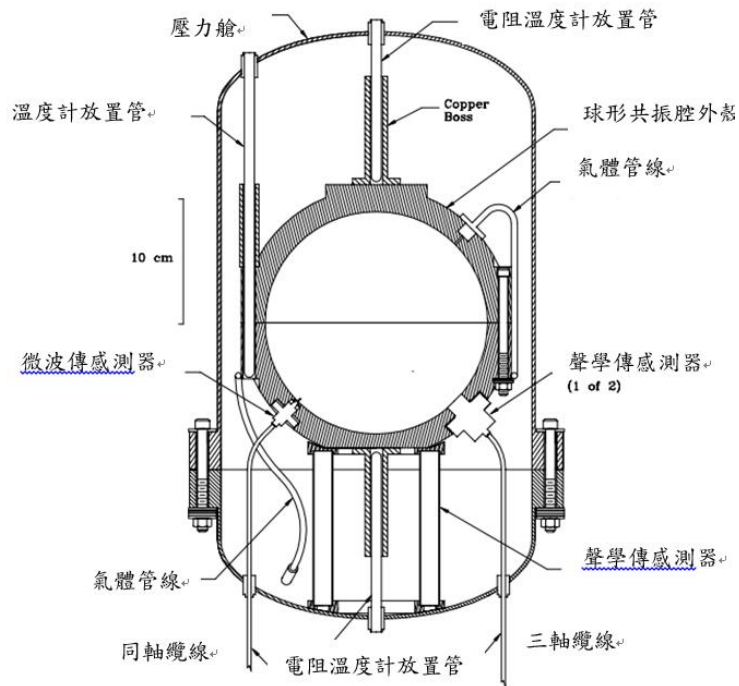


圖 2-7、共振腔與傳感器配置範例圖

本工作項目將建立聲學氣體溫度計之聲學/微波共振法參數量測與擬合技術，以及建立影響共振頻率量測結果的效應修正技術(非理想因素修正)，最後綜整所有建立之技術項目，完成實現克耳文新定義之熱力學溫度量測。另外，也將於 213 K 和 373 K 溫度下，建立 ITS-90 溫度 T_{90} 相對於熱力學溫度 T 的比較量測技術，準確決定克耳文新定義下的 T_{90} 修正值。

(2) 輻射超高溫校正次系統建置

因新克耳文以波茲曼常數定義溫度，取代原先人造物定義點-水三相點，因此建立符合新溫度定義之絕對熱力學輻射測溫法，用以決定金屬-碳高溫固定點(鈷-碳 Co-C: 1324 °C、鈮-碳 Pd-C: 1492 °C、銻-碳 Re-C: 2474 °C)等熱力學溫度，再將此定義好之國際溫標，傳遞至高穩定性之標準線性高溫計。最後，將導出輻射溫度標準，做為 NML 輻射溫度之最高標準依據。

絕對輻射溫度量測系統如圖 2-8 所示，經由絕對輻射計量測定點黑體所產生之輻射熱，經正確的立體角量測、光學穿透率、濾波片光譜響應量測以及偵測器光譜響應量測，並適當修正，再依計算公式可計算得黑體輻射的熱力學溫度。

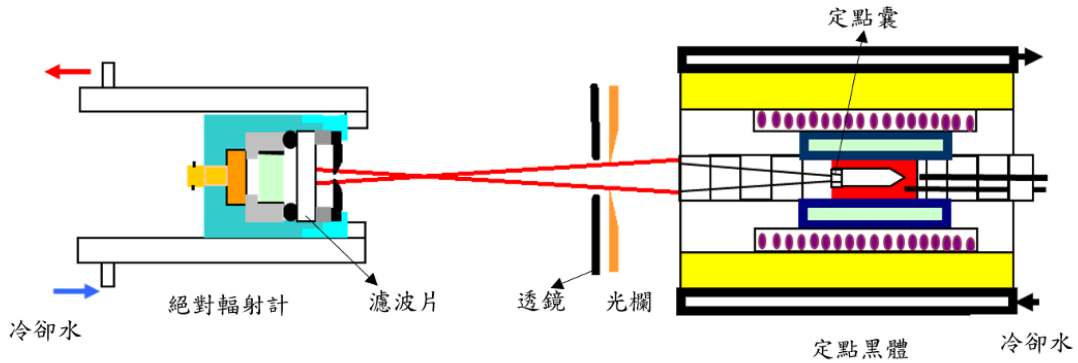


圖 2-8、絕對輻射溫度量測系統

本工作項目將採購輻射超高溫校正系統設備-Re-C、WC-C 等定點及高溫變溫黑體爐，建立絕對輻射溫度量測技術，溫度點為銻碳合金(Re-C；2474 °C)定點，並確定高溫共晶點銻碳合金(Re-C；2474 °C)下熱力學溫度與現行國際溫標 ITS-90 之差。

(3) 熱電偶高溫校正系統建置

隨著 SI 溫度新定義改用波茲曼常數來定義克耳文，以往水的三相點囊將產生一定的不確定度，此改變會衝擊 ITS-90 下所有以定點囊為標準件的量測系統，因此需重新評估與修正各定點囊的不確定度研究。另外，長期以來，在航空航太、國防武器、冶金、燒結等領域對銅凝固點(1084.62 °C)以上高準確度的溫度量測有著迫切的需求。但現行 ITS-90 高溫段固定點只有銀、金、銅三個定義凝固點。ITS-90 規定銀凝固點(961.78 °C)以上的溫度，從定義固定點外推獲得，這導致隨著溫度升高，國際溫標再現性和高溫測量的不確定度將顯著增大。為了降低高溫量測的不確定度與高溫溫標的實現難度，日本 NMIJ 的 Yamada 在 1999 年發現金屬-碳共晶點(Metal-carbon eutectic points)作為高溫固定點，再現性可滿足 CCT 的建議要求(< 100 mK)，並使不確定度比當前國際溫標低 5 至 10 倍，至此國際間展開一系列金屬-碳共晶點的研究。隨 SI 新定義的提出，實施已屆 30 年的 ITS-90 未來將被新溫標 ITS-20xx 取代，ITS-20xx 將可從銅凝固點(1084.62 °C)以上的高溫範圍延伸至金屬(碳化物)-碳共晶點(1492 °C)所能達到的範圍。

本工作項目將採購熱電偶高溫校正系統設備，並建立熱電偶高溫校正量測技術，完成熱電偶高溫校正系統之量測程序與重複性評估，溫度範圍涵蓋 0.01 °C 至 1492 °C。

3. 新電流標準建置

SI 單位安培之新定義乃依據電流的基本物理原理，將安培定義為「安培(A)是 SI 電流單位，它是將基本電荷 e 的值固定為 $1.602\ 176\ 634 \times 10^{-19}$ 庫倫(C)，庫倫等於 A·s，s 為秒」，此新定義將安培由電荷及時間導出。目前，廣被各個國家計量院用來實現安培新定義的方法，是藉由以基本電荷及普朗克常數所定義之約瑟夫森電壓標準與量化霍爾電阻標準，經歐姆定律而導出電流。

約瑟夫森電壓標準是將頻率 f 的微波訊號，入射至由超導體及絕緣材料製成的約瑟夫森晶片，如圖 2-9(a)，此時於晶片兩端施加電流，則可於晶片兩端得到電壓(V)，電流與電壓之關係成量化現象(Quantized)，如圖 2-9(b)之不連續曲線，此稱為約瑟夫森效應(Josephson effect)，其所產生之約瑟夫森電壓 V_J 如下式：

$$V_J = \left(\frac{h}{2e}\right) \times n \times f \quad (2-4)$$

其中， h 為普朗克常數， e 為基本電荷， n 為整數， f 為微波頻率。

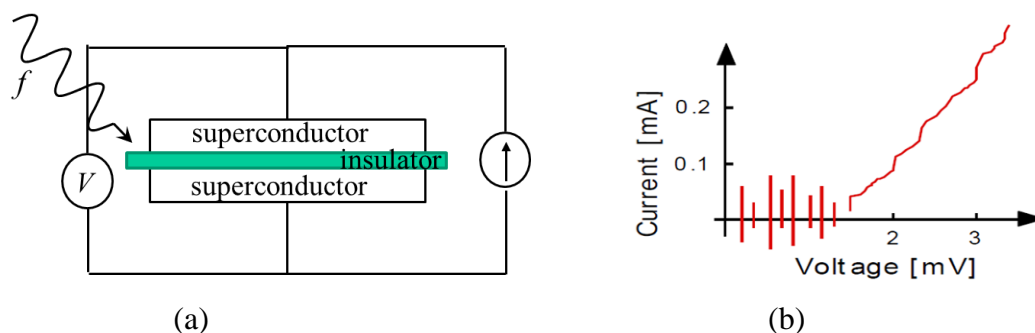


圖 2-9、(a)約瑟夫森效應(Josephson effect)原理及(b)電壓-電流特性

量化霍爾效應是將由 GaAs (砷化鎵) 半導體製作的具二維電子氣(2-D Electron Gas) 結構的霍爾元件，如圖 2-10(a)，置於低溫(液態氦溫度，約 4 K)、高磁場(B)下，並通以縱向電流(I)，則其磁場與橫向電壓(V_H)之關係成量化現象(古典霍爾效應是一連續正比關係)。將橫向電壓(V_H)除以電流(I)可得到電阻，此稱為量化霍爾電阻(R_H)，其與磁場關係如圖 2-10(b)。當磁場增加，量化霍爾電阻值呈階梯狀不連續增加。根據量子力學，量化霍爾電阻 R_H 為：

$$R_H = \frac{V_H}{I} = \frac{h}{ie^2} \quad (2-5)$$

其中， V_H 為不同磁場下之橫向電壓， h 為普朗克常數， e 為基本電荷， i 為整數。因此，根據歐姆定律(電流等於電壓除以電阻)，我們可藉由約瑟夫森電壓標準及量化霍爾電阻標準導出電流標準，即將(2-4)式除以(2-5)式，所得到的安培為：

$$A = \frac{V_J}{R_H} = \frac{\left[\left(\frac{h}{2e}\right) \times n \times f\right]}{\left[\frac{h}{ie^2}\right]} = \frac{(inef)}{2} \quad (2-6)$$

由(2-6)式我們可導出追溯至基本電荷 e 之電流標準。

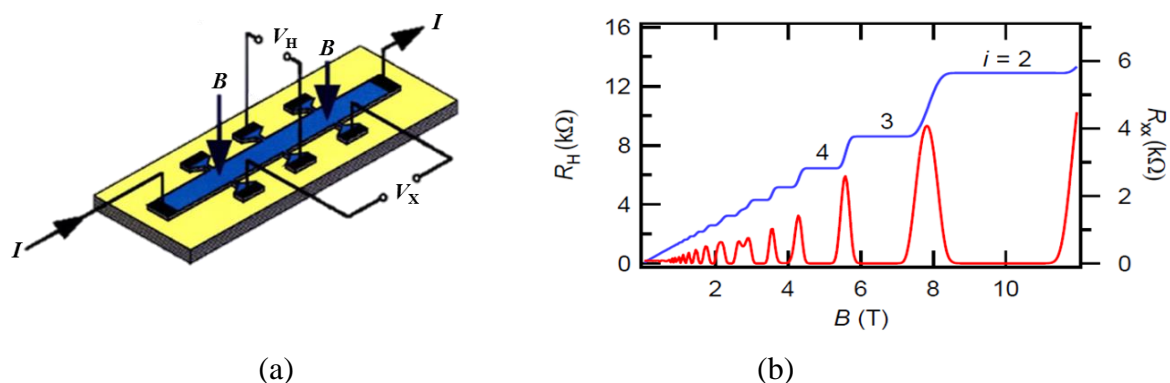


圖 2-10、(a) 量化霍爾效應(Quantum Hall effect)原理及(b) 電阻與磁場關係

於實際電流標準的實現上，由於科學研究及產業應用需要的電流量測範圍很廣，可從小於 10^{-12} A 到大於數千 A，若以(2-6)式直接從量化霍爾電阻及約瑟夫森電壓來導出如此大範圍的電流，則必須用非常低的微波頻率使約瑟夫森電壓輸出低電壓，或以很高的微波頻率使約瑟夫森電壓輸出高電壓，此有其限制及困難。因此，變通的方法是將量化霍爾電阻標準傳遞至高電阻，以導出微電流(電壓不變，電阻愈高，通過之電流愈小)，及傳遞至低電阻，以導出大電流(電壓不變，電阻愈低，通過之電流愈大)。

綜合以上，本項工作項目如下：

(1) 免液氦量化霍爾電阻(QHR)原級標準系統建置

- 進行免液氦 QHR 系統規格制訂及系統採購。
- 針對建立免液氦 QHR 系統所需搭配之實驗室空間與相關設施進行重新佈局與改裝，例如需加裝冰水循環管路，以供執行免液氦 QHR 系統冷卻之水冷式空壓機運作所需。
- 免液氦 QHR 系統運抵實驗室後，與原廠工程師共同執行實機組裝，並進行系統操作訓練，以建立系統標準操作程序及後續的保養程序。
- 執行 QHR 元件特性檢測，在不同磁場下進行 QHR 元件的縱向電阻及橫向電阻量測，藉此分析 QHR 元件所產生的量化電阻平台寬度。另外，亦需進行標準電阻的傳值實驗，將 QHR 原級電阻標準(12.9064 035 kΩ)傳遞給 1 kΩ 的標準電阻器，並確認系統量測變異範圍小於 $\pm 0.04 \mu\Omega/\Omega$ 。同時，與往年的傳遞值作比對，進一步確認各項量測結果是否皆符合規格要求，以完成免液氦 QHR 系統查驗程序。
- 建立免液氦 QHR 系統標準校正技術，我們規劃系統在以 1 kΩ 電阻標準器為待校件及量化霍爾電阻($R_H = 12.9064 035 \text{ k}\Omega$)為標準件的情況下，以精密電橋量測待校電阻 R_x 與量化霍爾電阻 R_H 間的比值 r ，以此方式執行標準電阻的傳值實驗與待校電阻值的校正($R_x = R_H \times r$)。
- 建立免液氦 QHR 標準系統之量測不確定因子，並進行系統量測變異性評估。

(2) 低電阻電橋建置系統建置

- 進行低電阻電橋的規格制訂及採購。
- 進行低電阻電橋等相關設備的功能檢測，以新購的電橋對系統的精密標準電阻器作 A 類不確定度評估，並確認各項量測結果是否符合規格要求。其中，低電阻電橋之比率量測準確度須小於 6×10^{-6} ，以完成各系統驗收程序。
- 建立高精密低電阻電橋之大電流標準校正程序，我們規劃低電阻在執行校正時，使用兩個標準電阻器與一個待校電阻器以比較式量測法(Comparison Method)作電阻值校正，重覆量測次數規劃為 25 次。
- 針對低電阻電橋執行標準電阻器量測時所衍生之量測變異性作深入分析與評估，以完成低電阻電橋 (低電阻量測範圍 0.1 mΩ to 1 Ω，電流量測範圍 100 A to 1000 A)之標準校正程序。

(3) 高電阻電橋系統電橋系統建置

- 進行高電阻電橋系統的規格制訂及系統採購。
- 進行精密標準電阻器及其恆溫儲存槽的規格制訂及設備採購。
- 進行高電阻電橋系統等相關設備的功能檢測，以新購的電橋對系統的精密標準電阻器作量測，並確認各項量測結果是否符合規格要求。其中，高電阻電橋系統之比率量測準確度須小於 5×10^{-6} ，以完成系統查驗程序。
- 建立搭配高精密高阻電橋之高電阻系統標準校正技術，我們規劃高電阻系統在執行校正時，使用兩個標準電阻器與一個待校電阻器以比較式量測法(Comparison Method)作電阻值校正，重覆量測次數規劃為 25 次。
- 針對高電阻電橋系統執行標準電阻器量測時所衍生之量測變異性作深入分析與評估，高電阻量測範圍 100 kΩ to 1 TΩ。

4. 新物質標準建置

SI 新單位制中的亞佛加厥常數在質量及莫耳兩個部分均扮演了極為重要的角色。對於即將出現的公斤新定義中，將利用普朗克常數 h 作為基礎，由方程式(2-7)可了解 $N_A h$ 為定值，其中除了 N_A 與 h 外，其餘四個參數(R_∞ , α , $M(e^-)$, c)均為常數，也因此，若能確定 N_A 後即可推算出普朗克常數 h 。

$$R_\infty = \alpha^2 M(e^-) c / (2 N_A h) \quad (2-7)$$

N_A 為亞佛加厥常數(Avogadro Constant)

h 為普朗克常數(Planck Constant)

R_∞ 為雷德堡常數(Rydberg Constant)

α 為索末菲常數(Sommerfeld Constant)

$M(e^-)$ 為電子之莫耳質量

c 為光速

亞佛加厥常數可經由精密的量測而決定，必須量測 Si 晶體中包含莫耳質量，晶格參數和密度等參數，其中莫耳質量的量測包含相同元素的同位素比例量測，當同一元素具有不同中子數時，即會具有不同的質量數，衍生相同的莫耳數之分子或原子有不同質量的可能性。過去 10 年間，數個國家實驗室使用具有天然同位素豐度的 Si 晶體進行了亞佛加厥常數的量測，然而該常數的相對不確定度僅能達到約 10^{-7} ，其中最主要不確定度是源自於 Si 莫耳質量的測定(相對標準不確定度為 2.4×10^{-7})。這也說明了同位素比例量測技術對於建立新物質量定義與執行新物質量標準傳遞的重要性。

本計畫預期建立之技術包含 Si 的同位素比例與二氧化碳中碳的同位素比例，在化學計量標準的傳遞上，分屬無機分析與氣體分析，為目前國內在化學計量技術發展上頗為成熟且與產業有高度連結的專業領域。內容分別說明如下：

為了量測高純度 ^{28}Si 富集晶體之莫耳質量，本研究將應用高純度的 ^{28}Si 富集晶體作為樣品，其中矽同位素元素包含高濃度的 ^{28}Si ，以及極微量的 ^{29}Si 和 ^{30}Si ，由於待測物 ^{28}Si 和 ^{30}Si 之濃度差距超過 10^6 倍，因此必須選用配備有多個不同線性範圍之偵測器(法拉第杯及訊號放大偵測器)之質譜儀。

(1) 感應耦合電漿質譜量測技術建置

- 矽晶體溶解試劑純度分析

由於矽為環境中常見之元素，為了避免清洗及溶解矽晶體之溶劑內貢獻之矽同位素污染，在研究初期將建立純度分析技術，針對高濃度超純四甲基氫氧化銨試劑進行純度分析，確認其中含有之污染矽元素濃度。

- 矽晶體溶解前處理技術

由於 MC-ICP-MS 目前主要應用於分析液態樣品，參考過去 PTB 發表之研究內容顯示，可利用強鹼(NaOH)溶解矽晶圓，然而高濃度含量的鈉離子會影響電漿之能量穩定性，而對後續量測的 Si 信號產生顯著的抑制效應，進一步造成矽同位素比例之量測偏差。參考 NMIJ 發表之技術內容，後續將利用四甲基氫氧化銨試劑做為溶劑，完成矽晶體溶解前處理技術之最佳化程序。

- 建立自然豐度矽晶體同位素比例量測技術

為了量測高純度 ^{28}Si 富集晶體之莫耳質量，本研究中需使用到自然豐度的矽同位素樣品作為標準品，因此規劃在第一期計畫期間採購多接收器感應耦合電漿質譜儀，並利用質譜儀針對自然豐度矽標準品內之同位素比例進行量測(圖 2-11)。

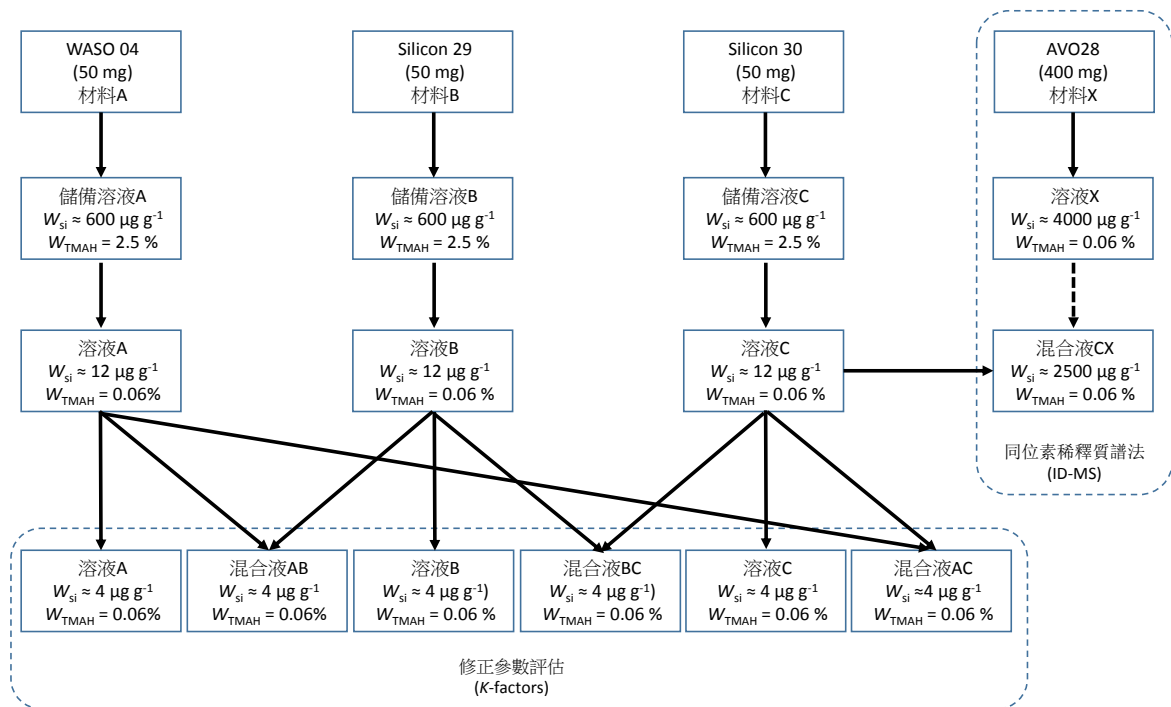


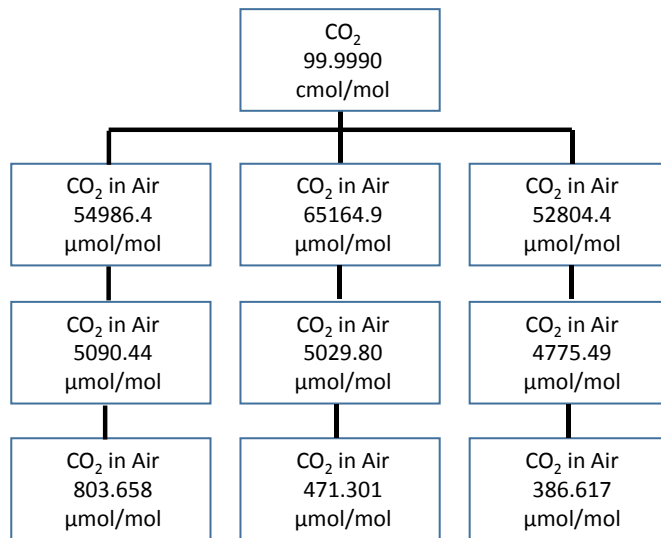
圖 2-11、矽同位素樣品之稀釋程序混合程序示意圖

(2) 同位素比例量測技術建置

二氧化碳之碳同位素比例量測主要應用於二氧化碳來源鑑識。空氣中二氧化碳濃度的準確量測牽涉到全球環境變遷筆因分析與碳稅徵收等國際環保議題的研究。也因此國際化學計量委員會中，包含日本，韓國，英國，美國與中國等都積極投入大氣濃度等級(400 $\mu\text{mol/mol}$ 至 800 $\mu\text{mol/mol}$)二氧化碳濃度標準的建置，不確定度的要求則是達到 0.1 至 0.2 $\mu\text{mol/mol}$ ，在相對擴充不確定度的要求達 0.05% 的情況下，二氧化碳中碳的同位素比例就可能影響所取得之二氧化碳的分子量，進而影響所配製與供應之標準氣體的濃度驗證值與不確定度。因此，本計畫參考目前在國際上已完成之關鍵比對(CCQM-K120)作法，進行如下技術建立：

- 二氧化碳混合氣體配製與量測技術建立

二氧化碳標準氣體配製流程圖參考日本 NMIJ 之設計依照 ISO 6142 方法進行(詳圖 2-12)常用以量測二氧化碳之分析技術包含氣相層析火焰離子法(GC-FID)及傅立葉紅外光譜法(FTIR)與光衰振盪光譜法。在 0.05% 的相對擴充不確定度要求下，儀器量測重複性與再現性的標準不確定度至少應小於 0.01%。此計畫目標將於儀器採購驗收完成後於 2019 年逐步完成。本年度工作目標為主要組成分之質量法濃度配製的不確定度 < 1%。



製備方式依據ISO 6142:2015
採用三階段稀釋。

原物料氣體：

1. 高純度CO₂
(¹³δC數值接近大氣環境-8.8 ‰)
2. 純化空氣
(去除CO₂、CO、N₂O、H₂O、CH₄及碳氫化合物等不純物)

圖 2-12、二氧化碳分析樣品之配製程序示意圖
(資料來源:日本 NMIJ 於 2018 年 CCQM-GAWG 會議發表內容)

- 標準氣體配製用原物料純度分析技術建立
包含二氧化碳純氣與空氣之純度分析所需定量的化學物種多達 10 種以上(H₂, O₂, N₂, H₂O, Ar, CH₄, C₃H₈, CO₂, N₂O)，量測濃度範圍主要為數十 ppb 至數十 ppm。此工作目標可於設備採購期間，利用國家度量衡標準實驗室既有技術能量與設備執行完成。
- 大氣二氧化碳採集技術建立
為有效評估與瞭解不同區域二氧化碳之來源，本計畫將參考環境保護署之空氣品質監測站設置地點，前往工業測站區域與背景測站區域進行大氣二氧化碳採集，瞭解不同區域二氧化碳同位素比例分布的差異性。在本計畫所採購的設備完成安裝與測試驗收後，開始執行同位素比例量測，其中 δ¹³C 量測不確定度 < 2 %。

(四)四項 SI 新標準建置達成情形(截至 107.12)

四項 SI 新標準建置於 5 項專案計畫之達成情形摘錄說明如下，後續章節則為針對本計畫(106 年度跨部會署科發基金計畫)之詳細報告。

表 2-5、四項 SI 新標準建立之工作內容及於各計畫之關聯性

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
新質量標準	(1) 原級矽晶球質量標準建置					
	A. 高純度矽晶球質量原級標準規格制訂與採購申請，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)		完成高純度矽晶球質量原級標準，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$			
	B. 完成真空相容質量比較儀規格制訂與系統採購，並完成實驗室環境建置，腔體真空度可達 0.1 mPa，質量補償範圍 1.5 g，質量解析度 100 ng		完成真空相容質量比較儀採購，腔體真空度可達 0.1 mPa，質量補償範圍 1.5 g，質量解析度 100 ng。			
	C. 建立質量標準真空至大氣導引技術，完成法碼氣體吸附效應量測流程建置		完成法碼氣體吸附效應量測流程建置及技術報告一篇(技資編號: 07-3-A7-0083-01)。			
	D. 完成吸附效應量測實驗，吸附質量相對標準不確定度小於 65%			完成吸附效應量測實驗，吸附質量相對標準不確定度小於 65%。		
	E. 完成 1 mg 至 1 kg 質量導引系統採購與驗收				完成 1 mg 至 1 kg 質量導引系統採購與驗收。	
	(2) 矽晶球表層質量量測系統技術建立					
	A. 完成矽晶球表面光電子頻譜分析儀(含 XFlash 矽漂移偵測器)設備購置及自德國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表層質量量測技術	完成矽晶球表面光電子頻譜分析儀(含 XFlash 矽漂移偵測器)設備購置及自德國				

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
		國 PTB 技術移轉 XRF XPS 矽晶球表面層質量量測技術。				
	B. 完成系統設計與各次系統規格訂定，目標表層質量相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$		完成系統設計與各次系統規格訂定，目標表層質量相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ 。			
	C. 建立矽晶球表面水層、碳化汙染層與氧化層定量量測技術，完成螢光頻譜與電子頻譜數據分析軟體建置		完成螢光頻譜與電子頻譜數據分析軟體建置。			
	D. 完成矽晶球表面層質量量測系統實驗室環境建置(溫度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相對濕度 40% 至 60% ，並提供獨立地基之隔振基礎平台)建置		完成矽晶球表面層質量量測系統實驗室環境建置(溫度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相對濕度 40% 至 60% ，並提供獨立地基之隔振基礎平台)建置，及技術報告一篇(技資編號 :07-3-A7-0174-01)。			
	E. 完成整合 X 光光電子頻譜與 X 光螢光頻譜表層分析儀之超高真空腔體與五軸樣品移動座採購與驗收			完成整合 X 光光電子頻譜與 X 光螢光頻譜表層分析儀之超高真空腔體與五軸樣品移動座購置。		
	F. 完成整合型 XRF XPS 表層質量分析系統之真空樣品傳輸腔體測試，真空度小於 10^{-5} Pa				完成整合型 XRF XPS 表層質量分析系統之真空樣品傳輸腔體測	

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
					試，真空度小於 10^{-5} Pa。	
	G. 完成 X 光光電子頻譜與 X 光螢光頻譜技術表層分析儀系統整合					已購置表層質量量測系統各次系統之規格制訂與採購，後續將進行質量表層量測系統之組裝測試。
	H. 完成矽晶球表層質量量測評估，表層質量量測範圍大於 10 μ g，相對標準不確定度 \leq 15%，即相對擴充不確定度 \leq 30%					目前已完成矽晶球表層螢光頻譜與 SDD 響應函數理論模型建置與背景值擬合，後續工作將進行 XPS 數據處理軟體撰寫。
	(3) 原級真空標準建置					
	A. 完成靜態膨脹真空標準系統與技術建立，壓力校正範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %				完成靜態膨脹真空標準系統與技術建立，壓力校正範圍 0.1 mPa 至 1 kPa，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %	
新溫度標準	(1) 聲學氣體溫度計量測系統建置					
	A. 完成氣體分析儀(I)-H ₂ O 濃度分析與溫度定點(I)-Ag、Al、Zn、In 定點採購	完成氣體分析儀(I)-H ₂ O 濃度分析與溫度定點(I)-Ag、Al、Zn、In 定點採購。				
	B. 完成聲學氣體溫度計共振腔體採購與組裝，溫度範圍(213 ~ 373) K，溫度穩定度 \leq			完成聲學氣體溫度計共振腔體採		

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
	± 5 mK			購與組裝，溫度範圍(213~373) K，溫度穩定度 ≤ ± 5 mK。		
	C. 建立工作氣體純度分析技術，可量測水氣最小濃度 0.6 ppm			建立工作氣體純度分析技術，可量測水氣最小濃度 0.6 ppm。		
	D. 建立聲學共振頻率量測與修正技術及共振腔於(213 ~ 373) K 溫度範圍之溫度穩定性評估技術				完成聲學共振頻率量測與修正技術及共振腔於(213 ~ 373) K 溫度範圍之溫度穩定性評估技術。	
	E. 建立(213 ~ 505) K 聲學氣體溫度計量測系統，量測不確定度: $u(T) \leq 2.0$ mK(涵蓋因子 $k = 1$)					與英國 NPL 完成共振腔體、聲學/微波量測次系統、冷卻裝置、含真空泵/壓力計之氣體處理次系統之規格討論。
	(2) 絕對輻射溫度量測系統建置					
	A. 建立絕對輻射溫度量測技術，溫度點為銻碳合金(Re-C 2474 °C)定點。確定高溫共晶點銻碳合金(Re-C; 2474 °C)下熱力學溫度與現行國際溫標 ITS-90 之差小於 0.5 %				建立絕對輻射溫度量測技術，溫度點為銻碳合金(Re-C 2474 °C)定點。	
	B. 完成高溫黑體爐設備(1000 ~ 3000) °C 與標準傳遞件(波長 0.65 μm 及 0.9 μm，溫度範圍(800 ~ 3000) °C)採購及完成 Co-C(1324 °C)、Pd-C(1492 °C)、Re-C(2474 °C)及鎢碳(WC-C, 2747 °C)高溫共晶定點囊設備採購					完成高溫黑體爐設備(1000 ~ 3000) °C 與標準傳遞件(波長 0.65 μm 及 0.9 μm，溫度範圍(800 ~ 3000) °C)採購及完

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
						成 Co-C(1324 °C)、Pd-C(1492 °C)、Re-C(2474 °C) 及 鎢 碳 (WC-C, 2747 °C) 高溫共晶定點囊設備採購
	C. 完成 Co-C(1324 °C) 共晶定點囊短期重複性評估，重複性 ≤ 20 mK					完成 Co-C(1324 °C) 共晶定點囊採購，預計於 2019 年 4 月到貨驗收後搭配 IR-R80 進行融化點溫度短期重複性評估。
	D. 完成建立絕對式輻射溫度計及相關參數追溯，波長 650 nm 及 900 nm，光源尺寸效應 (SSE) < 0.05 %					完成絕對式輻射溫度計發包製作，後續將建立相關量測參數追溯。
	(3) 熱電偶高溫校正系統建置					
	A. 建立熱電偶高溫校正量測技術，溫度範圍涵蓋(0.01 ~ 1492) °C				完成熱電偶高溫校正量測技術，溫度範圍涵蓋(0.01 ~ 1492) °C。	
新電流標準	(1) 量化霍爾電阻系統精進					
	A. 建立免液氦量化霍爾電阻系統原級標準系統，電阻校正之標準不確定度: < $3 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度: < $6 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$				完成免液氦量化霍爾電阻系統原級標準系統，電阻校正之標準不確定度: < $3 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度: < $6 \times 10^{-8} \Omega/\Omega$ 。	
	(2) 大電流標準建置					
	A. 完成低電阻電橋標準校正程序建立，電阻					完成低電阻電橋量

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
	量測範圍 0.1 mΩ to 1 Ω，電流量測範圍 100 A to 1000 A，電阻校正之標準不確定： $< 25 \mu\Omega/\Omega$ ，即擴充不確定度： $< 50 \mu\Omega/\Omega$					測架構設計，後續亦將持續針對低電阻電橋系統執行標準電阻器量測時所衍生之量測不確定因子作深入分析與評估。
	(3) 微電流標準建置					
	A. 建立用於微電流標準之高電阻電橋系統，高電阻量測範圍 100 kΩ to 1 TΩ，電橋之比率量測準確度 $< 5 \times 10^{-6}$				完成微電流標準之高電阻電橋系統，高電阻量測範圍 100 kΩ to 1 TΩ，電橋之比率量測準確度 $< 5 \times 10^{-6}$ 。	
	B. 完成高電阻校正之重複量測變異性評估 ($< 80 \mu\Omega/\Omega$)，高電阻量測範圍為 100 kΩ to 1 TΩ				完成高電阻校正之重複量測變異性評估 ($< 80 \mu\Omega/\Omega$)，高電阻量測範圍為 100 kΩ to 1 TΩ。	
新物質 量標準	(1) 感應耦合電漿質譜量測技術建置					
	A. 建立高濃度四甲基氫氧化銨試劑純度分析技術 (LOD < 50 ppt, 20 elements)				完成高濃度四甲基氫氧化銨試劑純度分析技術 (LOD < 50 ppt, 20 elements)。	
	B. 建立高濃度硝酸試劑純度分析技術 (LOD < 50 ppt, 20 elements)				完成高濃度硝酸試劑純度分析技術 (LOD < 50 ppt, 20 elements)。	
	C. 建立四甲基氫氧化銨溶解矽晶體之前處理技術				完成四甲基氫氧化銨溶解矽晶體之前處理技術。	
	(2) 同位素比例量測技術建置					

名稱	工作項目	106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,000 萬) 106.09~12	106 年度跨部會署科發基金計畫 (本計畫) (7,880 萬) 107.02~12	107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫 (4,362.7 萬) 107.01~12	107 年度行政院第二預備金 (2 億 6,065.5 萬) 107.07~12	107 年度科發基金研發成果收入運用計畫 (9,099.4 萬) 107.07~108.06
	A. 建立質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術				完成質譜法自然豐度 Si 同位素稀釋量測技術。	
	B. 建立質譜法高純度 ²⁸ Si 富集晶體之莫耳質量量測技術(相對標準不確定度 < 10 ⁻⁷) (相對於 ²⁸ Si 莫耳質量)				完成質譜法高純度 ²⁸ Si 富集晶體之莫耳質量量測技術(相對不確定度 < 10 ⁻⁷)。	
	C. 建立光學法同位素比例量測技術				完成光學法同位素比例量測技術。	

三、本計畫之目標與達成情形

(一) 計畫目標

符合新定義之新質量系統建立，以 X 光晶體密度法為基礎，追溯至普朗克常數，實現新公斤定義。並依新追溯方式，建置質量比較系統，將新質量標準傳遞至需求產業。新質量系統的建立，分為三個主要項目，分別是：1.原級矽晶球質量標準建置，質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ ，即相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)；2.矽晶球表層質量量測系統技術建立，相對標準不確定度 $\leq 15\%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ；以及 3.原級真空標準建置，相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %。

就校正追溯體系建置的觀點來說，在項目 1 中，“高純度矽晶球質量原級標準”的購置，則是建立 XRCD 法追溯至普朗克常數，實現新公斤定義的第一階段，如圖 3-1 所示之新質量追溯鏈。接續的標準傳遞，必須將“高純度矽晶球質量原級標準”傳遞至一般的工作標準法碼，在 NML 可以是 IPK，也可以是不銹鋼公斤標準法碼(標稱值為 1 kg)，因此需要建立“真空相容質量比較儀”，提供這項能力。而傳遞的過程必須考慮標準法碼分別在真空及普通大氣中量測的差異，因此須建立法碼“吸附效應”、“空氣浮力”等的評估技術，以及深化“原級真空標準”(項目 3)的量測能力。為了能將工作標準法碼，順利傳遞至客戶不同質量的法碼(1 mg ~ 1 kg)，建構“質量導引系統”，以順利服務客戶，滿足客戶不確定度需求。此外“高純度矽晶球質量原級標準”必須監測其表層質量因清洗或是儲存環境所造成的影響，因此需建置“矽晶球表層質量量測系統”(項目 2)，有系統的、定期的評估表層質量變化。質量量測的環境要求極高，若環境變化劇烈，將大幅影響矽晶球量測的不確定度，因此實驗室建置，也是新質量系統極為要求的一環，質量比較儀放置區域之環境溫度為 $(20.0 \pm 0.3) ^\circ\text{C}$ ，且環境濕度為 $(50 \pm 10) \% \text{RH}$ ，實驗室之振動要求也依國際規範設置。

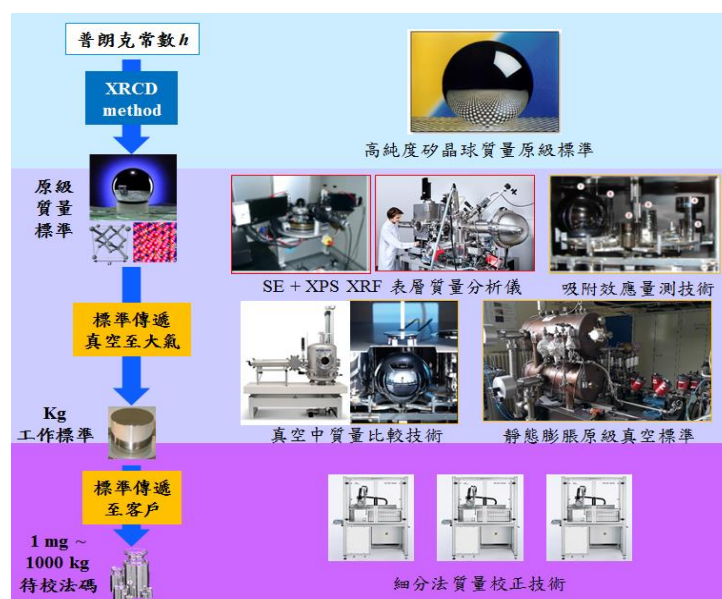


圖 3-1、新質量系統追溯圖及追溯鏈上之相關系統

在系統關鍵硬體建置及技術建立之後，後續將進行系統整合及針對每一量測參數或次系統，進行不確度的評估與分析。在完整的系統不確定度評估後，隨即配合世界各國的進展，或是地區性計量組織(例如 APMP)舉辦的量測比對，確立系統的量測能力與國際等同，另一方面，則可同時提供國內產業之校正追溯，服務國內廠商。

新質量系統建立的三個主要項目，由表 2-5 中所列之 5 項計畫“106 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫”、“106 年度跨部會署科發基金計畫”、“107 年度國家度量衡標準實驗室運作與發展計畫”、“107 年度行政院第二預備金”及“107 年度科發基金研發成果收入運用計畫”分別完成。各計畫內均依據此三個主要項目設定相關聯之次要目標，以期最終能組合完成三個主要項目所設定之目標，分別是：

1. 原級矽晶球質量標準建置：質量標準不確定度為 $\leq 50 \mu\text{g}$ (相對於 1 kg)，其相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$
2. 矽晶球表層質量量測系統技術建立：相對標準不確定度 $\leq 15 \%$ (相對於表層質量)，即相對擴充不確定度 $\leq 30 \%$
3. 原級真空標準建置：相對標準不確定度(0.05 ~ 1.25) %，即相對擴充不確定度(0.1 ~ 2.5) %

本計畫(106 年度跨部會署科發基金計畫)之計畫目標，針對 1. 原級矽晶球質量標準建置及 2. 矽晶球表層質量量測系統技術建立，設定更詳細之細部規劃，如下所述：

1. 原級矽晶球質量標準建置(第一階段)

- (1) 完成高純度矽晶球質量原級標準規格制訂與採購申請，質量相對不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)。
- (2) 完成真空相容質量比較儀規格制訂與系統採購，並完成實驗室環境建置，腔體真空度可達 0.1 mPa，質量補償範圍 1.5 g，質量解析度 100 ng。
- (3) 建立質量標準真空至大氣導引(傳值)技術，完成法碼氣體吸附效應量測流程建置。

2. 矽晶球表層質量量測系統技術建立(第一階段)

- (1) 完成系統設計與各次系統規格訂定，目標表層質量相對標準不確定度 $\leq 15 \%$ ，即相對擴充不確定度 $\leq 30 \%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$ 。
- (2) 建立矽晶球表面水層(Water Layer)、碳化汙染層(Carbonaceous Contamination Layer)與氧化層(SiO_2)表層質量定量量測技術建立，完成螢光頻譜與電子頻譜數據分析軟體建置，軟體需具備頻譜擬合功能，可將頻譜分解為偵測器響應與各元素所貢獻之頻譜，不限軟體種類，但需與 Linux 或 Windows 作業系統相容。
- (3) 完成矽晶球表層質量量測系統實驗室環境建置(溫度 $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ 、相對濕度 40 % 至 60 %，並提供獨立地基之隔振基礎平台)建置。

(二) 計畫達成情形

本計畫如期完成計畫規劃之 6 項查核點，並符合設定之目標。執行情形摘錄說明如下，進一步之工作成果說明，則詳列於“四、重要成果說明”。

工作項目	計畫內容(查核點)	實際執行內容
原級矽晶球質量標準建置	2 月:完成質量比較儀與矽晶球清洗實驗室環境建置委外施工採購申請	<ul style="list-style-type: none"> • 已完成質量比較儀與矽晶球清洗實驗室環境建置委外施工採購申請及完成實驗室改造建置工程。每月施工進度如下說明- <ul style="list-style-type: none"> ✓ 4 月完成回風牆與三組水泥塊之植筋、灌漿與模板拆除作業。 ✓ 5 月完成回風牆庫板與新質量系統臨窗之磚牆作業。 ✓ 6 月完成花崗岩與水泥基座黏附工程、地板鋼樑架設、天花板樑架作業。 ✓ 7 月完成實驗室地板安裝與空調管路、天花板架設安裝及牆面油漆。 ✓ 8 月完成門禁管制開通啟用。 ✓ 9 月完成工程驗收。 • 實驗室環境建置之規格分為兩部分: 質量比較儀放置區域之環境溫度: $(20.0 \pm 0.3) ^\circ\text{C}$，環境濕度: $(50 \pm 10) \% \text{RH}$；矽晶球清洗區與矽晶球表面質量量測系統空間環境溫度: $(20.0 \pm 1.0) ^\circ\text{C}$，環境濕度: $(50 \pm 10) \% \text{RH}$。
	3 月:完成矽晶球清洗標準流程建置	<ul style="list-style-type: none"> • 已完成矽晶球清洗標準流程建置，並產出技術文件一份“質量原級標準矽晶球清洗標準程序”(工研院技資編號 07-3-A7-0051-01): <ol style="list-style-type: none"> (1) 雙手帶上無粉 Nitrile 手套，並以 2 % Deconex 清潔溶液清潔雙手(手套)，再以蒸餾水沖洗雙手(手套)。 (2) 以 2 % Deconex 清潔溶液沖洗矽晶球，並以微纖維墊擦洗矽晶球數次，擦洗時要避免矽晶球在清潔架上移動。將矽晶球上下對調

工作項目	計畫內容(查核點)	實際執行內容
		<p>放置，重複前一步驟。</p> <p>(3) 以蒸餾水沖洗雙手(手套)，再以酒精沖洗雙手(手套)，並等待雙手手套乾燥。</p> <p>(4) 以蒸餾水沖洗矽晶球數次，再將矽晶球上下對調放置，再以蒸餾水沖洗矽晶球數次。</p> <p>(5) 以酒精沖洗矽晶球數次，再將矽晶球上下對調放置，再以酒精沖洗矽晶球數次後，待其乾燥。</p> <p>(6) 以微纖維布抓取矽晶球，並移至摔落防護區域擦拭乾燥。</p> <p>(7) 將矽晶球小心置放於旋轉台上，並以專用空氣吹球與手電筒進行最後檢查。</p>
	<p>9 月:完成真空公斤質量比較儀建置，衡量範圍 1 kg，解析度 0.1 μg，重覆性 0.5 μg</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 已完成真空公斤質量比較儀建置，衡量範圍 1 kg，解析度 0.1 μg，重覆性 0.5 μg，每月詳細進度如下說明: <ul style="list-style-type: none"> ✓ 2 月:完成真空相容質量比較儀採購規範書與請購申請。 ✓ 3 月:完成議價開標作業，由瑞士商 Mettler Toledo 得標，於 9/25 到貨。 ✓ 4 月:完成與 Mettler Toledo 瑞士原廠工程師確認真空相容質量比較儀架設相關尺寸，完成固定腔體用之花崗岩鎖孔位置與鎖孔大小設置。 ✓ 6 月:完成三組花崗岩定位與安裝。 ✓ 9 月:儀器已於 9/19 到貨，並將實驗室清空以利設備放置。 ✓ 10 月:10/01 開始進行真空質量比較儀安裝，並接受由 Mettler Toledo 瑞士原廠工程師提供之操作訓練課程。 ✓ 11 月:完成設備組裝與驗收，規格

工作項目	計畫內容(查核點)	實際執行內容
		符合計畫目標。
	12 月:完成高純度矽晶球原級質量標準相關參數包含矽同位素比例、莫耳分子量、真圓度、晶格常數與球體體積確認，完成採購流程	<ul style="list-style-type: none"> • 高純度矽晶球原級質量標準建置預計 12 月底前完成，至 9 月為止之進度如下說明： <ul style="list-style-type: none"> ✓ 2 月:完成第一期款 500,000 歐元付款流程申請(自辦項目委託管理申請單)，並提供採購部門 PTB 所開立之 Invoice ✓ 4 月：柏林 IKZ(Institut für Kristallzüchtung)完成矽單晶棒生長，並於 4/19 交付 PTB。 ✓ 5 月:完成矽單晶柱切割 ✓ 6 月:完成莫爾分子量與不純物量測所需之 12 組矽單晶樣品切割。完成矽晶球成型研磨與第一階段之拋光研磨。 ✓ 7 月:完成矽晶球表面第二階段之拋光研磨，使表面平均粗糙度小於 1nm。 ✓ 8 月:完成矽晶球表面第三階段之拋光研磨，並去除矽晶球表面之細部損傷。 ✓ 9 月:完成晶球表面光學檢查，並整合矽晶球質量與表層質量量測與分析。 ✓ 10 月:由德國 PTB 力學與聲學組組長 Dr. Frank Haertig 以手提方式運送來台。 ✓ 11 月:完成驗收作業，矽晶球整體質量相對標準不確定度為 2.5×10^{-8}，符合計劃目標。
矽晶球表面質量量測系統技術建立	4 月:完成矽晶球表層質量量測系統設計與實驗室環境空間規畫設計，完成相關工程圖繪製	<ul style="list-style-type: none"> • 完成 XRF XPS 系統中真空傳輸腔體與超高真空分析腔體設計圖面分析，產出三視工程圖、零件表與組裝說明簡報。 • 完成實驗室環境空間規畫，確認電源、氣源與溫濕度規格，並完成施工

工作項目	計畫內容(查核點)	實際執行內容
		發包申請。 ✓ 7 月完成實驗室地板安裝與空調管路、天花板架設安裝及牆面油漆。 ✓ 8 月完成門禁管制開通啟用。 ✓ 9 月完成工程驗收。
	12 月:進行矽晶球表層螢光頻譜擬合與分析技術建置，氧元素沉積質量相對標準不確定度< 30%	<ul style="list-style-type: none"> • 已於 PTB 客座期間了解螢光頻譜擬合軟體之架構以及擬合所需參數，並完成矽晶球表層質量量測流程建立。 • 已於 9 月完成矽晶球表層螢光頻譜與 SDD 響應函數理論模型建置螢光頻譜理論模型建置，螢光頻譜分析由三個次頻譜(制動輻射、共振拉曼散射、彈性散射)所合成。 • 完成系統螢光頻譜校正曲線擬合與 XRF 螢光頻譜分析擬合之軟體建置。 • 完成矽晶球表層螢光頻譜擬合與分析技術建置，矽晶球每單位面積的氧沉積量為$(110.9 \pm 9.9) \text{ ng/cm}^2$，相對標準不確定度為 8.96 %。

四、本計畫重要成果說明

(一)原級矽晶球質量標準建置

- (1) 完成高純度矽晶球質量原級標準規格制訂與採購申請，質量相對不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$ (相對於 1 kg)

A. 完成高純度矽晶球質量原級標準規格制訂與採購

高純度矽晶球質量原級標準為委託德國 PTB 製作，其所規劃之矽晶球製作之整體進度如表 4-1 所示，柏林 IKZ (Leibniz Institute for Crystal Growth)於 4 月完成純化矽單晶棒，並將完成的矽單晶棒運送至 PTB，進行製作矽晶球原及質量標準之切割，如圖 4-1。同時，亦進行莫耳分子量所需之矽單晶樣品切割、不純物量測所需之矽單晶樣品切割等。於 6 月進行矽晶球車削及研磨，如圖 4-2，圖 4-3 為完成第一階段之拋光研磨之矽晶球。於完成第二、三階段之拋光研磨後，PTB 進行各質量絕對參數之量測，於 10/19 完成所有量測。

表 4-1、德國 PTB 製作高純度矽晶球之進度表

查核	預定執行工作	完成日期
✓	於 IKZ 完成長晶 Growing of the monocrystal at the IKZ	2018/04
✓	將完成的矽單晶棒運送至 PTB Delivering the crystal to the PTB	2018/04/19
✓	將矽單晶棒進行切割 Cutting of the crystal	2018/05/15
✓	莫爾分子量所需之矽單晶樣品切割 Manufacturing of six samples for molar mass measurements	2018/06/22
✓	不純物量測所需之矽單晶樣品切割 Cutting of six samples for the measurement of impurities. Handed for polishing to the Leibnitz Institute for Crystal Growth in Berlin	2018/06/18
✓	矽晶球車削及研磨 Turning and grinding of the sphere	2018/06/15
✓	第一階段矽晶球拋光研磨 Polishing of the sphere – first step	2018/06/30
✓	第二階段矽晶球拋光研磨 Polishing of the sphere – second step Average surface roughness < 1 nm Form error approx. < 30 nm	2018/07/15
✓	第三階段矽晶球拋光研磨 Polishing of the sphere – third step	2018/08/27

查核	預定執行工作	完成日期
	Removing of subsurface damages Reducing form errors	
✓	Optical surface inspection	2018/09/15
✓	Measurements of impurities and molar mass	2018/09/27
✓	Combined mass and surface layer measurements	2018/09/28
✓	Measurement of the surface roughness	2018/10/04
✓	Volume measurement in sphere interferometer	2018/10/05-19
✓	Volume measurement of quasi-primary sphere SiQP_03_e	2018/09/28-10/05
✓	Mass measurement of quasi-primary sphere SiQP_03_e	2018/10/08-15
✓	矽晶球交付	2018/10/23

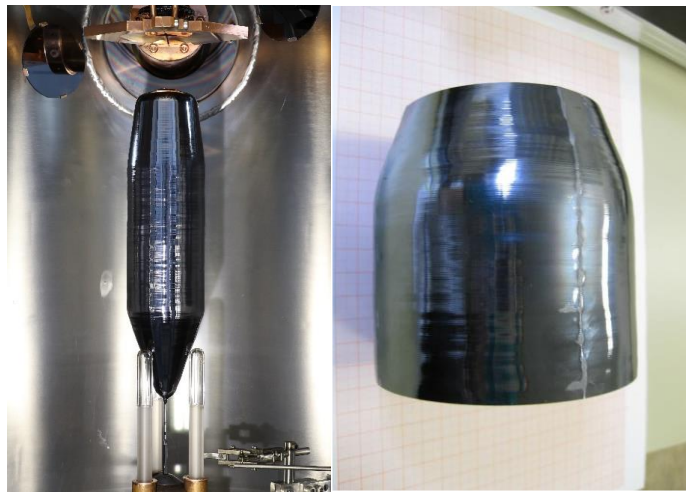


圖 4-1、矽單晶棒與用於製作矽晶球原及質量標準之切割部分

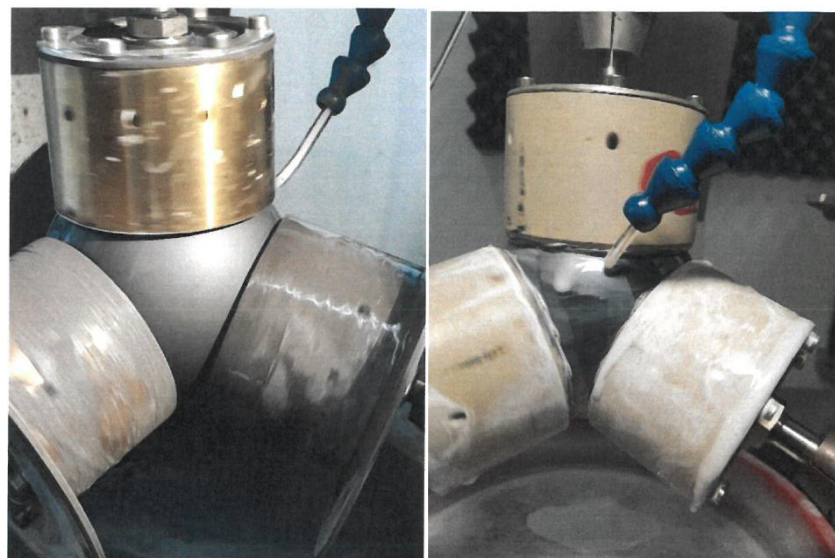


圖 4-2、矽晶球成形研磨(左圖)與第一階段拋光研磨(右圖)

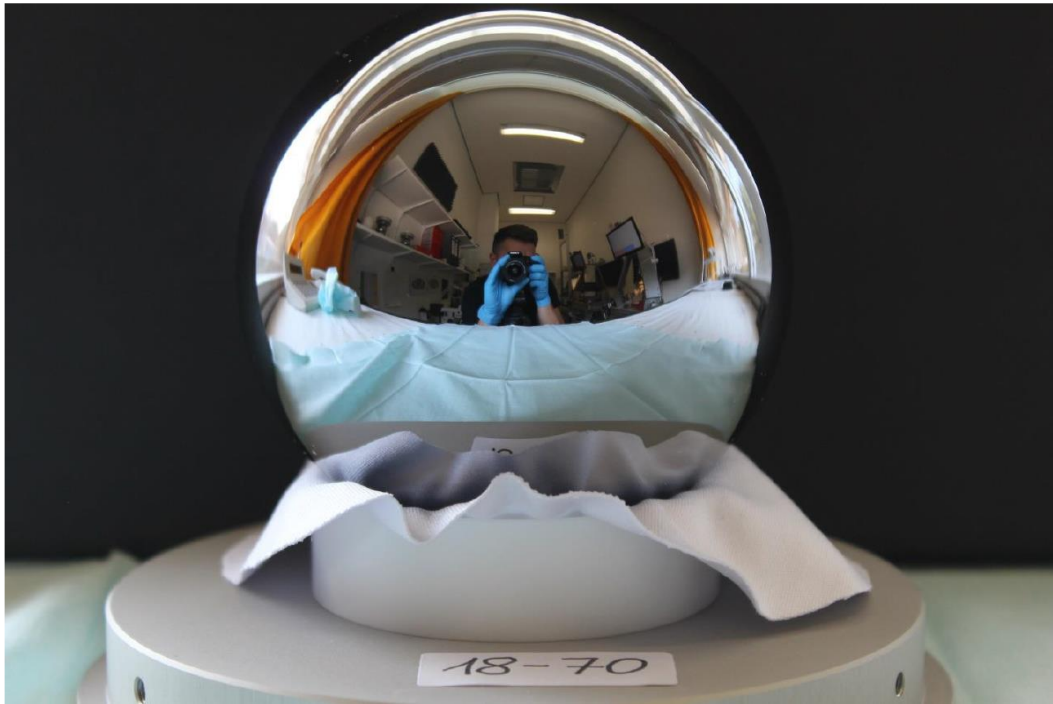


圖 4-3、第一階段拋光研磨後之矽晶球

完成製作之矽晶球於 10/23 由德國 PTB 力學與聲學組組長 Dr. Frank Haertig 以手提方式運送來台，按 ITRI 與 PTB 雙方合作協定，PTB 共交付了一顆高度純化矽 28 矽晶球(原級質量標準，Primary mass standard)、一顆天然矽製作之準原級矽晶球(二級質量標準，Secondary mass standard)、兩顆直徑約 93.7 mm 之玻璃球與相關校正測試報告十份，矽晶球存放於工研院光復院區 16 館 B12 室之不鏽鋼保險箱內。

根據 CIPM CCM 所發行之“Mise en pratique for the definition of the kilogram in the SI”(網址為 <https://www.bipm.org/utis/en/pdf/si-mep/MeP-kg-2018.pdf>)，在新公斤定義實施後，質量的追溯鍊如下圖 4-4 所示，在質量標準方面主要分為原級質量標準(Primary mass standard)與二級質量標準(Secondary mass standard)，由原級方法所校正之質量標準稱為原級質量標準，與原級質量標準經質量比較所得之質量標準稱之為二級質量標準。按照此追溯鍊，原級質量標準之標準不確定度必須小於二級質量標準之標準不確定度。

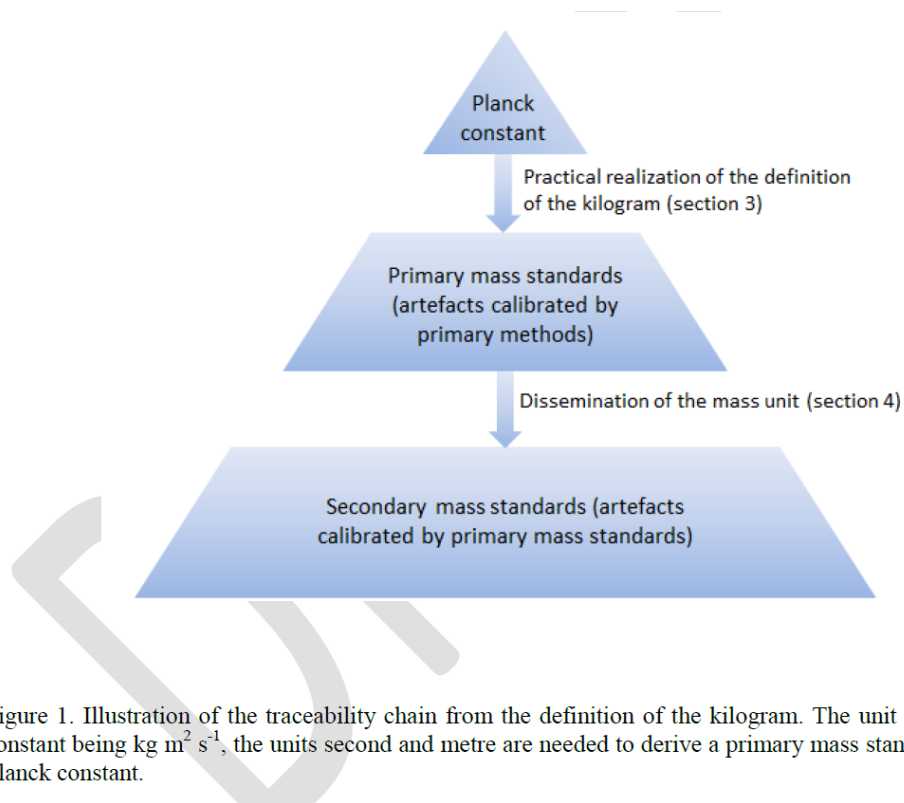


Figure 1. Illustration of the traceability chain from the definition of the kilogram. The unit of the Planck constant being $\text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$, the units second and metre are needed to derive a primary mass standard from the Planck constant.

圖 4-4、新公斤定義實施後之質量追溯鍊

為符合 CIPM CCM 所發行之“Mise en pratique for the definition of the kilogram in the SI”，與在新公斤定義實施後，質量之校正追溯不確定度需求，因此，在 ITRI 與 PTB 之合作協定(“Realization of the Mass Unit Kilogram”)中，合作重點為使用 XRCD 法實現質量單位公斤，PTB 也需完成以下兩顆矽晶球之交付：

- **矽 28 矽晶球(^{28}Si sphere)一顆**
 做為後續以 XRCD 法實現之原級質量標準。
 矽 28 矽晶球規格訂定方面，除合作協定所載之包含同位素純度、不圓度等各項參數規格外，也明定矽 28 矽晶球質量之校正結果為各項參數允收與否之表見證據(prima facie evidence)。
- **二級矽晶球質量標準(one natural secondary Si sphere) 一顆**
 做為後續以 XRCD 法實現之二級質量標準。
 允收標準為質量擴充不確定度小於等於 50 微克，即相對擴充不確定度小於等於 5×10^{-8} 。

為滿足新公斤定義實施後，上述追溯鍊中原級質量標準與二級質量標準的位階關係，矽 28 矽晶球之質量相對標準不確定度需優於二級矽晶球質量標準之規格要求，亦即質量擴充不確定度($k = 2$)小於等於 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})，才能符合新公斤定義實行後之質量追溯要求。因此，

矽 28 矽晶球(^{28}Si sphere)之質量相對標準不確定度的允收標準，必須滿足 50 微克 (或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})。因此，依此矽 28 矽晶球(^{28}Si sphere)之表見證據(prima facie evidence)結果(亦即交付矽晶球之質量校正結果)是否滿足質量擴充不確定度小於等於 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})，做為各項參數允收與否之最終判定。矽晶球整體質量相對標準不確定度為 2.5×10^{-8} ，符合計劃目標。各項參數之驗收結果列於表 4-2 驗收規格及測試結果對照一覽表。

表 4-2、矽晶球驗收規格及測試結果對照一覽表

項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告等方式獲得的數值)	合格/ 不合格 (判定是否合格)	備 考
(一) 矽 28 高度純化之 1kg 標稱質量矽晶球 1 顆 (請見圖 4-5、圖 4-6)。 按 CCM Recommendation G1(2017)，訂定質量相對標準不確定度之允收標準為 $\leq 5 \times 10^{-8}$ ，ITRI 與 PTB 雙方合約“Realization of the Mass Unit Kilogram”中也依此訂定矽晶球質量校正結果為各項參數允收與否之表見證據(prima facie evidence)。				
1.	質量相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$	2.5×10^{-8}	合格	由圖 4-10 矽晶球質量校正結果，得質量相對標準不確定度為 2.5×10^{-8}
2	同位素純度 > 99.997 %	99.9985502(80) % 報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-09-27, calibration mark: PTB-MC-ICP-MS_Si28-31Pr11	合格	圖 4-7
3	不圓度 (RONt) < 50 nm	(25.0 ± 2.3) nm 報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: PTB-541-181018	合格	圖 4-8
4	表面粗糙度 < 0.5 nm	(0.196 ± 0.024) nm 報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: 50610-PTB-18	合格	圖 4-9
5.	球體交付將含以下校正證書	球體交付已提供校正證書	合格	
5-1.	莫耳質量，相對標準不確定度 < 0.005 ppm	0.0015 ppm 計算方式如下: $0.000000084/2/27.97694126 = 0.0015 \text{ ppm}$	合格	圖 4-7

項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告等方式獲得的數值)	合格/ 不合格 (判定是否合格)	備 考
		報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-09-27, calibration mark: PTB-MC-ICP-MS_Si28-31Pr11		
5-2.	體積，相對標準不確定度 < 0.01 ppm	0.0197 ppm 計算方式如下: $0.000017/2/431.055514 = 0.0197 \text{ ppm}$ 報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: PTB-541-181018	合格	矽 28 矽晶球 (²⁸ Si sphere)之表見證據 (prima facie evidence)結果 (矽晶球之質量校正結果)滿足質量擴充不確定度 ≤ 50 微克(或質量相對標準不確定度 ≤ 2.5×10^{-8}) (圖 4-11)，符合計劃目標與合約內容。
5-3.	氧化層質量，標準不確定度 < 10 μg	6.8 μg 報告資訊:Report dated 2018-10-19 Reference No.: {1.81-18.039}	合格	圖 4-12
5-4.	碳濃度，標準不確定度 < $0.3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$	十組樣品所得平均值為 $0.13 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 報告資訊:Test Report dated 2018-10-01, test mark: PTB-FT-IR	合格	圖 4-13
(二) 二級矽晶球 1 顆:實際交附物品為規格更高之準原級矽晶球 1 顆，請見圖 4-14、圖 4-15。				
1.	不圓度 (RONt) < 80 nm	(40 ± 4) nm 報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-10-05, calibration mark: PTB-541-181005	合格	圖 4-16
2.	表面粗糙度 < 1 nm	(0.201 ± 0.024) nm 報告資訊 :Calibration Certificate dated 2018-10-17, calibration mark: 50609-PTB-18	合格	圖 4-17
3.	擴充量測不確定	50 μg	合格	圖 4-18

項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告等方式獲得的數值)	合格/ 不合格 (判定是否合格)	備 考
	度($k=2$): 50 μg	報 告 資 訊 :Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: PTB-1113018		
4.	球體交付含質量校正證書	球體交付已含校正證書	合格	圖 4-18
(三) 玻璃球				
1.	玻璃球兩顆,直徑約 93.7 mm	實點玻璃球兩顆,大小與矽晶球相當,可置於矽晶球清洗專用架,符合清洗練習之用。	合格	圖 4-19、圖 4-20
其他	其他項目經檢查均符合契約規範		合格	

與 IAC 2016 的 XRCD 實現結果相較(Metrologia 53, 2016, A19), ITRI 所獲得之矽 28 矽晶球,除滿足質量擴充不確定度小於等於 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})的要求外,在主要不確定度來源項皆優於該篇論文結果,請見下表。

不確定度來源	相對標準不確定度 IAC 2016 / 10^{-9}	相對標準不確定度 ITRI 矽 28 矽晶球 / 10^{-9}
莫耳分子量	5	1.5
表層質量	13	8.9
球體體積	20	19.7

附註：CIPM CCM Recommendation G1(2017)文件為質量校正領域對新公斤定義原級實現方法的共識要求,原級實現方法所達成之質量相對標準不確定度需滿足 $\leq 5 \times 10^{-8}$ 。



圖 4-5、矽 28 高度純化之 1 kg 標稱質量矽晶球



圖 4-6、矽 28 高度純化之 1 kg 標稱質量矽晶球(側視圖)

Results

Molar mass M and amount-of-substance fractions $x(\text{Si})$

sample	M	$x(^{28}\text{Si})$	$x(^{29}\text{Si})$	$x(^{30}\text{Si})$
	g/mol	mol/mol	mol/mol	mol/mol
Si28-31Pr11Q.4	27.976941260(84)	0.999985502(80)	0.000014264(78)	2.34(20)E-07

圖 4-7、莫耳分子量與同位素比例量測結果

Mittlerer Durchmesser Mean diameter	
Durchmesser bei $t = 20\text{ °C}$ in Vakuum diameter at $t = 20\text{ °C}$ in vacuum	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
93,722 715 0 mm	0,000 001 3 mm
Maximale Abweichung von der Rundheit (Radiuswert) peak to valley value for the radius	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
25,0 nm	2,3 nm

圖 4-8、球體直徑量測結果，真圓度為 25.0 nm

Kalibrierergebnis

Der arithmetische Mittelwert der Flächenrauheit beträgt:

$$Sa = (0,196 \pm 0,024) \text{ nm}$$

Die angegebene Oberflächenrauheit wurde aus den Mittelwerten der Einzelmessungen ermittelt. Die Messungen 04 und 23 wurden nicht berücksichtigt (Kontamination).

Calibration result

The arithmetic mean value of the areal roughness is:

$$Sa = (0.196 \pm 0.024) \text{ nm}$$

The resulting surface roughness value was determined as the mean value of the measurement results. Measurements 04 and 23 were not considered (contamination).

圖 4-9、表面粗糙度量測結果

Masse Mass			
Nennwert nominal value	Kennzeichnung marking	Masse mass	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
1 kg	keine/none	1 kg + 78,41 mg	0,05 mg

圖 4-10、球體質量量測結果

Volumen Volume		
	Volumen volume	Unsicherheit uncertainty k = 2
Vakuum/vacuum	431,055 514 cm ³	0,000 017 cm ³
Luft/air	431,055 119 cm ³	0,000 018 cm ³

圖 4-11、球體體積量測結果

Messergebnisse
Measurement results

	Masse mass	Unsicherheit uncertainty k = 2
Oxide layer	28,1 µg	6,8 µg
Carbon layer	6,6 µg	4,5 µg
Chemisorbed water layer	9,2 µg	3,6 µg
Total surface layer	43,9 µg	8,9 µg

圖 4-12、表層質量量測結果

Table 2. Impurity concentration N_i of Carbon, Oxygen, Boron and Phosphorous in silicon highly enriched in ²⁸Si

Sample SIS-Code	N_C	N_O	N_B	N_P
Si28-31Pr11	10 ¹⁵ cm ⁻³	10 ¹⁵ cm ⁻³	10 ¹² cm ⁻³	10 ¹² cm ⁻³
Part.N.2.1	(0.39 ± 0.25)	(0.14 ± 0.07)	(5.56 ± 0.68)	(0.82 ± 0.23)
Part.N.2.2	(0.33 ± 0.23)	≤ 0.14	(5.26 ± 0.58)	(0.74 ± 0.15)
Part.N.2.3	(0.35 ± 0.20)	≤ 0.14	(4.81 ± 0.50)	(0.66 ± 0.09)
Part.N.2.4	(0.30 ± 0.25)	(0.14 ± 0.08)	(5.41 ± 0.61)	(0.66 ± 0.17)
Part.Q.5.1	(1.79 ± 0.27)	(0.19 ± 0.07)	(4.81 ± 0.82)	(2.38 ± 0.43)
Part.Q.5.2	(2.82 ± 0.34)	(0.20 ± 0.07)	(4.81 ± 0.49)	(3.20 ± 0.32)
Part.Q.5.3	(2.05 ± 0.32)	(0.24 ± 0.10)	(5.11 ± 0.57)	(2.96 ± 0.32)
Part.Q.5.4	(1.54 ± 0.21)	(0.18 ± 0.08)	(4.81 ± 0.50)	(2.63 ± 0.27)
Part.Q.5.5	(1.41 ± 0.27)	(0.19 ± 0.07)	(4.21 ± 0.49)	(2.22 ± 0.26)
Part.Q.5.6	(1.22 ± 0.26)	(0.19 ± 0.08)	(4.66 ± 0.59)	(2.22 ± 0.29)

圖 4-13、矽晶球不純物量測結果

碳濃度(NC)之十組樣品平均值為 $(1.22 \pm 0.26) \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 。平均值計算方式為:

$$\frac{0.39+0.33+0.35+0.30+1.79+2.82+2.05+1.54+1.41+1.22}{10} = 1.22 \quad (4-1)$$

平均值擴充不確定度計算方式:

$$\left[\frac{(0.252+0.232+0.202+0.252+0.272+0.342+0.322+0.212+0.272+0.262)}{10} \right] \times 0.5 = 0.26 \quad (4-2)$$

擴充不確定度除以涵蓋因子 $k=2$ ，得標準不確定度為 $\frac{0.26}{2} = 0.13$ 。



圖 4-14、準原級矽晶球



圖 4-15、準原級矽晶球(側視圖)

Mittlerer Durchmesser

Mean diameter

Durchmesser bei $t = 20\text{ °C}$ in Vakuum <i>diameter at $t = 20\text{ °C}$ in vacuum</i>	Unsicherheit <i>uncertainty</i> $k = 2$
93,600 085 mm	0,000 003 mm

Maximale Abweichung von der Rundheit (Radiuswert) <i>peak to valley value for the radius</i>	Unsicherheit <i>uncertainty</i> $k = 2$
40 nm	4 nm

圖 4-16、直徑量測結果

Kalibrierergebnis

Der arithmetische Mittelwert der
Flächenrauheit beträgt:

$$S_a = (0,201 \pm 0,024) \text{ nm}$$

Die angegebene Oberflächenrauheit wurde
aus den Mittelwerten der Einzelmessungen er-
mittelt. Die Messungen 16 und 25 wurden nicht
berücksichtigt (Kontamination).

Calibration result

The arithmetic mean value of the
areal roughness is:

$$S_a = (0.201 \pm 0.024) \text{ nm}$$

The resulting surface roughness value was deter-
mined as the mean value of the measurement re-
sults. Measurements 16 and 25 were not consid-
ered (contamination).

圖 4-17、表面粗糙度量測結果

Masse

Mass

Nennwert <i>nominal value</i>	Kennzeichnung <i>marking</i>	Masse <i>mass</i>	Unsicherheit <i>uncertainty</i> $k = 2$
1 kg	keine/ <i>none</i>	1 kg + 27,26 mg	0,05 mg

圖 4-18、質量量測結果，質量擴充不確定度為 0.05 mg = 50 μg



圖 4-19、置於矽晶球清洗架上之玻璃球



圖 4-20、置於矽晶球清洗架上之玻璃球

未來，新公斤定義正式施行後，根據新的追溯鍊並以矽晶球做為我國質量標準後，預估之不確定度傳遞情形如下圖 4-21 所示。由於 IPK 本身就潛藏著 50 微克的可能不確定度，但在舊定義中 IPK 的質量不確定度被定義為零。在新公斤定義實施後，質量的追溯源頭為普朗克常數，其不確定度為零，而以原級方法所實現的公斤質量標準，將帶有介於 20 微克至 50 微克之間的標準不確定度，此不確定度也將經由追溯鍊至傳遞至客戶之送校砝碼。

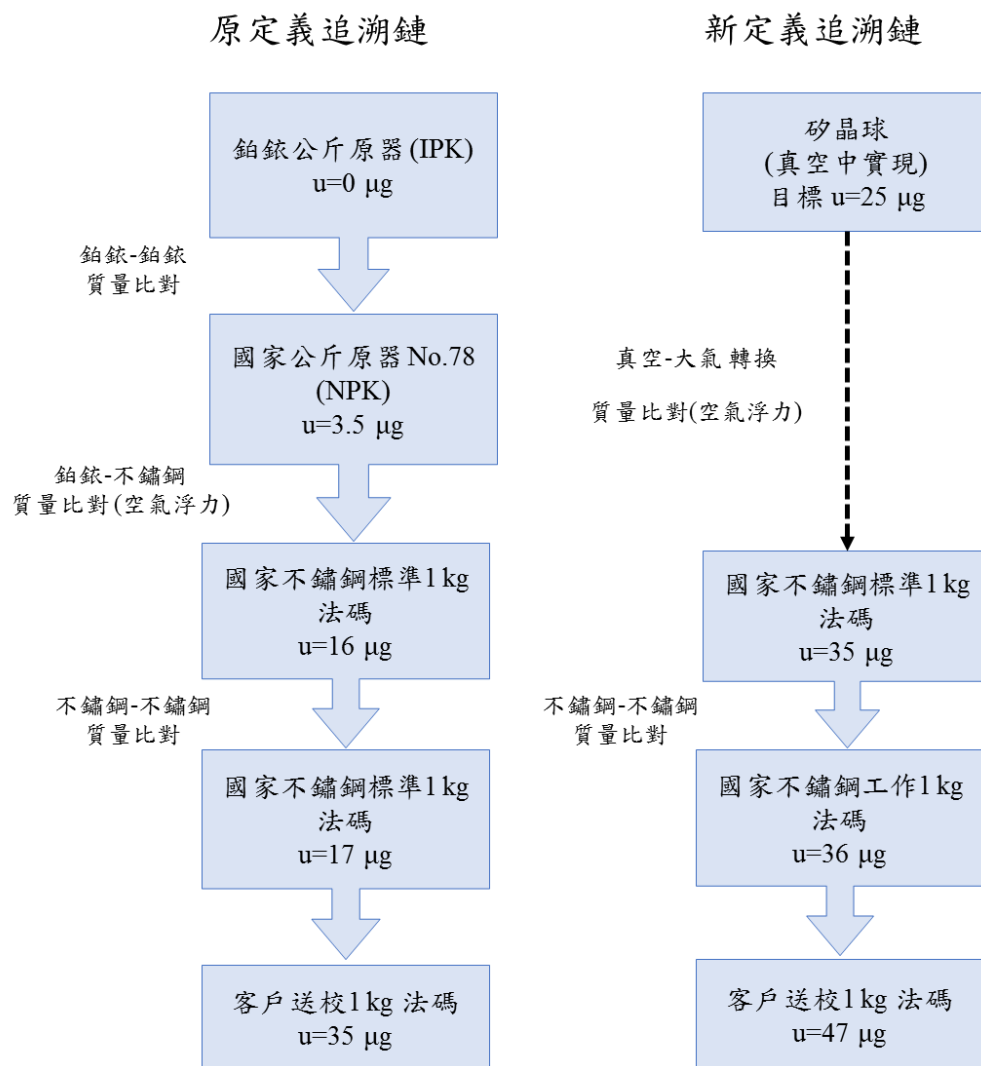


圖 4-21、根據新的追溯鍊並以矽晶球做為我國質量標準後，預估之不確定度傳遞情形

B. 完成矽晶球清洗標準流程建置

完成矽晶球清洗標準流程建置，產出技術文件一份“質量原級標準矽晶球清洗標準程序”，工研院技資編號 07-3-A7-0051-01。主要清洗流程如下：

- (1) 雙手帶上無粉 Nitrile 手套，並以 2% Deconex 清潔溶液清潔雙手(手套)，

再以蒸餾水沖洗雙手(手套)。

- (2) 以 2% Deconex 清潔溶液沖洗矽晶球，並以微纖維墊擦洗矽晶球數次，擦洗時要避免矽晶球在清潔架上移動。將矽晶球上下對調放置，重複前一步驟。
- (3) 以蒸餾水沖洗雙手(手套)，再以酒精沖洗雙手(手套)，並等待雙手手套乾燥。
- (4) 以蒸餾水沖洗矽晶球數次，再將矽晶球上下對調放置，再以蒸餾水沖洗矽晶球數次。
- (5) 以酒精沖洗矽晶球數次，再將矽晶球上下對調放置，再以酒精沖洗矽晶球數次後，待其乾燥。
- (6) 以微纖維布抓取矽晶球，並移至摔落防護區域擦拭乾燥。
- (7) 將矽晶球小心置放於旋轉台上，並以專用空氣吹球與手電筒進行最後檢查。

矽晶球清洗台製作方面則參考德國 PTB 設計，完成如圖 4-22 之設計，並已完成製作。其他矽晶球清洗相關設備，如 PEEK 三角架、檢查用旋轉檯、矽晶球夾具與等，如圖 4-23，皆已完成製作與驗收。清洗矽晶球之清洗液，採用國外廠商 Borer Chemie 所生產 Deconex OP 163，已透過臺灣代理商購入。此外，參考 PTB 設計之三角架設計，另外製作了練習用之不鏽鋼清洗架，清洗架與球接觸的部分包覆以熱縮塑膠管，以避免刮傷球體表面，將用於之後玻璃球清洗練習，以及微纖維布測試實驗。

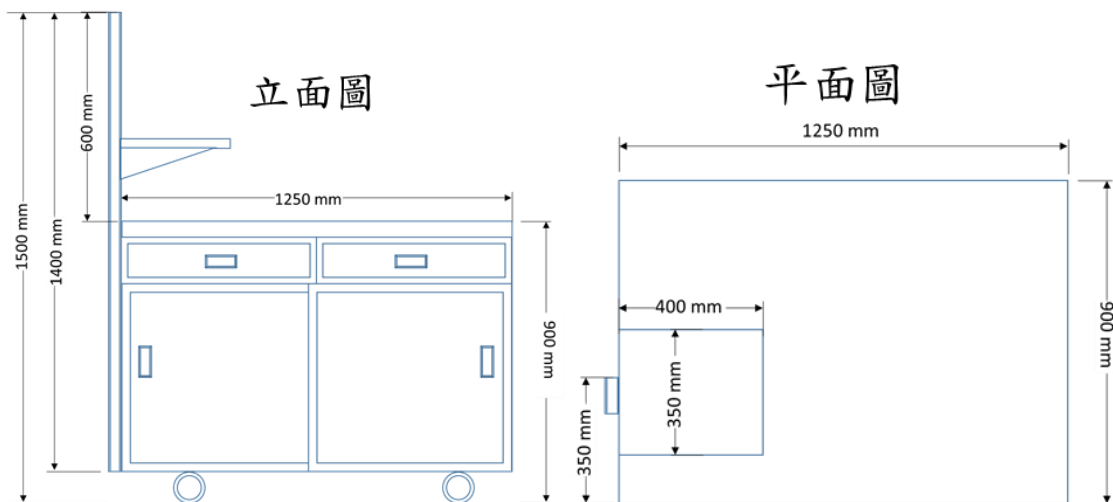


圖 4-22、矽晶球清洗台設計圖

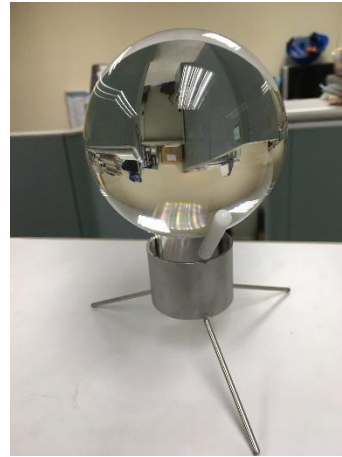


圖 4-23、購入之矽晶球清洗液 Dconex OP 163，及清洗練習用之玻璃球與三角架

(2) 完成真空相容質量比較儀規格制訂與系統採購，並完成實驗室環境建置，腔體真空度可達 0.1 mPa，質量補償範圍 1.5 g，質量解析度 100 ng

真空相容公斤質量比較儀可分為兩部分:load lock 腔體與質量比較儀腔體。load lock 腔體作為真空下法碼傳送的裝置，藉由法碼保存及運送容器(Artifact storage and transport vessel, ASTV)使矽晶球或法碼於不破真空的條件下傳送至質量比較儀腔體，以避免矽晶球表面遭受汙染以及維持質量比較儀腔體的真空度。

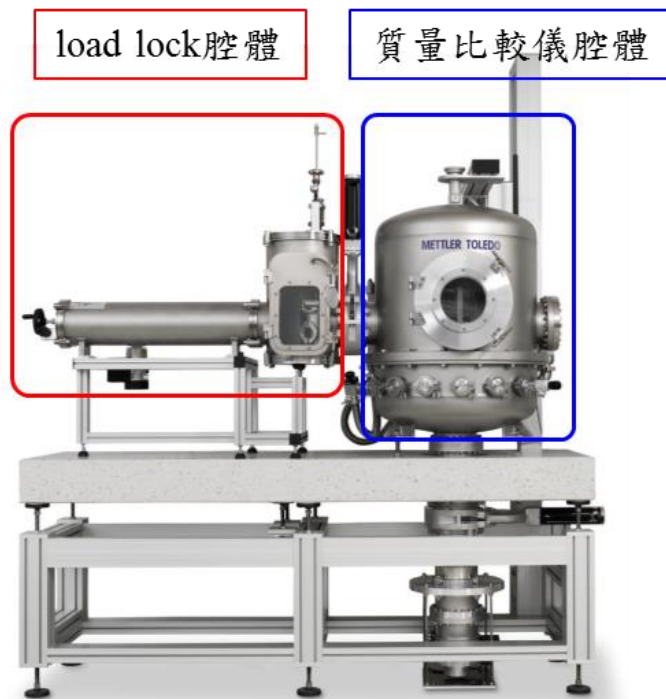


圖 4-24、真空相容公斤質量比較儀

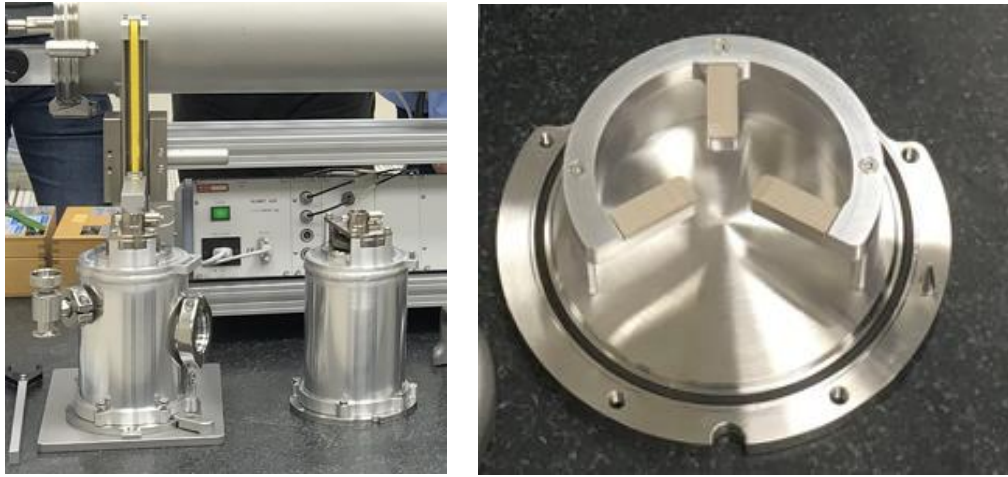


圖 4-25、法碼保存及運送容器(ASTV)及底座



圖 4-26、進行矽晶球由 load lock 腔體傳送至質量比較儀上之位置測試

真空相容質量比較儀部分，除了原廠承諾之規格外，本計畫亦參考德國 PTB 之質量比較儀安裝設計，將相關要求整合至採購規範書中。質量比較儀之技術規格列於下表 4-3。

表 4-3、真空相容質量比較儀之技術規格

參數	規格
Maximum load	1011.5 g
Readability	100 ng
Repeatability	500 ng (1 kg)
Weighing turntable	6 positions
Vacuum pressure range	10^{-4} Pa – 100 kPa

質量比較儀有六個轉盤，可以同時量測 6 顆法碼，可選擇由 load lock 或由質量比

較儀前方閥門放入法碼。此外，上方的秤盤另配有 10 g 的配重，使得最大量測範圍可達 1011.5 g。

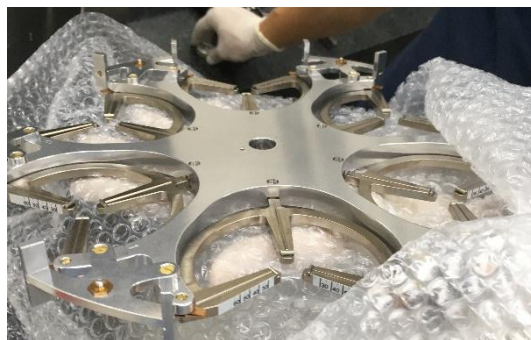


圖 4-27、質量比較儀轉盤



圖 4-28、轉盤上放置六顆 1 kg 不鏽鋼法碼與最上方 10 g 配重法碼

真空質量比較儀之渦輪真空泵浦設計及真空公斤質量比較儀下方花崗岩尺寸，皆參考 PTB 安裝設計。渦輪真空泵浦將安置於質量比較儀真空腔體側邊法蘭，真空腔體則直接固定於花崗岩上，如下圖 4-29 所示。

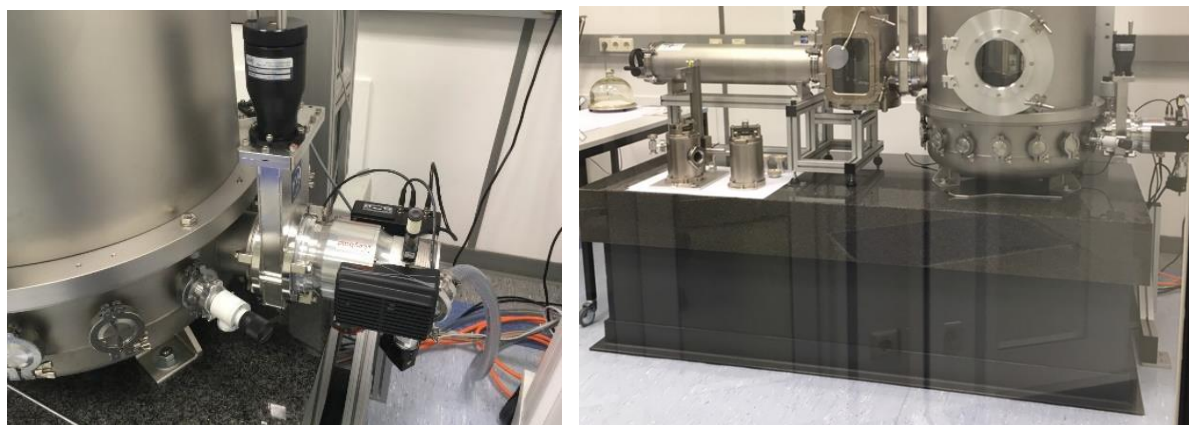


圖 4-29、渦輪真空泵浦與真空腔體安裝設計

當腔體上渦輪真空泵浦運轉 72 小時後，腔體內真空計讀值可以達到 8.47×10^{-7} mbar，相當於 8.47×10^{-5} Pa。



圖 4-30、真空度測試之真空計讀值符合規格

質量比較儀於 10/9 至 11/4 作真空下質量量測重複性測試，在六個轉盤皆放置 1 公斤法碼與 1 公克的感量法碼的狀況下，蒐集約 80 筆數據，每筆讀值最小位數皆小於等於 $0.1 \mu\text{g}$ ，測試結果皆在 0.0005 mg 以下，符合訂定規格。



圖 4-31、6 顆 1 公斤法碼與 1 顆 1 公克感量法碼

法碼放置位置	Tunable places allocation						
	Position	Type	Set-ID	Weight-ID	Nominal vs Error [mg]	Density [kg	Remarks
	P1	T	Test	1	1000	8000	
	P2	T	Test	2	1000	8000	
	P3	T	Test	3	1000	8000	
	P4	T	Test	4	1000	8000	
	P5	T	Test	5	1000	8000	
	P6	T	Test	6	1000	8000	
	Built-in weight						
	Position	Type	Set-ID	Weight-ID	Nominal vs Error [mg]	Density [kg	Remarks
BI	S	BuiltIn	1g	1 0.0111	8000		
法碼比對組合	Series scheme (B vs. A)						
	1:	P2	T	Test	2	1000	8000
	vs.	P1	T	Test	1	1000	8000
	2:	P2	T	Test	2	1000	8000
	+	BI	S	BuiltIn	1g	1 0.0111	8000
	vs.	P1	T	Test	1	1000	8000
	3:	P4	T	Test	4	1000	8000
	vs.	P3	T	Test	3	1000	8000
	4:	P6	T	Test	6	1000	8000
	vs.	P5	T	Test	5	1000	8000
	5:	P3	T	Test	3	1000	8000
	vs.	P1	T	Test	1	1000	8000
	6:	P6	T	Test	6	1000	8000
	vs.	P4	T	Test	4	1000	8000
	7:	P3	T	Test	3	1000	8000
vs.	P3	T	Test	3	1000	8000	
質量比較儀設定	Balance settings						
	Mass comparator ID	M_one					
	Environment	unstable					
	Weighing mode	sensor mode					
	Value release	fast					
	Last adjustment	08 Oct 2018, 17:40:15 BI: S BuiltIn 1g 1.000g 0.0111mg 8000.000kg/m ³					
	Standard deviation check limit	0.010mg					
環進監控系統資訊	Climate data						
	Climate data input	online					
	Climate measuring instrument	Klimet A30					
	Vacuum sensors	connected					
	Vacuum gauge controller type	Center Two/Three					

圖 4-32、重複性測試模式設計(軟體截圖)

表 4-4、重複性測試原始數據(單位:mg)

DAY	TIME	MEAS.NO.	PLACE	VALUE	DIFF.(B-A)	DIFF.AVERAGE	STD.DEV.
12	22:41:05	00	dT	T-T0	0		
12	22:41:05	00	sc	P1	0.01818		
12	22:44:15	00	sc	P1+BI	1000.067		
12	22:47:24	00	sc	P1	0.02084	1000.048	1000.048
12	22:56:14	010101A	P1	0.02185			
12	22:59:10	010101B	P2	-0.1787			
12	23:02:07	010101A	P1	0.02332	-0.20129		
12	23:05:04	010102B	P2	-0.17804			
12	23:08:01	010102A	P1	0.0246			
12	23:10:57	010102B	P2	-0.1767	-0.20197		
12	23:13:54	010103A	P1	0.02555			
12	23:16:51	010103B	P2	-0.17528			
12	23:19:47	010103A	P1	0.02705	-0.20158		
12	23:22:44	010104B	P2	-0.1744			
12	23:25:41	010104A	P1	0.02796			
12	23:28:37	010104B	P2	-0.1728	-0.20156		
12	23:31:34	010105A	P1	0.02984			
12	23:34:31	010105B	P2	-0.17101			
12	23:37:28	010105A	P1	0.0308	-0.20133	-0.20155	0.00027

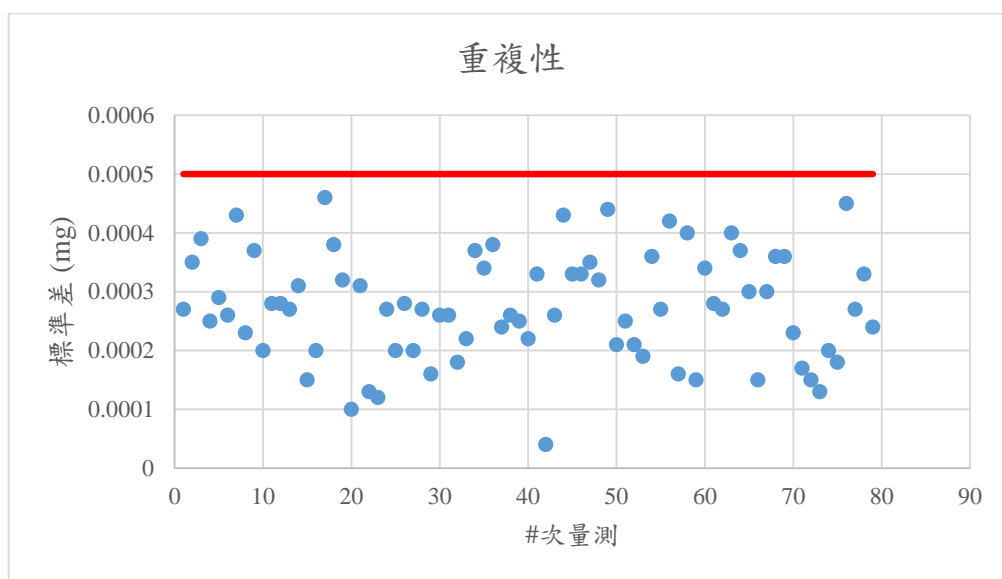


圖 4-33、重複性測試結果皆小於 0.0005 mg 之原廠規格

(3) 建立質量標準真空至大氣導引(傳值)技術，完成法碼氣體吸附效應量測流程建置

以矽晶球為主的 X 光晶體密度法，必須在真空中實現新公斤的定義，然而一般的質量校正則在大氣中進行。若要將真空中質量傳遞至大氣中法碼，則需了解法碼於真空與大氣間的表面質量變化，即所謂之吸附效應。當法碼由真空移到大氣後，隨著水氣及空氣中微粒吸附，使得法碼質量隨時間逐漸增加，穩定時間可能長達一年，這會使得法碼穩定度下降，並提高不確定度。為了維持大氣中標準法碼之質量穩定度，需避免標準法碼直接在真空中與矽晶球進行質量比較，而會使用以另一組吸附效應法碼組來進行真空至大氣質量傳遞(Vacuum to air transfer)，如圖 4-34 所示。吸附效應法碼組包含由一顆柱狀法碼與一組圓盤堆疊法碼，兩組法碼之材質、質量、體積與表面特性需近乎一致，但兩者之間存在極大之表面積差異，以最大化表面吸附質量差異並利於量測。量測分為真空中質量傳遞及大氣中質量傳遞，將法碼分別於真空及大氣環境中來回測量，以計算出法碼的表面吸附係數。假設表面性質相同的法碼吸附係數相同，則大氣環境中的法碼質量為

$$m_{air} = m_{vac} + A \times S \quad (4-3)$$

其中 S 稱為吸附係數，是法碼在單位面積下所吸附的質量，A 為法碼的表面積。

吸附係數 S 則可由量測柱狀法碼及圓盤堆疊法碼於真空中與大氣中的質量差，及兩者表面積差量測結果計算而得。如下式所描述：

$$S = \frac{[m_{stk(vac)} + m_{int(vac)}] - [m_{stk(air)} + m_{int(air)}]}{A_{stk} - A_{int}} \quad (4-4)$$

$m_{int(vac)}$: 柱狀法碼於真空中所測得的質量

$m_{int(air)}$: 柱狀法碼於大氣環境中所測得的質量

$m_{stk(vac)}$: 圓盤堆疊法碼於大氣環境中所測得的質量

$m_{stk(air)}$: 圓盤堆疊法碼於大氣環境中所測得的質量

A_{int} : 柱狀法碼的表面積

A_{stk} : 圓盤堆疊法碼的表面積

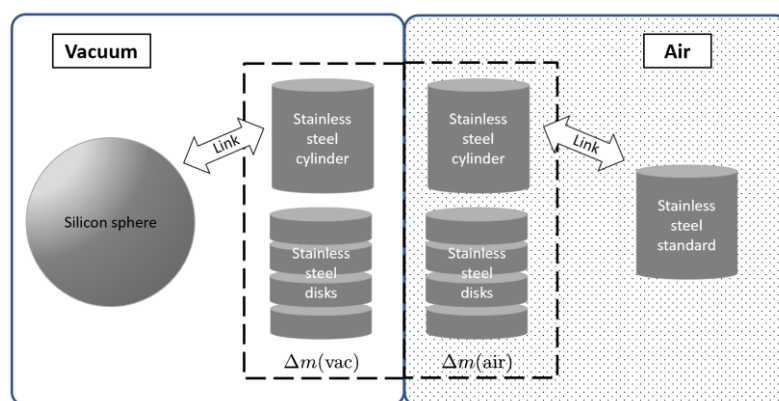


圖 4-34、真空至大氣質量傳遞方式概念圖

此次量測使用一組鉑銥合金的吸附效應法碼組與兩組不鏽鋼的吸附效應法碼組，分別放置於真空質量比較儀的 6 個位置上，其表面積資訊如下表 4-5。



圖 4-35、吸附效應法碼組

表 4-5、吸附效應法碼組與其表面積

位置	代號	材質	surface area (cm ²)
P1	Z1	柱狀不鏽鋼	138.26
P2	S1	10 片碟狀不鏽鋼	573.8
P3	Z2	柱狀不鏽鋼	138.3
P4	S2	10 片碟狀不鏽鋼	573.8
P5	PtIr-Z	柱狀鉑銥	71.5017
P6	PtIr-S	4 片碟狀鉑銥	149.652

此次量測值主要是由真空至大氣下的量測，如下表 4-6 所示，吸附係數 S 為大於 0 的值，一組鉑銥合金法碼的吸附係數為 $0.0366 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，兩組不鏽鋼法碼的吸附係數分別為 $0.0058 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 及 $0.8190 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

表 4-6、量測結果—吸附係數

material	Δm_{vac} (mg)	Δm_{air} (mg)	S ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	$S \cdot \Delta A$ (mg)
PtIr (S-Z)	50.6691	50.6719	0.0366	0.0026
stainless steel 1(S1-Z1)	0.0518	0.0543	0.0058	0.0001
stainless steel 2(S2-Z2)	0.6904	1.0470	0.8190	0.1133

吸附效應之量測方式分為兩步，在真空中與大氣中分別量測，因此不確定度的計算也分為兩步，分別為真空中的不確定度與大氣中的不確定度，主要差異是在於空氣浮力的不確定度。當大氣壓力為 10^{-3} Pa 時空氣密度約為 $1.2 \times 10^{-6} \text{ mg}/\text{cm}^3$ ，可以忽略空氣浮力的影響，因此 Δm_{vac} 可視為質量比較儀量測這兩個法碼所測得的差值， Δm_{air} 則需考慮法碼體積造成之空氣浮力的修正。吸附效應係數不確定度可以由下式計算

$$u^2(S) = u^2(\Delta m_{vac}) + u^2(\Delta m_{air}) + (\Delta m_{vac} - \Delta m_{air})^2 \frac{u^2(\Delta A)}{\Delta A^4} \dots\dots\dots (4-5)$$

$$u^2(\Delta m_{vac}) = u_A^2 + u_{bal}^2 \dots\dots\dots (4-6)$$

$$u^2(\Delta m_{air}) = u_A^2 + u_b^2 + u_{bal}^2 \dots\dots\dots (4-7)$$

$$u^2(\Delta A) = u^2(A_{stk}) + u^2(A_{int}) \dots\dots\dots (4-8)$$

$u(S)$	吸附係數之不確定度		
$u(\Delta m_{vac})$	法碼組值量差於真空中的不確定度		
$u(\Delta m_{air})$	法碼組值量差於大氣中的不確定度		
$u(\Delta A)$	法碼組表面積差值之不確定度		
u_A^2	量測差值之不確定度	$u_A^2 = s \cdot d^2 / n$	
u_b^2	空氣浮力不確定度	$u_b^2 = \Delta V^2 \cdot u^2(\rho_a) + [u^2(V_{stk}) + u^2(V_{int})] \cdot \rho_a$	
		ρ_a : 空氣密度, V_{stk} : 碟狀法碼之體積, V_{int} : 柱狀法碼之體積	
u_{bal}^2	質量比較儀不確定度	比較儀線性	由廠商提供數據
		比較儀靈敏度	$u_s^2 = \Delta m_B^2 \cdot u_{adj}^2 / C_{adj}$
		顯示器解析度	參考顯示器最小位數

其中，不鏽鋼吸附效應法碼組第一組(stainless steel 1) 的吸附係數約為 $(5.774 \pm 3.535) \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2$ ，以標準不確定度 $(3.535 \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2)$ 除以吸附係數 $(5.774 \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2)$ 得相對標準不確定度為 61.2 %。

不鏽鋼吸附效應法碼組第二組(stainless steel 2) 的吸附係數約為 $(818.982 \pm 3.535) \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2$ ，以標準不確定度 $(3.535 \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2)$ 除以吸附係數 $(818.982 \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2)$ 得相對標準不確定度為 0.4 %。

此兩組法碼量測後計算的不確定度皆為 $3.535 \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2$ ，由表 4-6 的量測數據中，第一組法碼組在真空與大氣中的質量差之差異不明顯；而第二組法碼組的質量差之差異十分顯著，因此造成兩組法碼組的相對不確定度相差極大。考慮此次量測為先在大氣中量測，後在真空中量測，且兩組法碼進出真空與大氣的周期不同，使得法碼表面的質量吸附量不同，造成質量差值有明顯的差異。

此吸附效應量測實驗主要是在驗證計畫團隊數據分析能力，並與 PTB 專家確認產出結果之正確性，此量測結果並不會用於後續真空大氣質量導引。未來我們將以自行購置之吸附效應法碼組，針對吸附效應法碼組的吸附速率作研究，瞭解吸附質量與時間的變化，以確定法碼組進出真空與大氣間的周期，降低法碼組的氣體吸附量之擾

動。

	parameter xi	standard uncertainty, u(xi)		ci		uncertainty contribution	
mass difference in air	A type	7.87E-05	mg	1		7.87E-05	
	volume difference	1.70E-05	cm ³	1.2	mg/cm ³	2.04E-05	
	air density	1.19E-04	mg/cm ³	1.00	cm ³	1.19E-04	
	balance linearity	6.70E-04	mg	1		6.70E-04	
	balance sensity	2.50E-04	mg	1		2.50E-04	
	display resolution	1.60E-04	mg	1		1.60E-04	
		uncertainty of mass difference in air					7.47E-04
	parameter xi	standard uncertainty, u(xi)		ci		uncertainty contribution	
mass difference in vaccun	A type	9.18E-05	mg	1		9.18E-05	
	balance linearity	6.70E-04	mg	1		6.70E-04	
	balance sensity	2.50E-04	mg	1		2.50E-04	
	display resolution	1.60E-04	mg	1		1.60E-04	
		uncertainty of mass difference in vacuun					7.39E-04
	parameter xi	standard uncertainty, u(xi)		ci		uncertainty contribution	
surface area difference	cylinder	0.333333333	cm ²	1	mg/cm ²	0.333333333	
	disks	1.333333333	cm ²	1	mg/cm ²	1.333333333	
		uncertainty of area difference					1.374368542
	uncertainty of sorption coefficient					3.54E-06	[mg/cm ²]

圖 4-36、不鏽鋼吸附效應法碼組第一組不確定度計算

	parameter xi	standard uncertainty, u(xi)		ci		uncertainty contribution	
mass difference in air	A type	1.25E-04	mg	1		1.25E-04	
	volume difference	1.70E-05	cm ³	1.2	mg/cm ³	2.04E-05	
	air density	1.19E-04	mg/cm ³	1.00	cm ³	1.19E-04	
	balance linearity	6.70E-04	mg	1		6.70E-04	
	balance sensity	2.50E-04	mg	1		2.50E-04	
	display resolution	1.60E-04	mg	1		1.60E-04	
		uncertainty of mass difference in air					7.53E-04
	parameter xi	standard uncertainty, u(xi)		ci		uncertainty contribution	
mass difference in vaccun	A type	7.29E-05	mg	1		7.29E-05	
	balance linearity	6.70E-04	mg	1		6.70E-04	
	balance sensity	2.50E-04	mg	1		2.50E-04	
	display resolution	1.60E-04	mg	1		1.60E-04	
		uncertainty of mass difference in vacuun					7.36E-04
	parameter xi	standard uncertainty, u(xi)		ci		uncertainty contribution	
surface area difference	cylinder	0.333333333	cm ²	1	mg/cm ²	0.333333333	
	disks	1.333333333	cm ²	1	mg/cm ²	1.333333333	
		uncertainty of area difference					1.374368542
	uncertainty of sorption coefficient					3.54E-06	[mg/cm ²]

圖 4-37、不鏽鋼吸附效應法碼組第二組不確定度計算

(二) 矽晶球表層質量量測系統技術建立

- (1) 完成系統設計與各次系統規格訂定，目標表層質量相對標準不確定度 $\leq 15\%$ ，即相對擴充不確定度 $\leq 30\%$ ，其在 1 公斤之相對不確定度分量 $\leq 3 \times 10^{-8}$

完成整合式 XRF XPS 表層質量量測系統設計，並按經費分配規畫完成相關模組之採購。如圖 4-38 所示，整合式 XRF XPS 表層質量量測系統由 X 光光源($Al K\alpha$)、X 光單光器、螢光偵測器(矽漂移偵測器 SDD)、電子頻譜儀(Electron Spectrometer)、超高真空

五軸矽晶球移動座、樣品傳送真空腔體(load lock chamber)與低磁性超高真空分析腔體等模組所構成。本計畫目前已完成所有模組之 CAD 3D 模型繪製與組裝模擬，確認各模組之間與無干涉情形。樣品傳送腔體之材質為不鏽鋼，腔體基底壓力需小於等於 10^{-7} mbar，並以一組氣動超高真空閘閥與分析腔體隔離。樣品傳送真空腔體配置三組真空線性移動致動器，兩組垂直移動致動器設置於真空傳送腔體之上下兩側，用於矽晶球運送容器之開啟與矽晶球升降；另一組長行程水平移動致動器則用於控制矽晶球夾爪之水平移動，以使矽晶球在樣品傳送腔體與 UHV 分析腔體中來回運動。樣品傳送真空腔體之抽氣系統由一台前級 roots 泵浦與一台渦輪分子泵浦所構成，圖 4-39 為樣品傳送真空腔體之工程圖。

低磁性超高真空分析腔體主體由 mu-metal 製作，法蘭則採用低磁性不銹鋼製作，以符合電子頻譜儀所需之低磁場環境；此腔體之抽氣系統除了標準之前級 roots 泵浦與渦輪分子泵浦外，還另外配置了一組離子真空泵浦，以維持腔體壓力於 10^{-9} mbar 等級。腔體法蘭全數採用 CF 型式法蘭，包含 DN40CF、DN63CF、DN100CF、DN160CF 與 DN300CF 等可旋轉與固定式之法蘭，分別用於安裝矽漂移偵測器、電子中合槍、X 光光源、視窗、離子濺鍍槍與各式真空計等。

系統所採用之光電子頻譜分析儀廠牌為 Scienta Omicron 型號為 ARGUS CU Hemisphere Electron spectrometer，重要規格為(a)擁有快速和低噪音電子儀器規格(Fast And Low Noise Electronics) EAC 2000，(b)光電子的強度過濾能量(Pass Energy): (5 ~ 200) eV，(c)工作距離(Working Distance): 300 mm，(d) 128 個陽極通道檢測器(Striped Anode Detector)且可快速拍攝量測 < 10 ms /每個頻譜。用於激發矽晶球表面之 X 光光源之重要規格為: (a)陽極為鋁靶材，(b)帶有快速連接端子(Quick-Connect Terminals)(水冷)互鎖(Interlock)裝置，(c)此光源能量為 1486.6 eV、光點大小 1 mm、線寬 250 meV 及光功率 600 W。螢光偵測器廠牌型號為 Bruker XFlash SDD，主要規格為(a)有效偵測面積為 30 mm^2 ，(b)能量解析度(Energy Resoulution): $\leq 123 \text{ eV at Mn-}K_{\alpha}$ ， $\leq 54 \text{ eV at F-}K_{\alpha}$ ， $\leq 46 \text{ eV at C-}K_{\alpha}$ ，且最小偵測光子能量(Smallest Detectable Photon Energy) $\leq 100 \text{ eV}$ 。

超高真空相容五軸移動座用於調整矽晶球之位置與角度，以對完整球面進行表層分析量測。各軸之移動/轉動行程與所需之解析度為:

- 第一軸轉動:步進解析度為 0.0006 度，準確度優於 0.006 度。
- 第二軸移動:步進解析度為 0.000061 mm，準確度優於 0.00061 mm。
- 第三軸轉動:範圍 370 度，解析度 0.0001 度，準確度優於 0.001 度，乘載能力需達 6 kg。
- 第四軸移動:行程 60 mm，準確度優於 $1 \mu\text{m}$ ，解析度 $0.1 \mu\text{m}$ 。
- 第五軸轉動:行程 100 度，準確度優於 0.001 度，解析度 0.0001 度。

三月底完成矽漂移偵測器(SDD)送至 PTB 進行特性量測校正申請，包含 90 eV 至 1850 eV 之間的 30 點能量值與光譜重分配函數計算，以及偵測效率量測。

107/6/7~6/8 與德國 PTB 同步輻射專家 Dr. Michael Kolbe 與 Mr. Rolf Fliegau 進行研討，並已針對各模組之細部設計及組裝細節進行確認。確定各儀器模組規格皆等同或優於 PTB 目前正在運轉之 XRF XPS 表層量測系統，確保在整合完成後能達成表層質量相對擴充不確定度小於等於 30% 的目標。

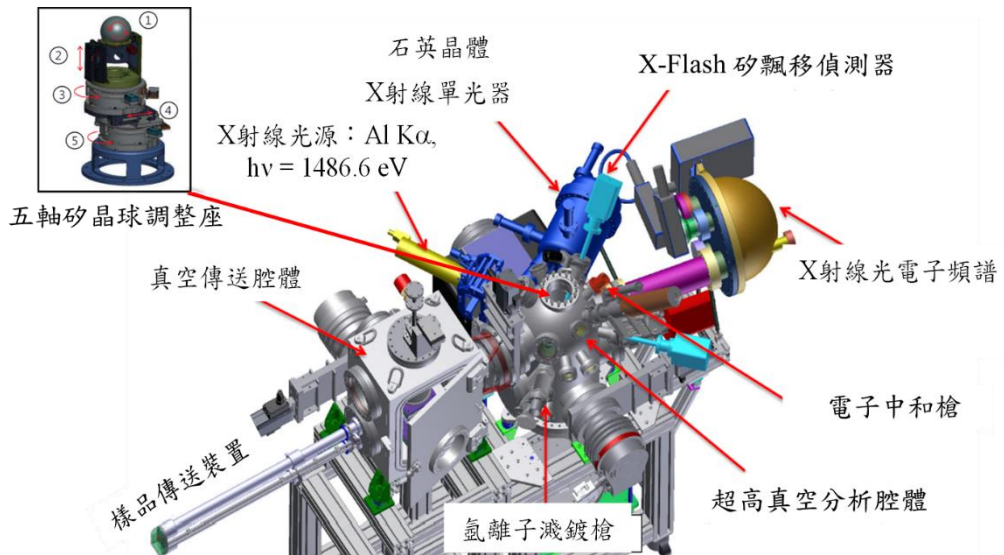


圖 4-38、整合式 XRF XPS 表層質量量測系統設計

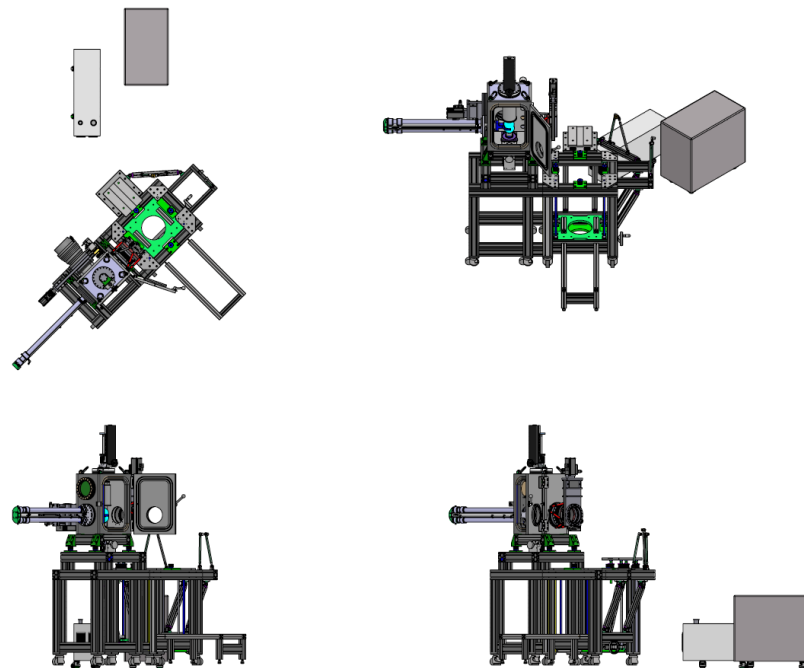


圖 4-39、樣品傳輸腔體細部工程圖

(2) 完成矽晶球表層質量量測系統實驗室環境建置(溫度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相對濕度 40 %至 60 %，並提供獨立地基之隔振基礎平台)建置

A. 背景說明

新質量實驗室建置，為新質量系統極為要求的一環，質量比較儀放置區域之環境溫度依照 OIML R 111-1 規範為 $(20.0 \pm 0.3)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 與相對濕度為 $(50 \pm 10)\%$ [1]，且系統設備放置於獨立隔離載台以降低外部振動干擾影響量測之準確性，而系統設備之地板振動隔離參考規範則為 VC-E 與 NIST-A [2]，NIST-A 規範在 20 Hz 以上與 VC-E 相同，但在 20 Hz 以下則規範其環境振動速度不可超過 $0.025\text{ }\mu\text{m/s}$ ，如表 4-7 所列。

表 4-7、振動規範說明與應用 [2]

類別	振動標準	定義	一般使用設備
人員活動	ISO office	400 to 800 $\mu\text{m/s}$	研發辦公室
一般通用實驗室	VC-A	50 $\mu\text{m/s}$, 8 Hz 以下放寬標準	光學顯微鏡，化學氣相沉積
	VC-B	25 $\mu\text{m/s}$, 8 Hz 以下放寬標準	
	VC-C	12.5 $\mu\text{m/s}$, 8 Hz 以下放寬標準	
高靈敏	VC-D	6.25 $\mu\text{m/s}$ for $1 \leq f \leq 80\text{ Hz}$	黃光微影製程，奈米製程
	VC-E	3.12 $\mu\text{m/s}$ for $1 \leq f \leq 80\text{ Hz}$	計量量測、表面特徵、奈米微影、電子顯微鏡、原子力顯微鏡
	NIST-A	0.025 μm for $1 \leq f \leq 20\text{ Hz}$; 3.1 $\mu\text{m/s}$ for $20 \leq f \leq 100\text{ Hz}$	
極靈敏	NIST-A1	6 $\mu\text{m/s}$ for $f \leq 5\text{ Hz}$ 0.75 $\mu\text{m/s}$ for $f \leq 100\text{ Hz}$	儀器開發

B. 新質量標準實驗室環境規劃

新質量標準實驗室設計平面規劃圖如圖 4-40 所示，主要分為兩區域，第一區為矽晶球表面光電子頻譜分析儀(XPS XRF)與矽晶球清洗區域；第二區則是放置真空質量比較儀與質量導引等系統。第一區 XPS XRF 儀器環境條件溫度為 $(20.0 \pm 1.0)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 與相對濕度為 $(50 \pm 10)\%$ ；第二區儀器環境要求則依照 OIML R 111-1 規範為 $(20.0 \pm 0.3)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 與相對濕度為 $(50 \pm 10)\%$ 。

[1] OIML R 111-1. Edition 2004 (E). Weights of classes E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ and M₃, Part 1: Metrological and technical requirements.

[2] Hal Amick, Michael Gendreau, Todd Busch, and Colin Gordon, "Evolving criteria for research facilities: I – Vibration", Proceedings of SPIE Conference 5933: Buildings for Nanoscale Research and Beyond San Diego, CA, 31 Jul 2005 to 1 Aug 2005.

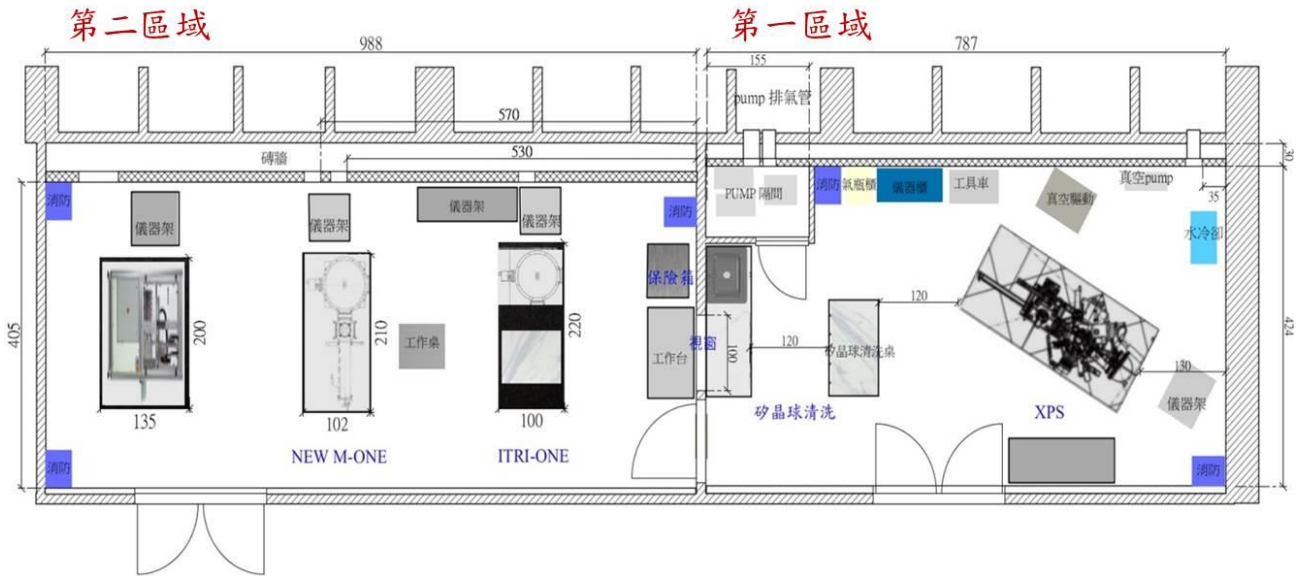


圖 4-40、新質量標準實驗室規劃圖

第二區中擁有高精密度的真空質量比較儀，其需要的環境條件要求較為嚴苛，尤其是振動對儀器所造成的干擾，對於放置儀器的平台需要有隔振設計，因此，規劃將質量比較儀需放置於獨立接合隔離水泥塊之花崗岩載台上，將實驗室作業人員所接觸的樓地板與防振用的水泥基座及花崗岩平台間留下間隙做為隔離(如圖 4-41 所示)，以利隔絕操作人員移動時所造成的樓地板振動干擾，並降低外部振動干擾進而影響儀器量測的準確性。

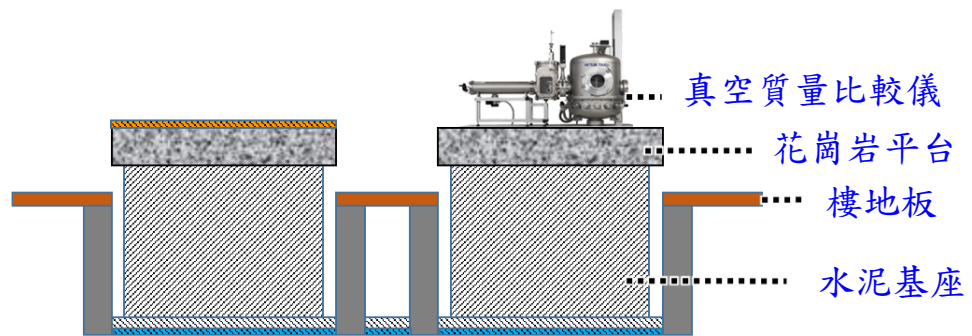


圖 4-41、隔振基座與平台示意圖

另外，除了隔絕操作人員移動時所造成樓地板的振動干擾外，仍需考量其他平台上儀器運作時產生的振動影響。為了瞭解所需建置的隔離水泥塊與花崗岩的隔振效果，採用 Ansys 有限單元法模擬軟體進行隔離水泥塊與花崗岩的振動模擬，並將整體結構設計簡化建模後進行結構的振動頻率響應模擬分析，模擬示意圖如圖 4-42 所示，結構中主要包含建築物筏基水槽最底部的地面、設計的水泥基座與花崗岩平台。當左方平台因其他儀器運作時所產生 0.1 N 的三軸方向力干擾時，中間平台(放置真空質量比較儀)上所受到的振動頻率響應如圖 4-43 所示。

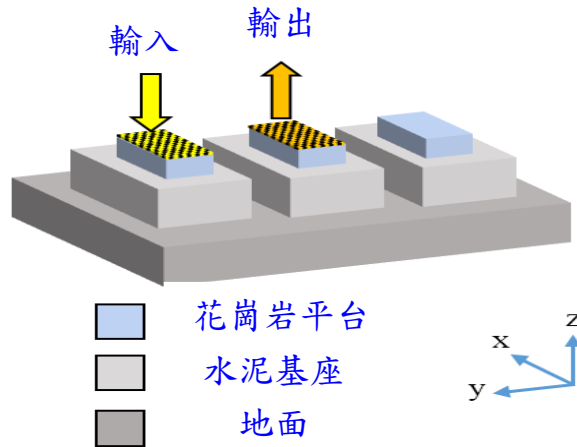


圖 4-42、振動模擬結構示意圖

本振動頻率響應的模擬主要分為 X 軸、Y 軸、Z 軸，共三個方向做分析，以 Z 軸方向為例，藍色的 z_pre 曲線為其他平台未受到外力振動影響的頻率響應圖，橘色的 z 曲線為其他平台有受到 Z 軸外力 0.1 N 的頻率響應圖。由模擬結果可看出兩條曲線的振幅差異很小，可以判斷當採用此規格的防振平台設計，無論左方平台有無受到 0.1 牛頓 Z 軸方向外力，其放置真空質量比較儀的頻率響應圖之振幅表現非常相近，可知此設計規畫能有效降低其他平台的儀器振動對真空質量比較儀產生的振動影響。

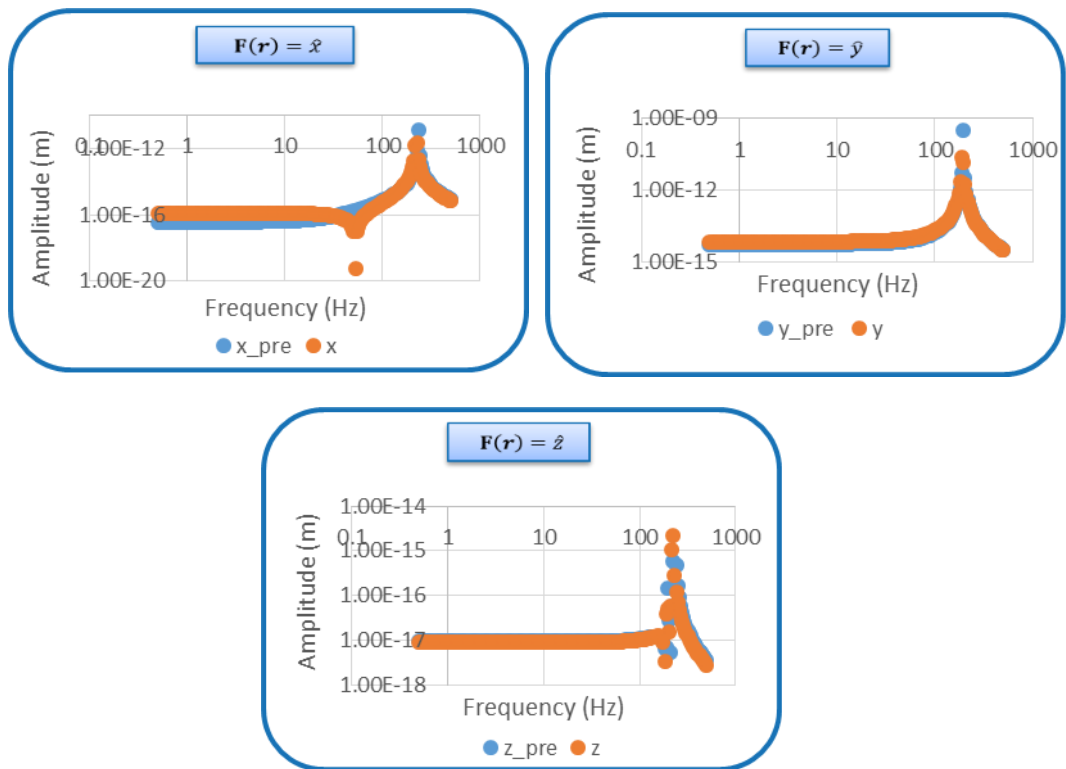


圖 4-43、模擬結果數據圖

參考上述模擬結果、不破壞 16 館建築物筏基、考量施工工法的可行性及參考德國 PTB 防振水泥塊設計，採用獨立水泥基座，並於基座上加裝花崗岩防振平台，所建置最小防振平台體積皆大於德國 PTB 之設計，如下表 4-8 所示。

表 4-8、防振平台體積比較表

國家實驗室	防振平台	高 (cm)	長 (cm)	寬 (cm)	體積(cm ³)	體積合計 (cm ³)
PTB	水泥塊	247	190	70	3,285,100	3,605,100
	花崗岩	20	200	80	320,000	
NML	最小水泥塊	185	190	90	3,163,500	3,806,100
	最小花崗岩	30	210	102	642,600	

另外，配合厚度 30 cm 花崗岩、質量儀器高度與擺放位置等條件，設計之水泥塊平面與高度尺寸如圖 4-44 與圖 4-45 所示，其中編號水泥塊 A 與 C 之高度尺寸相同皆為 120 cm，且與筏基四周邊界之間距皆為 50 cm，而花崗岩尺寸則如圖 4-46 所示，並將上述規畫設計尺寸提供設工單位參考以利實際施工作業。

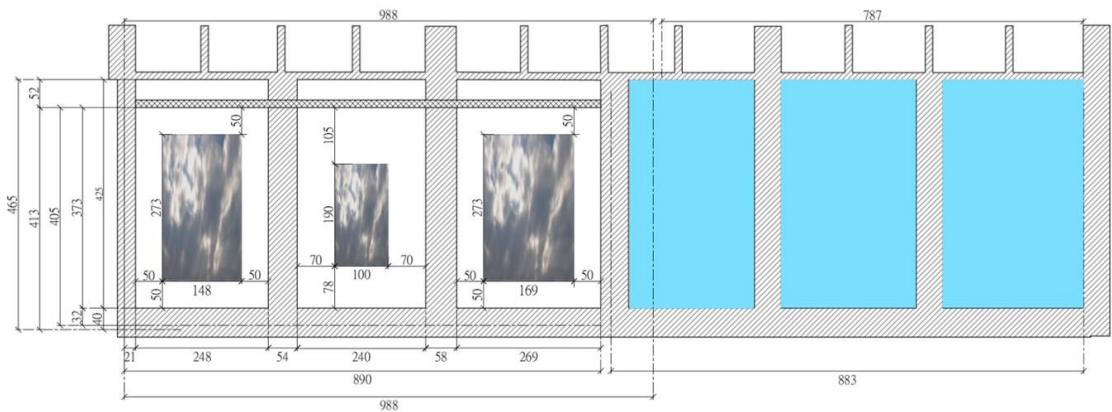


圖 4-44、水泥塊設計平面尺寸

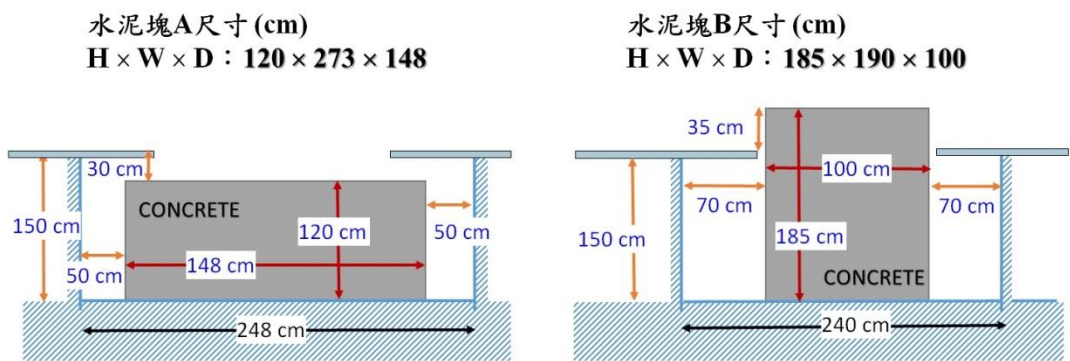


圖 4-45、水泥塊設計高度尺寸

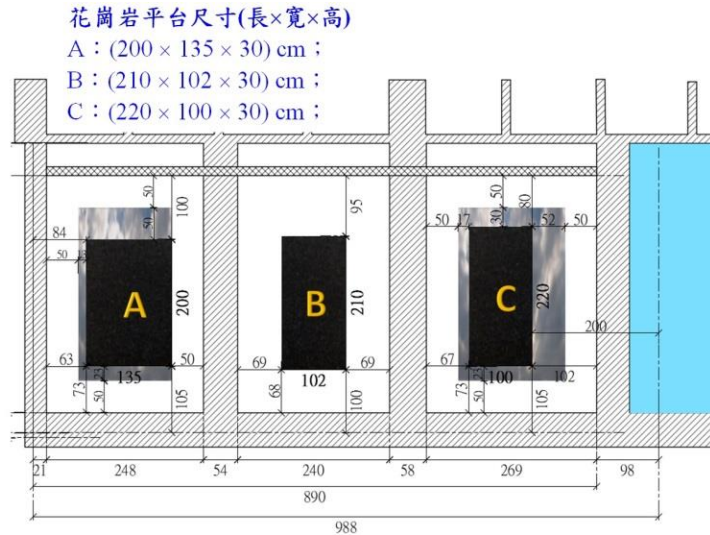


圖 4-46、花崗岩設計尺寸

實際新質量標準實驗室環境基礎建置之相關歷程呈現如下:

2018 年 2 月開始進行施工，進行天花板拆除、實驗室地板開挖與筏基抽水等作業(圖 4-47 至圖 4-51)。

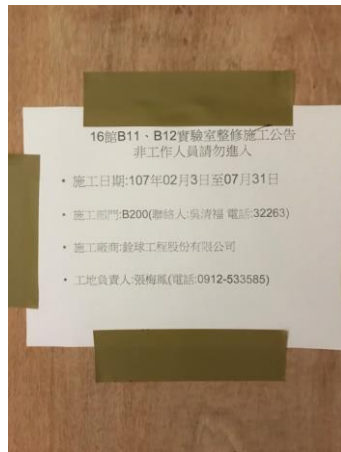


圖 4-47、施工公告



圖 4-48、施工隔離走道



圖 4-49、B9, B10, B11 實驗室天花板拆



圖 4-50、B12 實驗室天花板拆除作業

除作業



圖 4-51、實驗室地板開挖與筏基抽水作業

2018 年 3 月完成地板拆除作業、筏基排水管路架設、筏基平整修補、水泥塊位置定位放樣與基礎鋼筋綁匝與灌漿模板架設(圖 4-52 至圖 4-57)。三組 A、B、C 水泥塊平面與高度尺寸如圖 4-44 與圖 4-45 所示。其中編號水泥塊 A 與 C 之高度尺寸相同皆為 120 cm，編號水泥塊 B 高度則為 185 cm，且與筏基四周邊界之間距皆為 50 cm。水泥塊密度需 $\geq 2.3 \text{ g/cm}^3$ ，且鋼筋混凝土中不添加鐵砂。

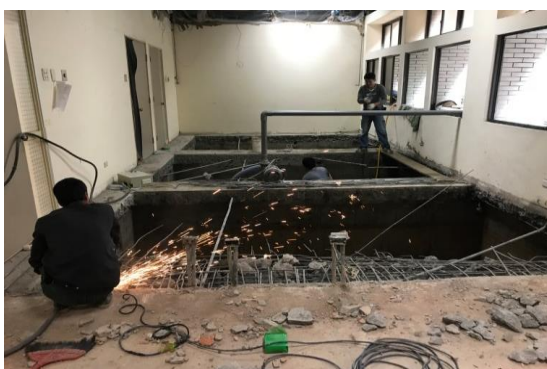


圖 4-52、地板拆除作業



圖 4-53、筏基排水管路重新架設



圖 4-54、筏基平整修補



圖 4-55、水泥塊平面尺寸定位(彈線)放樣



圖 4-56、水泥塊基礎鋼筋綁匝



圖 4-57、灌漿模板架設

2018 年 4 月完成水泥塊灌漿與迴風牆面地基作業(圖 4-58 至圖 4-59)。



圖 4-58、完成水泥塊灌漿作業



圖 4-59、完成右側迴風牆面地基灌漿作業

2018 年 5 月完成迴風牆面工程、水泥塊修整與花崗岩定位與接合作業(圖 4-60 至圖 4-63)。三組 A、B、C 花崗岩採用德國 DIN 876 標準等級為 0 級，平面尺寸如圖 4-46 所示，厚度尺寸皆為 30 cm。



圖 4-60、迴風牆庫板架設

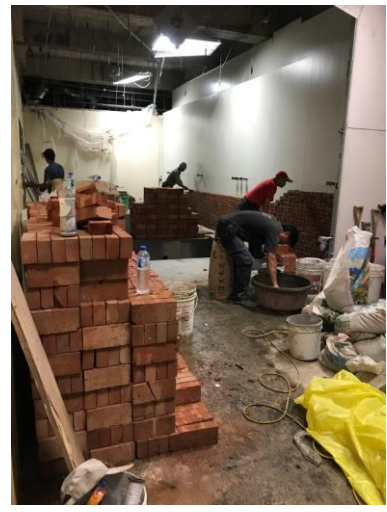


圖 4-61、迴風牆面鋪設紅磚



圖 4-62、水泥塊修整



圖 4-63、完成花崗岩定位與接合作業

2018 年 6 月完成水泥塊與花崗岩樹脂接合補強作業、高架地板支撐鋼樑鋪設、空調系統施作、第一區與第二區隔間庫板與幫浦室工程(圖 4-64 至圖 4-67)。



圖 4-64、水泥塊與花崗岩樹脂接合補強作業



圖 4-65、完成鋪設高架地板支撐鋼樑作業



圖 4-66、空調系統施作



圖 4-67、完成隔間庫板與幫浦室工程

2018年7月完成水泥塊上漆、筏基底部防塵處理、高架地板鋪設、實驗室地面整平、XPS XRF 區域天車架設、氣源、電源、照明與消防器材裝設(圖 4-68 至圖 4-74)。

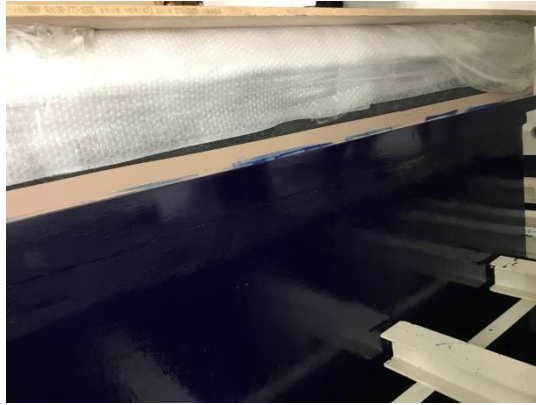


圖 4-68、水泥塊上漆



圖 4-69、筏基底部防塵處理



圖 4-70、高架地板鋪設

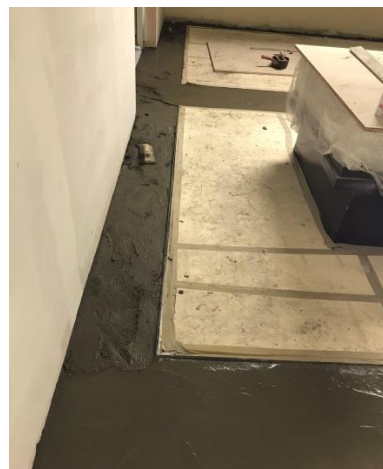


圖 4-71、實驗室地面整平



圖 4-72、完成 XPS XRF 區域天車架
設



圖 4-73、完成氣源、電源與照明安裝



圖 4-74、完成新質量標準實驗室消防器材裝設

建置之新質量標準實驗室環境區域如下圖所示：



圖 4-75、第一區:矽晶球表面光電子頻譜分析儀(XPS XRF)與矽晶球清洗區域



圖 4-76、第二區:質量比較儀與質量導引系統區域

A. 新質量標準實驗室環境量測結果

新質量標準實驗室環境溫、濕度與振動量測結果分述如下：

C-1. 新質量標準實驗室溫溼度量測

(a) 量測條件

新質量實驗室建置溫濕度環境條件須符合國際規範 OIML R111-1:2004 E₁ 等級法碼之量測條件，量測期間環境溫度須維持每小時變化量不超過 ± 0.3 °C；相對濕度維持在 40 % 至 60 %，每 4 小時變化量不超過 ± 5 %。

- ✓ 量測時間: 2018/11/3 00:00 ~ 2018/11/6 00:00
- ✓ 量測地點: 新質量實驗室 B12
- ✓ 量測間隔: 5 min (數據擷取時間)
- ✓ 量測參數: 溫度、相對濕度
- ✓ 感測器數: 7 支(詳如配置圖 4-77)

✓ OIML R111-1 E1 法碼校正環境條件

- 溫度:temperature change during calibration $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{h}$, $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C} / 12\text{ h}$
- 相對濕度: $\pm 5\% / 4\text{ h}$

✓ B12 設定環境條件

- 溫度:(20.0 ± 0.3) $^{\circ}\text{C}$
- 相對濕度:(50 ± 10) %

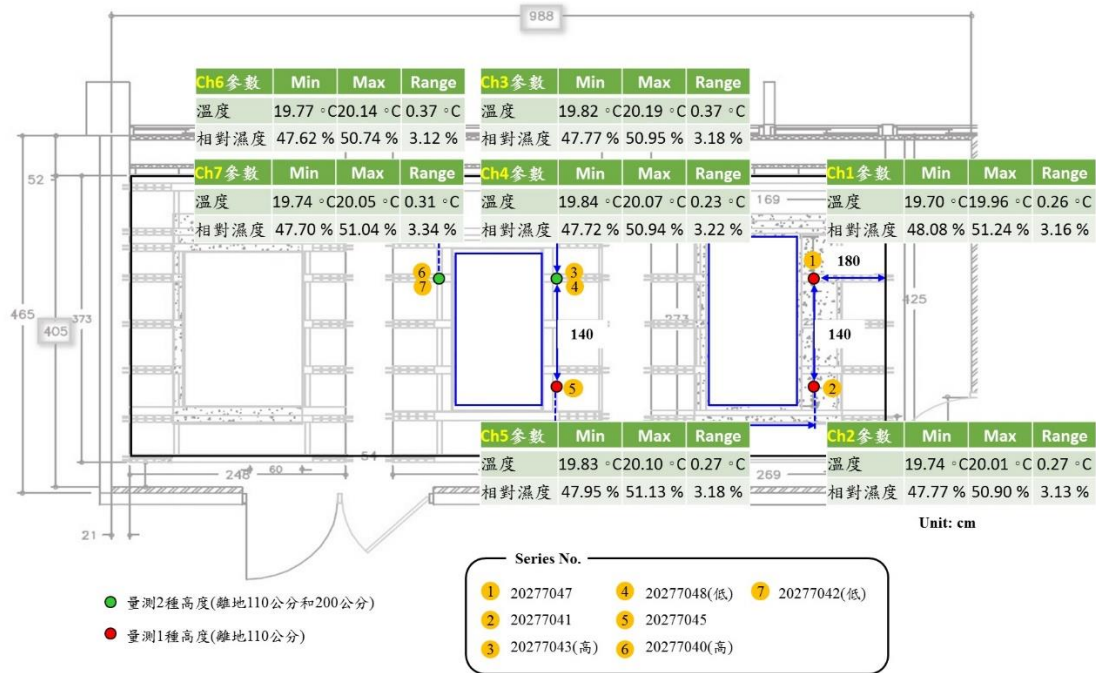


圖 4-77、新質量實驗室環境溫、濕度量測配置圖

(b) 儀器設備規格:

表 4-9、溫濕度量測儀器設備規格

名稱	廠牌/型號	數量
溫濕度紀錄器	Rotronic/HygroLog HL-NT	2
溫濕 probe	Rotronic/HC2A-S	7
Software	Rotronic/HW4-E-V3	1
probe extension cables	Rotronic/E2-05A	7

表 4-10、七支溫濕度計校正報告

溫濕度計序號/通(No)	NML 校正報告
20277044/8	H180086A
20277040/6	H180084A
20277047/1	H180079A
20277048/4	H180082A
20277041/2	H180080A

溫濕度計序號/通(No)	NML 校正報告
20277045/5	H180083A
20277043/3	H180081A

(c) 量測結果:

連續三天之實驗室環境溫、濕度及其變化量量測結果如圖 4-78 至圖 4-81 所示，圖 4-78 與圖 4-80 數據曲線分別為七支偵測器之溫、濕度量測結果，其結果顯示實驗室平均溫度為 19.9 °C，相對濕度為 48.9%，量測的溫、濕度數值落於 OIML 環境規格之要求溫度: (20.0 ± 0.3) °C 與濕度: (50 ± 10) % 範圍內。圖 4-79 與圖 4-81 則分別為三天內溫、濕度變化量的量測曲線圖，其結果顯示溫度變化量符合每 1 小時在 0.6°C 範圍內，濕度變化量亦符合每 4 小時在 10 % 範圍內，確認真空質量比較儀系統區域偵測之溫、濕度量測結果皆滿足 OIML R111-1 規範要求。

另外，觀察超過 24 小時 ITRI-ONE 系統腔體內溫度情況，由圖 4-82 量測曲線結果顯示腔體內平均溫度為 20.0 °C，已符合規範要求，確認建置之新質量標準實驗室環境條件滿足系統所需。

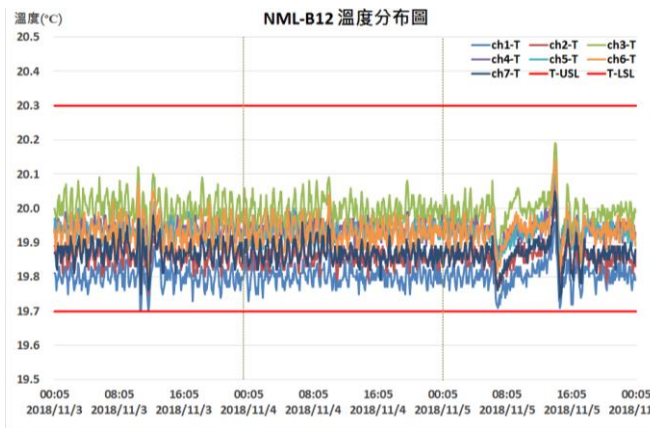


圖 4-78、實驗室環境溫度量測分布圖

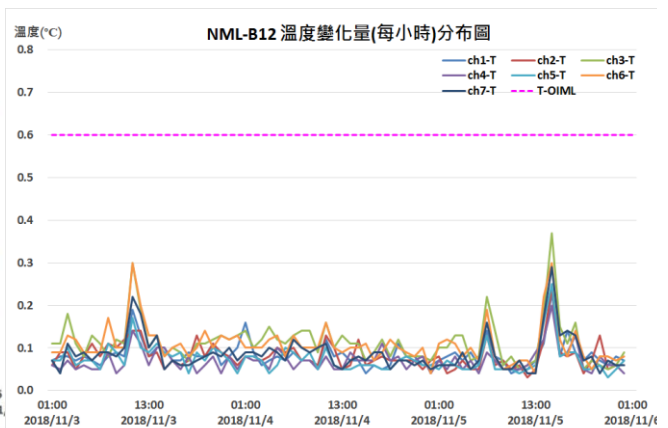


圖 4-79、實驗室環境溫度變化量量測圖

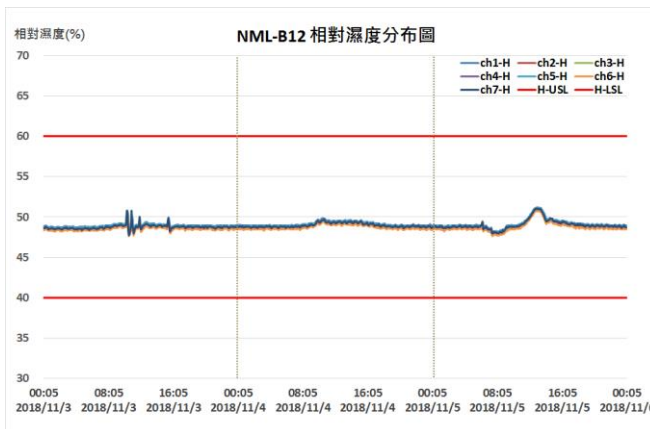


圖 4-80、實驗室相對濕度量測分布圖

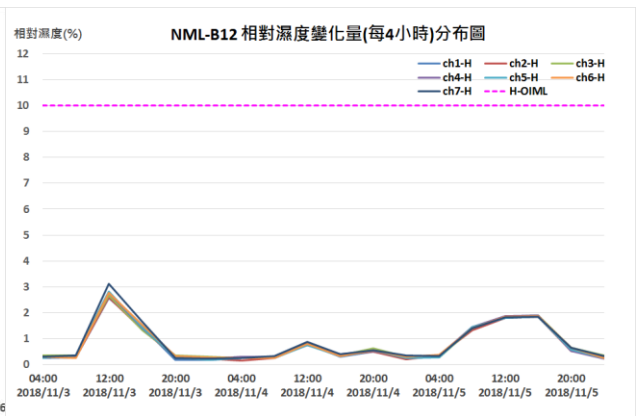


圖 4-81、實驗室相對濕度變化量量測圖

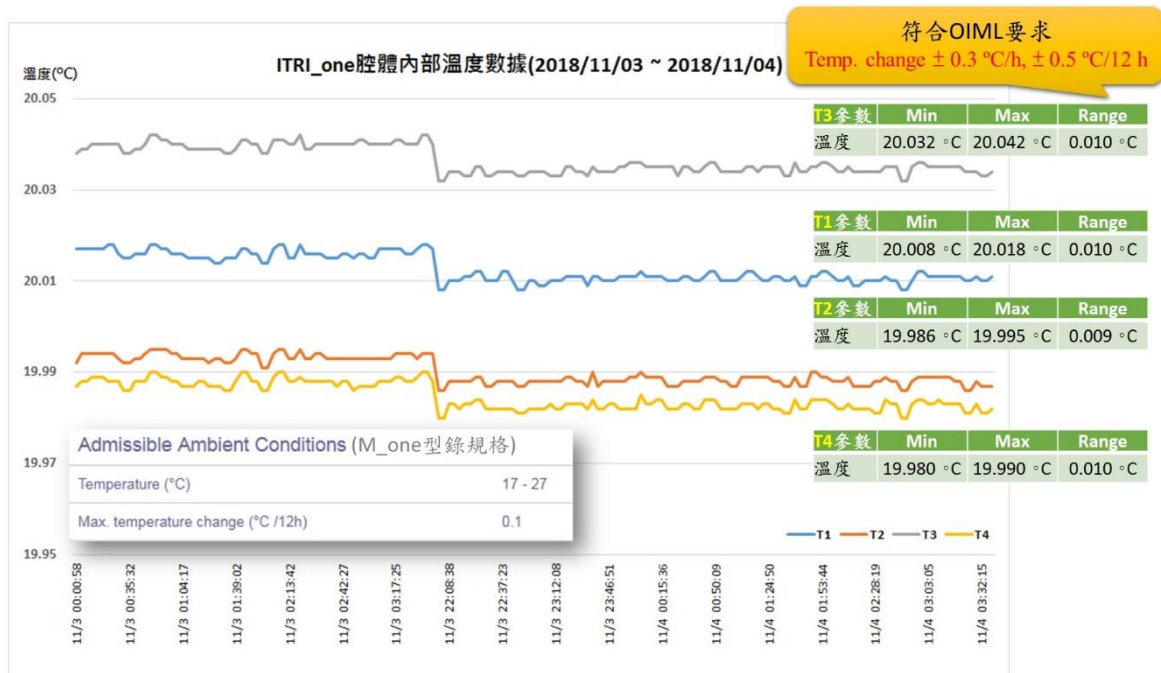


圖 4-82、ITRI-One 腔體內部溫度量測數據

C-2. 新質量標準實驗室振動量測

高精質量比較儀對週遭突然發生的振動變化極為敏感，因此，質量量測期間須在相同穩定的環境條件下進行，故實驗室振動測試環境設定為於同時間同位置在花崗岩週遭無人走動與有人員走動的不同振動條件下執行量測。振動量測數據與 VC-E 及 NIST-A 規範做比對，以瞭解新質量標準實驗室的振動分佈狀況。

(a) 量測條件

- ✓ 量測時間:10/29 上午 09:00 (M-ONE 與 ITRI-ONE 儀器安裝後)
- ✓ 量測地點:新質量實驗室 B12
- ✓ 量測間隔:10 min (數據擷取時間)
- ✓ 量測參數:振動速度(Velocity)
- ✓ 感測器數:3
- ✓ 測試項目:A, B 與 C 三組花崗岩平台，量測結果含“一般狀況”與“走動模擬(walk)”情境兩種
- ✓ 參考規範:VC-E $\leq 3.12 \mu\text{m/s}$
- ✓ 參考規範:NIST-A $\leq 0.025 \mu\text{m/s}$ for $1 \leq f \leq 20 \text{ Hz}$ and $\leq 3 \mu\text{m/s}$ for $20 \leq f \leq 100 \text{ Hz}$

(b) 儀器設備規格:

- ✓ 測試儀器: 將 x, y 與 z 三軸加速規放置於花崗岩架設儀器之重心位置(如圖 4-83)，量測採用之標準加速規廠牌/型號如表 4-11 所列，x 軸為量測垂直主走道方向之訊號，y 軸為量測平行主走道訊號與 z 軸為量測花

崗岩出平面訊號。再利用頻 Bruel & Kjaer Pulse 3560C 多通道頻譜分析儀擷取量測訊號，量測數據擷取時間為每一點 10 分鐘，每一訊號通道 (channel) 取樣率： $\geq 65 \text{ kHz}$ ，以三筆數據取平均值。

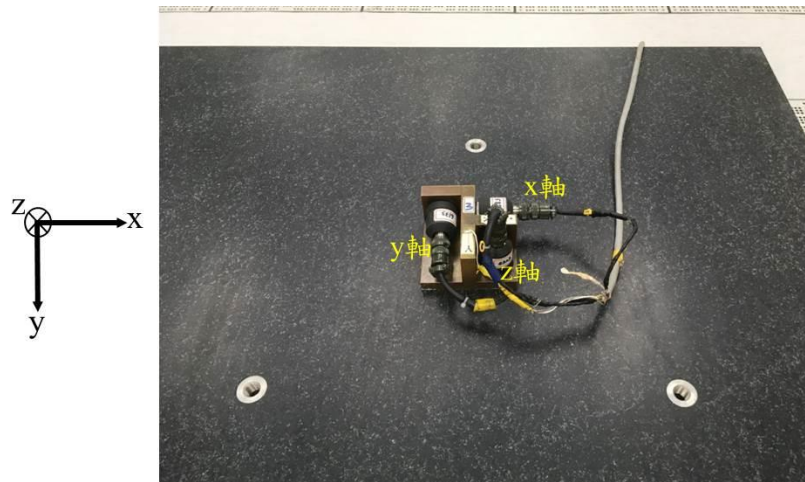


圖 4-83、振動測試用加速規

表 4-11、量測過程所採用之標準加速規

標準件	廠牌/型號	序號	追溯機構	追溯號碼	追溯日期
加速規 (x 軸)	PCB/393 B12	5878	國家度量衡 標準實驗室	V180002A	2018/01/25
加速規 (y 軸)	PCB/393 B12	6133	國家度量衡 標準實驗室	V180002A	2018/01/25
加速規 (z 軸)	PCB/393 B12	6323	國家度量衡 標準實驗室	V180002A	2018/01/25

(c) 量測結果:

執行新質量標準實驗室花崗岩與水泥塊(A, B, C 三塊)振動測試，A、B 與 C 花崗岩區域量測結果如圖 4-84 至圖 4-86 所示，圖中黑色兩虛線分別代表 VC-E 與 NIST-A 振動規範界限，紫色與藍色實線則分別代表花崗岩周遭無人走動(一般情況)與人員於花崗岩周遭進行走動之量測結果。圖 4-84 為花崗岩 A 的量測結果，此花崗岩為未來放置質量導引系統的防振平台，整體防振平台高度設計與實驗室週遭地板切齊。振動量測結果顯示花崗岩週遭人員走動時在高頻區段振幅較低頻區段略高，但皆低於 VC-E 界限 $3.12 \mu\text{m/s}$ ，而僅 z 軸量測結果在 60 Hz 單點數值略高於 $3.12 \mu\text{m/s}$ ，初步判斷此雜訊可能來自電源供應系統本身 60 Hz 訊號耦合之影響。

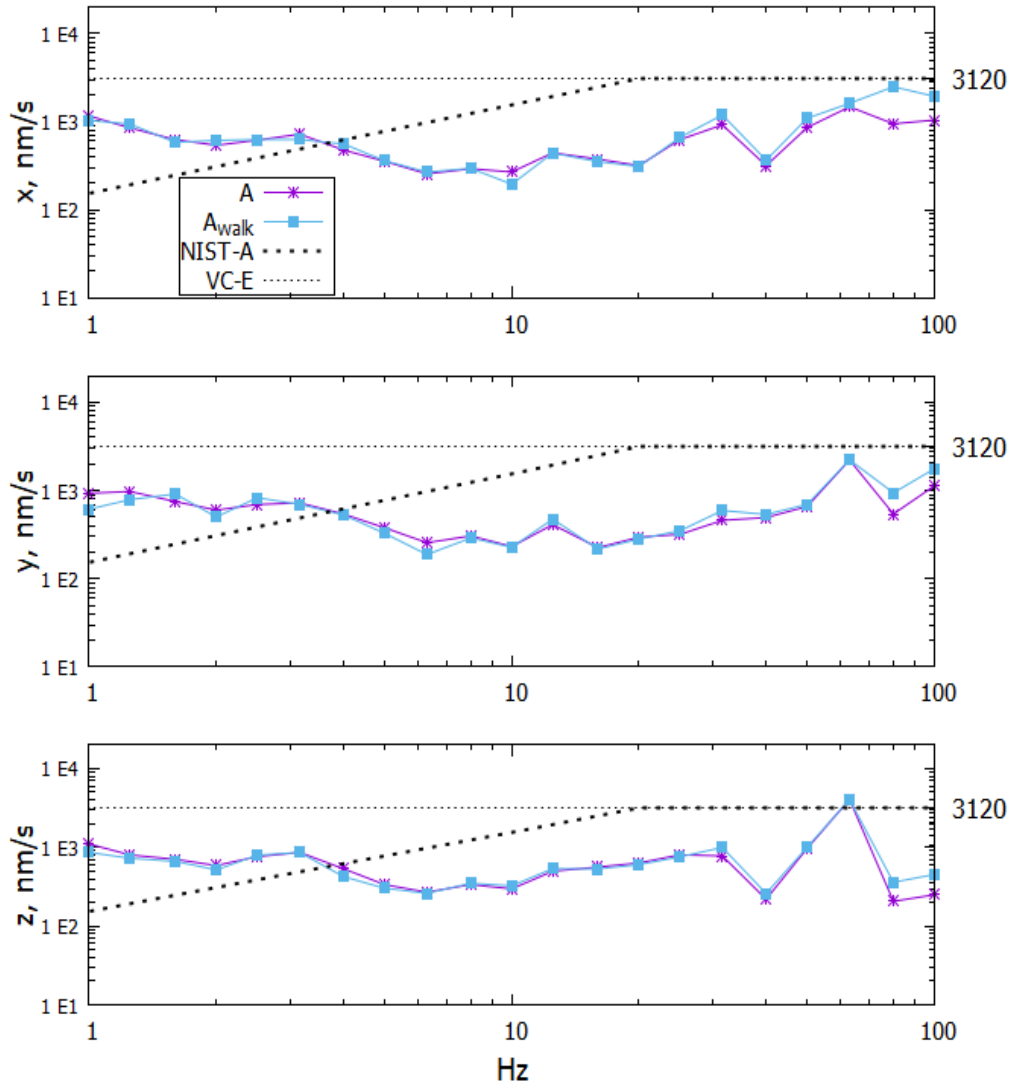


圖 4-84、花崗岩 A 塊振動量測結果

圖 4-85 為花崗岩 B 量測結果，此花崗岩為放置 NEW M-ONE 系統的防振平台，整體防振平台設計為高出實驗室週遭地板 65 cm，振動量測結果顯示三軸量測之振動訊號皆低於 3.12 $\mu\text{m/s}$ ，符合 VC-E 參考規範，且無論人員走動與否，兩者振動訊號皆無明顯差異，代表水泥塊隔絕週遭振動效果優異。

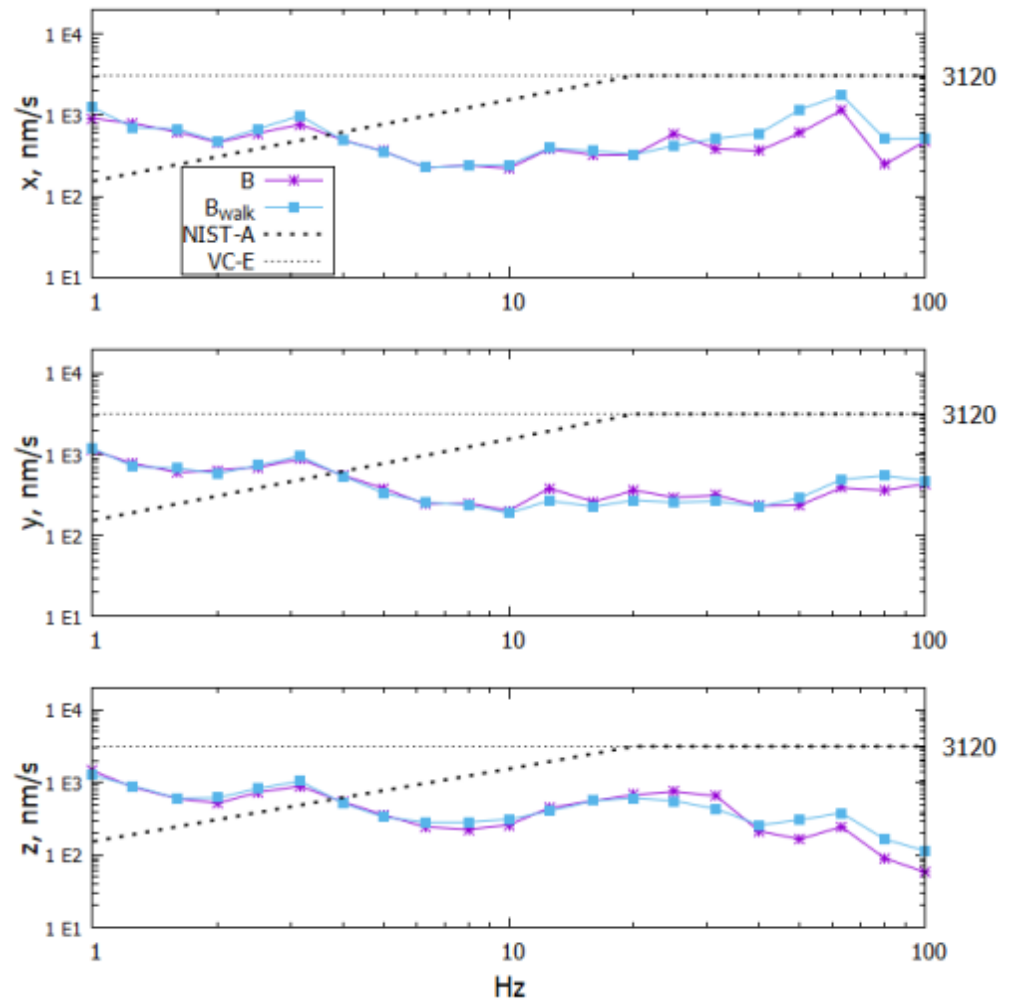


圖 4-85、花崗岩 B 塊振動量測結果

圖 4-86 為花崗岩 C 量測結果，此花崗岩為放置 ITRI-ONE 系統的防振平台，整體防振平台高度設計與實驗室週遭地板切齊，平台上架設花崗岩防振桌，ITRI-ONE 系統則安置於花崗岩防振桌上。振動量測結果顯示無論人員走動與否，兩者振動訊號皆無明顯變異，代表水泥塊隔絕週遭振動效果優異，而三軸量測結果皆在 60 Hz 單點數值略高於 3.12 $\mu\text{m/s}$ ，初步判斷此雜訊可能來自電源供應系統本身 60 Hz 訊號耦合之影響。

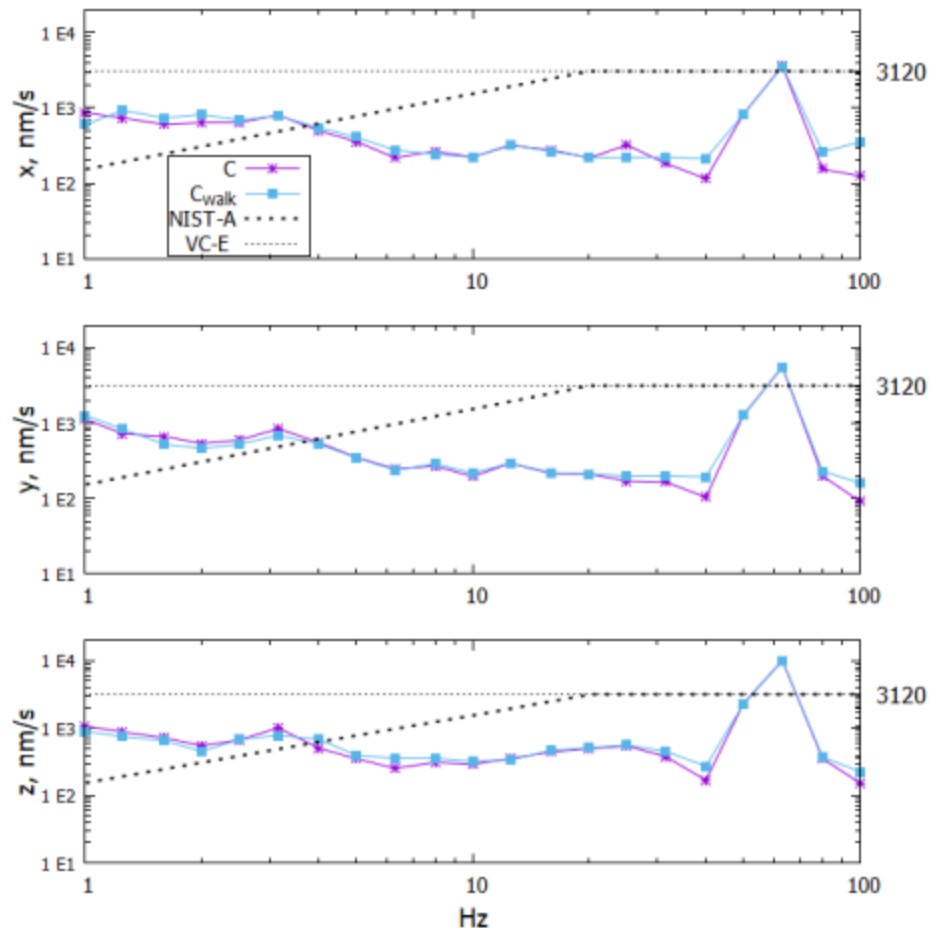


圖 4-86、花崗岩 C 塊振動量測結果

由上述振動測試探討三塊花崗岩防振平台對週遭環境振動改變之影響，其結果顯示振幅無明顯的差異，表示質量量測期間各系統將不受週遭振動的干擾。擺放 NEW M-ONE 系統之花崗岩 B 防振平台振動量測訊號符合 VC-E 參考規範；A 與 C 二塊花崗岩防振平台少數軸向在 60 Hz 單點數值略高於 VC-E 規範界限 3.12 $\mu\text{m/s}$ ，初步判斷此雜訊來自電源供應系統本身 60 Hz 訊號耦合之影響。

新質量標準實驗室環境建置符合 OIML R111-1 規範，設定溫、濕度條件為溫度(20.0 \pm 0.3) $^{\circ}\text{C}$ 與相對濕度為(50 \pm 10) %，其中在執行矽晶球量測的 NEW M-ONE 系統防振平台，在該處所測得振動訊號結果相較其它二塊花崗

岩具有更優異的隔振效果，在 1 Hz 至 100 Hz 頻率下的振動頻段，其振幅無顯著的差異，表示系統不會受到周遭環境傳來的振動所干擾，進而影響質量量測過程的穩定性，其花崗岩防振平台振動訊號量測曲線符合 VC-E 振動標準，且在 4 Hz 以上頻率區段亦符合 NIST-A 之振動標準要求。因此，新質量標準實驗室環境建置成果，可提供矽晶球質量量測一個穩定的量測環境，以達到 NML 新公斤質量量測標準的建立。

(3) 建立矽晶球表面水層、碳化汙染層與氧化層定量量測技術，完成螢光頻譜與電子頻譜數據分析軟體建置

矽晶球表層質量主要由表面水層(H_2O)、碳化汙染層(CO_x, C)、二氧化矽(SiO_2)與矽的次級氧化物(Si_2O 、 SiO 、 Si_2O_3)氧化物所組成，如圖 4-87 所示：需透過 X 射線光電子頻譜技術(X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)與 X 射線螢光頻譜技術(X-ray Fluorescence Spectroscopy, XRF)兩種技術結合來量測矽晶球表層的組成與質量，其中表層質量大約會是數十微克(μg)之範圍，需要每年定期量測以監控表層質量之變化，再將此質量標準透過質量比較儀傳遞予二級實驗室。

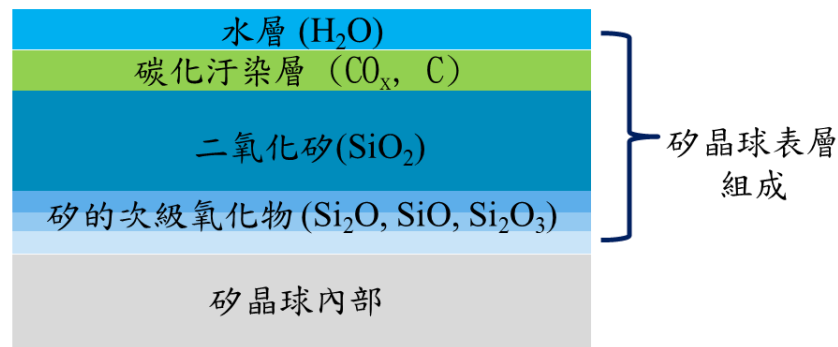


圖 4-87、矽晶球表層組成

表層質量最主要組成元素為 O、Si、C 以及 H，表層量測主要是藉由 X 射線螢光頻譜技術(X-ray Fluorescence Spectroscopy, XRF)技術來決定矽晶球表層每單位面積之氧沉積量(ng/cm^2)，包含表面水層、碳化汙染層以及氧化層皆含有氧元素的存在，因此透過 XRF 技術可以推估矽晶球表層每單位面積的總氧沉積量，再依據 XPS 光電子頻譜技術擷取 O、Si、C 三者之原子數比值，便可以推估有多少比例的氧元素分屬於碳化汙染層、水層與氧化層。圖 4-88 表層質量量測流程之說明，分為兩個部分：其一是透過 SiO_2 標準試片建立 XRF 螢光頻譜強度與氧沉積量之參考曲線；另一則是量測矽晶球表層之 XPS 光電子頻譜與 XRF 螢光頻譜決定各元素於表面所含質量。

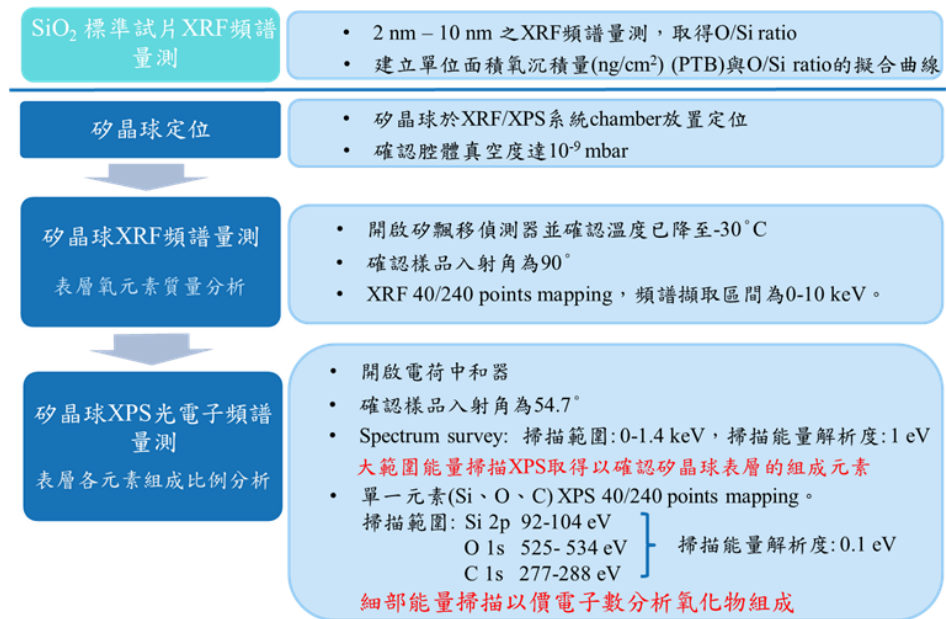


圖 4-88、矽晶球表層質量量測流程

量測 SiO₂ 標準試片 XRF 螢光頻譜之主要目的為建立單位面積氧沉積質量 (ng/cm²) 與螢光頻譜強度的擬合曲線，作為訂定矽晶球表層單位面積氧沉積質量之參考。矽晶球 XRF 之量測頻譜訊號擷取後，會與前述 SiO₂ 標準試片之擬合曲線進行比對(外插)，定出矽晶球表層單位面積之氧沉積量。107 年下半年度之工作重點即是著重於如何在完成 SiO₂ 標準試片與矽晶球的 XRF 頻譜量測之後，將量測結果透過數據擬合軟體計算出 O K_α 與 Si K_α 之積分強度比值。欲建立數據擬合軟體需參考 PTB 同步輻射光 BESSY II 之無參考 X 光螢光頻譜分析技術，並考慮偵測 XRF 螢光頻譜訊號之矽飄移偵測器 SDD 之頻率響應函數 $\epsilon_{det}(E)$ 。除了 XRF 螢光訊號之外，SDD 亦會受到兩個背景值 (Bremsstrahlung 制動輻射以及 Resonant Raman scattering, RRS，拉曼共振散射) 之影響，須建立此兩項背景值與散射光能量之關係並予以扣除，以求出 O K_α 與 Si K_α 之積分強度比值。

XRF 螢光頻譜技術

以 X 光激發源照射待分析樣品，當樣品中元素之內層電子被擊出後，由外層電子來補足內層電子的空缺，並放出螢光，螢光由電子能階躍遷而來，因此為特定之波長。不同的元素會放射出各自的特徵 X 光，具有不同的能量或波長特性，可用以分析樣品中的元素組成。圖 4-89 說明 X 光入射與激發螢光頻譜之過程：

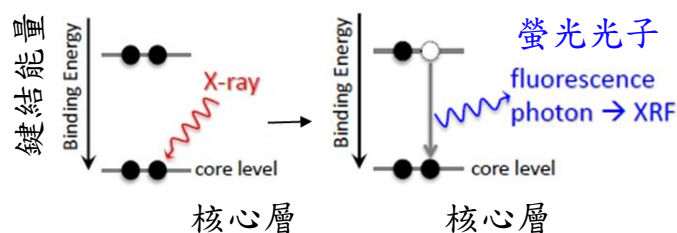


圖 4-89、XRF 基本原理示意圖

無參考 X 光螢光頻譜分析技術(reference-free x-ray fluorescence analysis)

最初矽晶球表層氧沉積量之定量工作，PTB 是在 BESSY II 的同步輻射實驗站進行，由於 BESSY II 的同步輻射儲存環光源穩定，因此可以透過低溫電子取代輻射計(cryogenic electrical substitution radiometer, SYRES)(圖 4-90)來校正輻射光強度以及能量對偵測器的反應(頻率響應函數 $\epsilon_{det}(E)$)，RES 的結構是一個腔體，透過加熱器(heater)，使腔體內的溫度略高於液態氦($T + \Delta T$)，當輻射光入射至腔體可以轉換成熱輻射，此時逐漸關掉加熱器以使腔體繼續保持溫度於 $T + \Delta T$ ，可透過加熱器功率的調整換算使每單位面積的熱輻射可與同步輻射光與偵測器的反應做連結，由 BESSY 出來的輻射光透過單光儀(monochromator)調整 X 光的能量之後，該單色光便進入 SYRES，如此一來便能測量 SDD 矽漂移偵測器之頻率響應函數 $\epsilon_{det}(E)$ 。

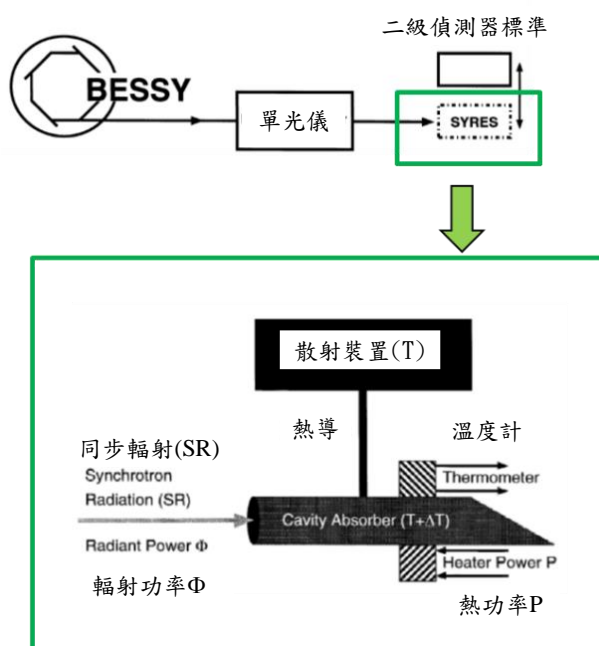


圖 4-90、低溫電子取代輻射計(SYRES)工作示意圖

無參考 X 光螢光頻譜分析技術便是利用已校正輻射能的同步輻射光源量測矽晶球的 X 光螢光頻譜，並透過校正頻率響應函數的矽漂移偵測器(Silicon drift detector, SDD)擷取訊號，直接以量測數據透過 Sherman's equation 定出矽晶球表層氧沉積量(ng/cm^2)，公式如下：

$$\frac{m_i}{F} = (-1/\mu_{tot,i}) \ln \left\{ 1 - \frac{P_{ij}}{P_{in} \tau_{Xi}(E_{in}) \omega_{Xi} \frac{\Omega_{det}}{4\pi} \frac{1}{\sin \theta} \mu_{tot,i}} \right\} \quad (4-9)$$

其中

- $\frac{m_i}{F}$: 單位面積的元素沉積量；
- P_{ij} : 螢光強度的量測結果；
- P_{in} : 入射光流量；

Ω_{det} : 偵測器實際接受之立體角；

τ_{Xi} : 光電子截面；

改變 X 光入射至矽晶球表面的位置，量測矽晶球表面不同位置的 O $K\alpha$ 、C $K\alpha$ 的螢光頻譜強度，將之換算成單位面積之沉積質量(ng/cm^2)，並統計不同位置的沉積質量之分布可得到矽晶球表層質量。

矽晶球表層螢光頻譜與 SDD 響應函數理論模型建置

矽晶球表面之氧沉積量(ng/cm^2)由 XRF 螢光頻譜中 O $K\alpha$ 與 Si $K\alpha$ 之積分強度比值來決定。而積分強度之比值主要需考慮兩個背景值來做為修正條件: Bremsstrahlung (制動輻射)與 Resonant Raman scattering, RRS (共振拉曼散射)，上述兩背景值的成因與 XRF 原理不同，但亦會被矽飄移偵測器(SDD)所偵測，因此將兩背景值之頻譜分布加以模擬計算。以下分別介紹兩背景值之成因與數據擬合方法:

1. Bremsstrahlung(制動輻射)

由加速電子撞擊 Al 靶材放出能量 $E = 1486 \text{ eV}$ 的 Al $K\alpha$ 的 X 光，再經過單色器之後 X 光入射至矽晶球表面，使矽原子之內層電子吸收能量而脫離原子束縛，此時具有動能的電子與其他粒子碰撞減速產生制動輻射，放出電磁波。制動輻射之頻譜分布需考慮電子與其他粒子碰撞之後的能量分布機率以及 X 光在矽晶體內的吸收情形。

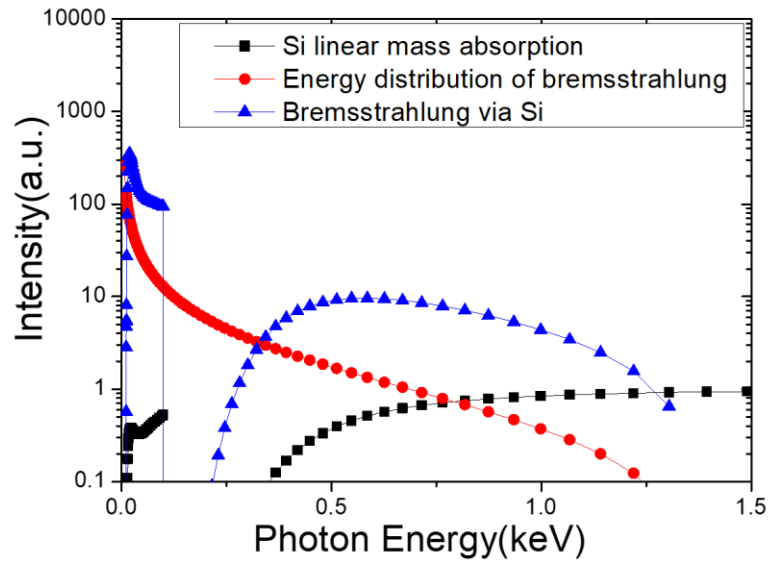
制動輻射的能量分布公式為

$$S_{\text{br}} = \frac{E_{\text{max}} - E}{E} \quad (4-10)$$

其中 E_{max} = 入射光能量 - 電子束縛能，以 XPS XRF 表層量測系統為例，入射光能量為 1486 eV，電子束縛能 Si L-edge 為 116 eV，因此制動輻射最大可能分布能量 E_{max} 為 1370 eV。圖 4-91 的紅色曲線即是制動輻射能量分布之計算結果。X 光在矽晶體內的吸收率與矽的線性吸收係數 μ 有關，單位為 cm^{-1} 。線性吸收係數以美國國家標準暨技術研究院(NIST)發布的參考資料為準，吸收係數隨能量變化，並考慮矽晶體的穿透深度 t 約為 500 nm。X 光於矽晶體吸收率以圖 4-91 黑色曲線表示，吸收率之公式為:

$$\text{Absorption} = e^{-\mu t} \quad (4-11)$$

將公式(4-10)與(4-11)的結果相乘，如圖 4-91 之藍色曲線，即為 X 光入射矽晶球的制動輻射能量分布，計算結果涵蓋了所有的能量，但實際上須根據不同的螢光偵測器採用不同的能量區間與適用範圍。



Intensity (a.u.) : 光強度 (任意單位) ;
 Photon Energy (keV) : 光子能量 (千電子伏特) ;
 Si linear mass absorption : 矽線性質量吸收 ;
 Energy distribution of bremsstrahlung : 制動輻射能量分布 ;
 Bremsstrahlung via Si : 通過矽所造成之制動輻射分布 ;

圖 4-91、制動輻射(藍色曲線)強度隨能量變化之模擬結果。

2. Resonant Raman scattering, RRS (共振拉曼散射)

共振拉曼散射屬於非彈性散射(inelastic scattering)，即入射光波長不等於散射光波長，有些能量被用於克服電子的束縛能或是能階躍遷，即

$$E_0 - U_L = E + T_e \quad (4-12)$$

入射光能量 E_0 使電子脫離原子之束縛 U_L ，剩餘的能量轉為電子的動能 T_e 與非彈性散射之光子能量 E 。當入射光能量接近於系統的吸收邊(能階躍遷)能量時，會發生拉曼共振散射。在此計算固定入射與出射角度下的散射截面(Cross section)以得到非彈性散射光能量 E 之分布情形。以入射與出射角夾 90° 為例，微分散射截面 σ_{RRS} 對空間之分布可以表示成：

$$\left. \frac{d\sigma_{RRS}(E_0)}{d\Omega dE} \right|_{\theta=90^\circ} = C \frac{1}{\varepsilon_{det}(E)M(E_0,E)} \frac{E}{E_0} \frac{E_{K\alpha}+E_0-E}{(E_{K\alpha}-E)^2} \Delta E \quad (4-13)$$

其中

$d\Omega$:偵測器接受立體角；

$\varepsilon_{det}(E)$:偵測器之頻率響應函數；

$M(E_0, E) = \int_0^t e^{-\gamma_1 \mu(E_0)x} e^{-\gamma_2 \mu(E)x} dx$:吸收修正係數；

$E_{K\alpha}$:Si $K\alpha$ -edge = 1740 eV；

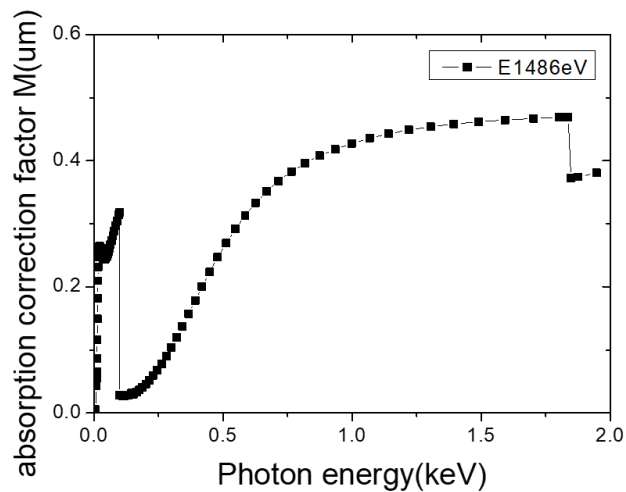
ΔE :偵測器的 channel width ;

$\frac{E}{E_0} \frac{E_{K\alpha} + E_0 - E}{(E_{K\alpha} - E)^2} \Delta E$ 正比於散設粒子數 N_{scatt} ;

圖 4-92 為吸收修正係數 $M(E_0, E)$ 之模擬結果，以

$$M(E_0, E) = \int_0^t e^{-\gamma_1 \mu(E_0)x} e^{-\gamma_2 \mu(E)x} dx = \frac{t}{\gamma \mu(E_0)t + \gamma \mu(E)t} (1 - e^{-\gamma \mu(E_0)t} e^{-\gamma \mu(E)t}) \quad (4-14)$$

代入 NIST 之線性吸收係數 μ ，厚度 t 為 500 nm，入射光 E_0 為 1486 eV，入射幾何參數 $\gamma = \frac{1}{\cos 45^\circ} = \sqrt{2}$ 加以計算。



Photon Energy (keV) : 光子能量 (千電子伏特) ;
absorption correction factor M (μm) : 吸收修正項 M(微米) ;

圖 4-92、線性修正係數 M

依據公式(4-13)模擬出散設粒子數 N_{scatt} 對吸收修正係數 $M(E_0, E)$ 歸一化，結果如圖 4-93 所示，只要將此計算結果與 SDD 的頻率響應函數 ϵ_{det} 結合即可將 RRS 背景值代入 XRF 螢光頻譜之量測結果，以進行氧沉積量積分強度之估算。

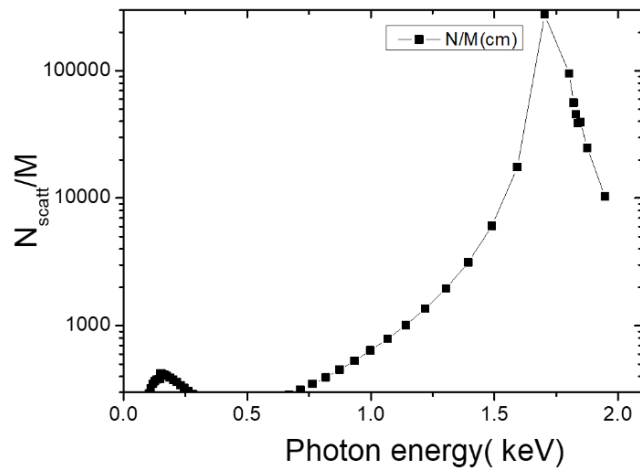


圖 4-93、散設粒子數 N_{scatt} 對線性修正係數 M 歸一化計算

矽晶球表層螢光頻譜擬合軟體建置

XRF 數據擬合軟體使用方式如下:

1. 將量測到之 XRF 螢光頻譜數據匯入。
2. 輸入兩背景值(Bremsstrahlung 與 Resonant Raman scattering)所需之起始條件與參數，結合公式(4-10)~(4-14)背景值 input 參數
 - a. 入射光能量 $E_0 = 1486.6$ eV；
 - b. X 光在矽晶體的穿透深度 $t = 500$ nm；
 - c. ΔE : channel width of detector = 10 eV;
 - d. ϵ_{de} 為 SDD 的頻率響應函數
 - e. Si L-edge = 116 eV；
 - f. Si K-edge = 1740 eV;
 - g. μ : Linear attenuation coefficient(線性吸收係數) of Si from NIST(如圖 4-94)
 - h. γ (入射角度係數) = $1/\sqrt{2}$

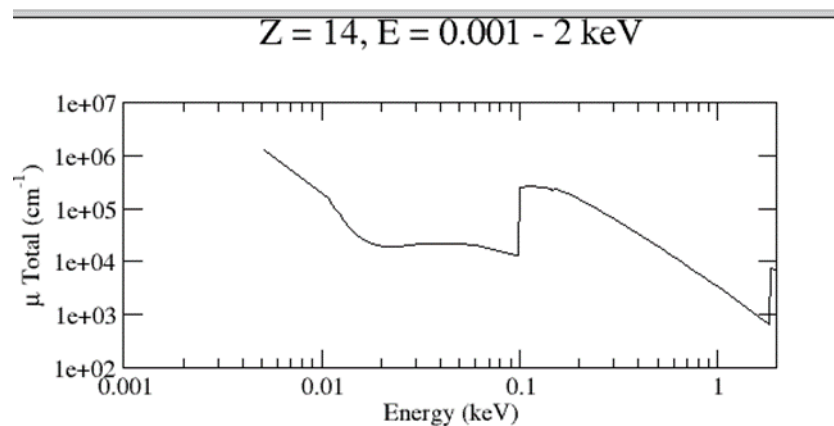


圖 4-94、NIST 參考資料:矽的線性吸收係數

以高斯分布擬合 O K_α 與 Si K_α 之峰型，並扣除背景值以得到 O O K_α 與 Si O K_α 之積分強度比值，即完成 XRF 數據擬合。擬合軟體建置後會以 PTB 提供之 XRF 數據量測結果，包含 SiO₂ 標準試片以及矽晶球的量測數據，以我們的軟體擬合後再與 PTB 核對擬合結果，以確認擬合程式的正確性。接著量測矽晶球的 XPS 光電子頻譜，藉由掃描表層不同物質之電子能量方式，定出矽、氧、碳三個元素的原子數比例。再透過 XRF 螢光頻譜能量與擬合曲線，定出的單位面積氧沉積量，並與 XPS 的氧原子數比例做連結，即可換算出其他元素的質量。

矽晶球表層質量量測技術主要分為三個部分：

步驟 1: 量測 SiO₂ 標準試片的螢光頻譜訊號(XRF)，利用 Sherman's equation 建立氧沉積量與 O/Si 積分強比值的擬合曲線。

XRF(X-ray 螢光頻譜)以 X 光激發源照射待分析樣品，樣品中的元素之內層電子被擊出後，由外層電子來補足內層電子的空缺，並放出螢光，螢光由電子能階躍遷而來，因此為特定之波長，又稱為特徵光譜，不同的元素會放射出各自的特徵 X 光，具有不同的能量或波長特性，可用以分析樣品中的元素組成與含量。透過量測五個不同厚度的 SiO₂ 標準試片(2 nm、4 nm、6 nm、8 nm、10 nm)之單位面積氧沉積量與 Si K_α 與 O K_α 的積分強度，利用 Sherman's equation 擬合氧沉積量與強度比值的線性關係：

$$md_O = -\frac{G}{\mu_{tot}} \ln(1 - C_0 R_{OSi} \mu_{tot}) \quad (4-15)$$

md_O : 單位面積的氧沉積量(ng/cm^2)，由德國同步輻射 BESSY II 的無參考 X 光螢光頻譜技術定出

G : 幾何參數，與入射角與出射角相關，在此種入射幾何下= 1

R_{OSi} : Si K_α 與 O K_α 的積分強度比值

μ_{tot} : 吸收係數(Total Mass Attenuation Coefficient)，此樣品為 7292 cm^2/g

利用擬合軟體解出校正因子(Calibration Factor, C_0)，再以此擬合曲線作為矽晶球表層氧質量的參考。以下為不同厚度的參考試片所量到的矽與氧的比值：

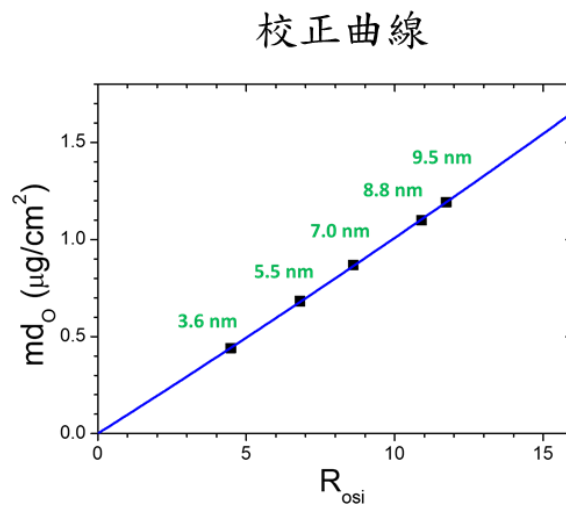
表 4-12、利用整合式 XRF XPS 系統所量測之標準試片 O/Si 比值

厚度	氧沉積量MD(g/cm^2)	O/Si 比值
10 nm	1.1919E-06	11.111
8 nm	1.0998E-06	10.344
6 nm	8.6849E-07	8.221
4 nm	6.8226E-07	6.526
2 nm	4.3949E-07	4.275

以下是擬合的結果，如圖 4-95。其中，以 Calibration Factor $C_0 = 1.049 \times 10^{-7}$ ，所建立的 Sherman's equation 可表示為：

$$md_o = -\frac{1}{7292} \ln(1 - R_{osi} \times 1.049 \times 10^{-7} \times 7292) \quad (4-16)$$

矽晶球的 XRF 頻譜，即可藉由此參考曲線，透過整合式 XRF XPS 系統量測之 R_{osi} ($Si K\alpha$ 與 $O K\alpha$ 的積分強度比值) 決定矽晶球表層的氧沉積量。



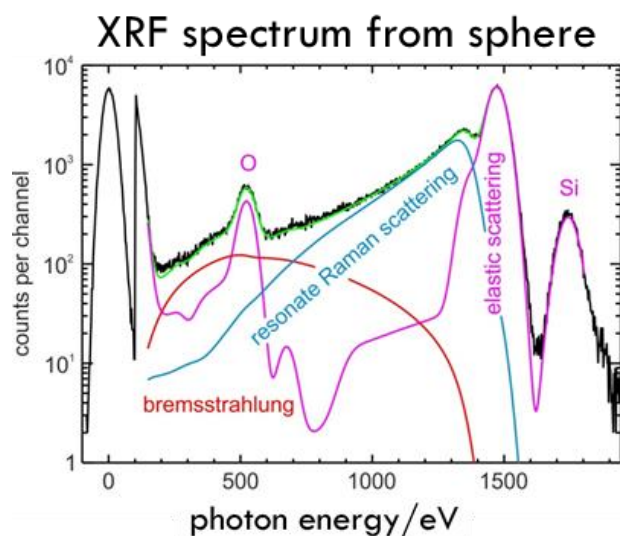
→ 擬合結果

	Value	Standard Error
C_0	1.049E-07	5.37E-10

圖 4-95、單位面積氧沉積量(g/cm^2)與 XRF O/Si 強度比值的線性擬合

步驟 2:量測矽晶球表層的 XRF 螢光頻譜，並以步驟 1 建立之擬合曲線做為參考，以內插法訂定矽晶球表面之氧沉積量。

量測到的矽晶球 X 光螢光頻譜，如下圖 4-96，需要針對背景值做修正，而修正的依據來自於螢光頻譜偵測器 Silicon Drift Detector (SDD) 對不同能量的接收效率而定。除此之外，亦須考慮電子撞擊鋁 (Al) 靶材之後，減速放出的連續光譜-制動輻射 (bremsstrahlung)，以及 X 光與樣品交互作用所產生的非彈性散射 (Resonant Raman Scattering)，才能精確的定出 O 與 Si 的強度比值。



Photon Energy (keV)：光子能量 (千電子伏特)；
count per channel：每頻道計數值。

圖 4-96、矽晶球的 X 光螢光頻譜數據

圖 4-96 的數據擬合結果顯示，矽晶球表面的 O/Si 比值為 1.0563，藉由內插法代入利用標準試片擬合的 Sherman's equation，可以得到矽晶球每單位面積的氧沉積量為 110.9 ng/cm^2 ，如圖 4-97 中藍色的箭頭處指出了矽晶球之 XRF 訊號強度所對應之氧沉積量。

校正曲線

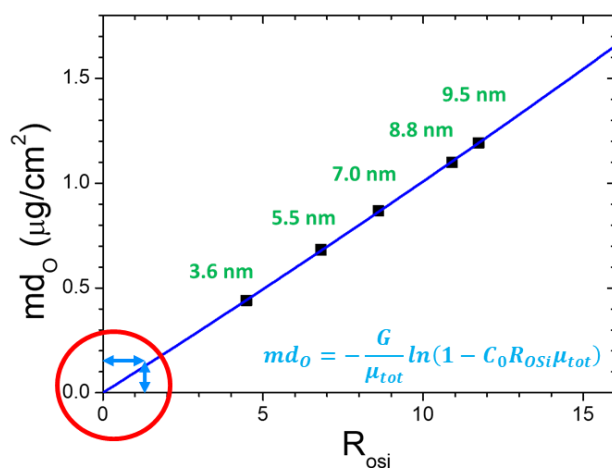


圖 4-97、矽晶球在擬合曲線中的對應氧沉積量

由於此數據為 PTB 整合式 XPS XRF 表層質量量測系統之量測結果，因此不確定度考量該量測系統之再現性 (Reproducibility)、PTB 同步輻射 BESSY II 利用無參考螢光頻譜法量測之二氧化矽標準試片之單位面積氧沉積量 (ng/cm^2) 不確定度以及依據我們自行建置的螢光頻譜擬合結果與量測數據之間的不確定度進行評估，結果如下表 4-13 所示：

表 4-13、XRF 不確定度來源列表

XRF 不確定度來源列表		
Reproducibility	2.0 % (from Braunschweig)	XPS XRF 表層量測系統量測再現性
Calibration sample	8.0 % (from PTB BESSY II)	PTB 同步輻射無參考 X 射線頻譜技術訂定 SiO ₂ 參考試片之氧沉積量的不確定度
Spectrum unfolding (Fit)	3.5 %	以高斯分布擬合出 O K α 與 Si K α 兩項積分強度的比值，擬合結果與量測結果之間的不確定度。
Combined standard uncertainty	8.96%	

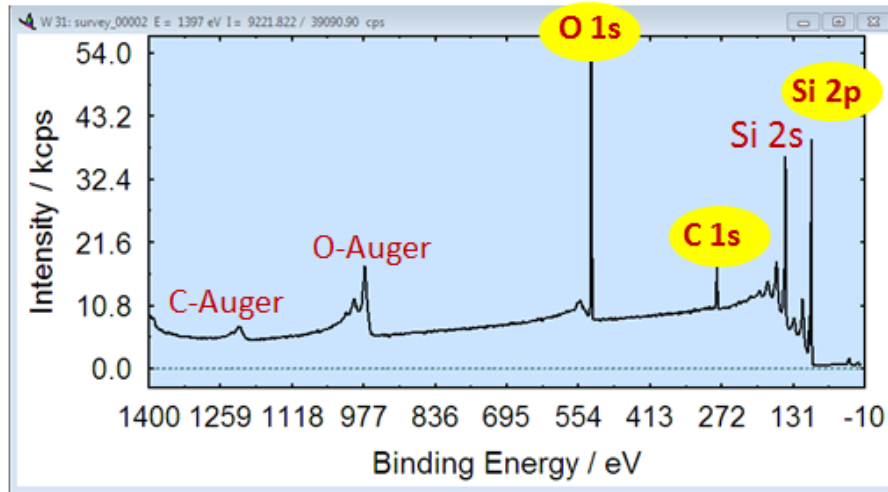
依據矽晶球表面的 O/Si 比值為 1.0563，藉由內插法代入利用標準試片擬合的 Sherman's equation，可以得到矽晶球每單位面積的氧沉積量為(110.9 ± 9.9) ng/cm²，相對標準不確定度為 8.96 %，此結果顯示 12 月之查核點矽晶球表層螢光頻譜擬合與分析技術建置，氧元素沉積質量相對標準不確定度 < 30% 已完成所訂定目標。

步驟 3:量測矽晶球 Si、O、C 三個元素的 X 光光電子頻譜(XPS)，並考慮光電子分析儀的 Transmission Function，計算上述三元素的光電子數比值，以求得三元素於表面含量的比例，最後以步驟 2 的 O 含量為基準，訂定出 Si 與 C 的含量。

XPS 的原理是束縛於原子之電子受到 X 光照射後，若入射 X 光光子能量 E_{photon} 大於電子之束縛能 $E_{binding}$ ，則電子可以脫離原子。而 XPS 的分析儀(analyzer)收到光電子之後，可以由已知的入射光能量與電子之動能 $E_{kinetic}$ 回推至電子束縛能，來推測電子所屬的原子種類與能階，公式如下所示：

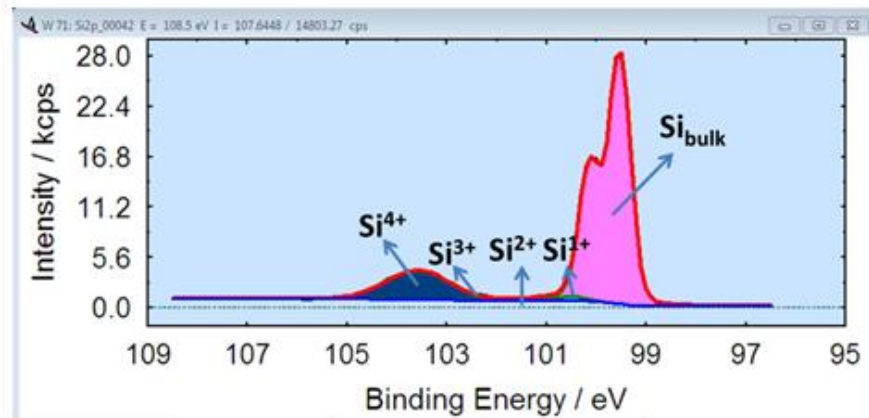
$$E_{binding} = E_{photon} - (E_{kinetic} + \varphi) \quad (4-17)$$

下圖 4-98 是大範圍的 XPS 能量掃描結果，可以用來確立個元素間大致上的含量比值，還有相對的能量關係，在矽晶球表層質量的分析，所關注的是 O 1s、C 1s 以及 Si 2p，而能量參考基準是 Si 2p 的束縛能修正為 99.5 eV，其他元素亦是平移相同的能量。而 O 1s、C 1s 以及 Si 2p 的細部結構，不同價數的原子組成則是針對單一元素擷取數據來計算積分強度(光電子數含量)。



Binding Energy / eV : 鍵結能量 / 電子伏特 ;
Intensity / kcps : 強度 / 每秒千計數值。

圖 4-98、矽晶球的大範圍 XPS 光電子頻譜量測結果



Binding Energy / eV : 鍵結能量 / 電子伏特 ;
Intensity / kcps : 強度 / 每秒千計數值。

圖 4-99、Si 2p XPS 數據

圖 4-99 為 Si 2p 的光電子頻譜，其中強度最強的來源是 Si 塊材，來自矽晶球內部，與表層的氧化物無關，因此不列入表層質量的計算。而強度第二的訊號來自於 Si⁴⁺，即是 SiO₂ 的訊號，而中間三個小訊號則來自於 Si 的次級氧化物，例如：SiO、Si₂O₃... 等，在定量過程中皆須列入計算，並利用 XPS 分析軟體計算不同價數 Si¹⁺、Si²⁺、Si³⁺ 與 Si⁴⁺ 氧化物的積分強度。在取得 Si、O、C 三個元素的光電子頻譜積分強度後，由於擷取 XPS 訊號之能量分析儀，對各能量區間之反應不同，因此需要將此積分強度歸一化才能制定出三個元素含量之比值。

$$I'_{jA} = \frac{I_{jA}}{\sigma_{jA} \cdot \lambda(KE) \cdot T(KE)} \quad (4-18)$$

I_{jA} : 元素 A，第 j 個光電子的積分強度

σ : 原子吸收截面(Cross-Section)

λ : 光電子非彈性平均自由徑(Inelastic Mean Free Path of the Photoelectron)

T : 透射函數(Transmission Function)

由計算結果可以得到 Si、C、O 的組成百分比，接著以 XRF 所制定的矽晶球表層氧沉積量與 Si、C 之間的比例求出 Si、C 之質量。首先將單位面積的氧沉積質量換算成每單位面積的氧原子數，如下所示：

$$\text{每單位面積 O 原子數} = \frac{\text{單位面積氧沉積量}}{\text{氧原子量}} \times \text{亞佛加厥常數}$$

再利用 Si 與 O 以及 C 與 O 的百分比 c_{Si} 、 c_C 、 c_O 計算 Si 原子與 C 原子的數量，再轉換成 Si 與 C 在矽晶球表面的質量 md_{Si} 與 md_C ：

$$md_{O+Si} = md_O + md_O \cdot \frac{m_{Si28} c_{Si}}{m_O c_O} \quad (4-19)$$

$$md_C = md_C \cdot \frac{m_C c_C}{m_O c_O} \quad (4-20)$$

最後再將每單位面積各元素的質量，乘上矽晶球的總表面積 275.96 cm^2 ，即可計算出各元素在矽晶球表面的總質量。

五、本計畫績效指標與產業效益

(一) 績效指標表

編號	績效指標項目	預定目標值	目前達成值	說明
A	論文	3	3	<p>完成 3 篇論文報告，名稱如下：</p> <ul style="list-style-type: none"> • SI 基本單位的重新定義 • 以質量比較校正技術量測不鏽鋼法碼之吸附效應 • 使用整合式 X 射線螢光與光電子頻譜量測矽晶球表層質量組成
B	研究團隊養成	2	2	<ul style="list-style-type: none"> • 完成 2 個研究團隊養成，計畫執行至今已建立各技術相對應之執行團隊，包含真空質量導引技術團隊(6 位成員)與表層質量量測技術團隊(5 位成員)
C	博碩士培育	4	4	<ul style="list-style-type: none"> • 完成 4 位博碩士培育，包含一博士級與三碩士級共三位實習生協助 XRF XPS 表層質量量測技術建置之相關工作執行，包含無參考 XRF 量測技術、SDD 頻率響應函數模擬、矽晶球 XRF 頻譜分析與擬合等量測原理文獻研讀、硬體架構設計與繪圖，以及真空控制邏輯電路分析等。
D	研究報告	6	7	<p>完成 7 篇研究報告，名稱如下：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 大氣-真空質量導引:建立新公斤追溯 • 新質量標準實驗室環境要求與建置報告 • 整合式 X 射線螢光與光電子頻譜表層質量量測技術:量測原理與系統設計 • 質量原級標準矽晶球清洗標準程序 • SI 新定義標準傳遞技術建立之國際合作研究報告 • PTB 客座研究報告-原級矽晶球標準建置 • PTB 客座研究-新 SI:矽晶球表層質量量測與分析技術
E	辦理學術活動	1	1	<ul style="list-style-type: none"> • 10/24 辦理完成一場技術論壇活動
-	新技術建立	2	2	<p>完成以下 2 技術建立：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 公斤標準真空至大氣導引技術 • 整合式 X 光螢光與光電子頻譜表層質量量測技術
-	與國際機構合作	2	2	<ul style="list-style-type: none"> • 分別與德國 PTB 及英國 NPL 進行國際合作交流，並已分別與兩單位簽訂知識移轉合約與德國 PTB 之合約內容包含協助建立新質量標準系統，提供系統設計

編號	績效指標項目	預定目標值	目前達成值	說明
				圖面，交流技術資訊及系統量測結果，並將研究成果共同發表學術期刊等。與英國 NPL 之合約內容則包括聲學氣體溫度計架構、實務、操作引導，熱力學溫度量測技術諮詢等。
-	辦理說明會活動	0	3	• 於 6/22、6/26 及 7/9 分別在臺中、臺北、高雄完成 3 場國際單位制(SI)新計量標準說明會

(二) 產業效益說明

為維持計量主權完整之計量基磐，確保我國計量標準自主追溯至 SI 基本單位，NML 及時因應建立符合 SI 基本單位新定義之質量標準，與國際同步實行 4 項 SI 單位重新定義，建立我國最高追溯標準，以維持國家標準與國際一致，維護產業權益。完成自主原級矽晶球質量標準建置後，公斤標準可直接透過基本物理常數實現，確保國內質量與其相關量量測之國際等同性。藉由質量新定義所建立之高解析、高精確度之質量量測技術，提供尖端科技產業，如半導體奈米前瞻製程中之微粒、不純物量測校正所需之參考標準。此外，矽晶球表層質量量測技術建立，亦可應用半導體製程各層薄膜表面品質監控(例如，不同原子的表面摻雜)，其檢測技術之發展，亦可協助我國檢測產業提升表面品質檢測設備之製作能力。

透過 SI 新標準之建置，以公正第三者角色提供標準量值至產業，確保國家研發與生產製造等活動之量測一致性及準確性。持續維持 CIPM MRA 之有效性，使全國認證基金會(TAF)認證之 2000 家企業所屬實驗室每年超過 600 萬份以上的產品檢測報告得以與國際接軌，避免可能的技術性貿易障礙。此外，結合 TAF 認證資源協助產業外銷，使我國外銷產品可以一次檢測、通行全球，節省再檢之成本與風險，強化競爭力。

新質量標準之及時建置，將可持續維持我國已登錄於國際度量衡局校正與量測能量(CMC)資料庫中 28 項與質量相關之國家量測標準有效性，確保國家自主計量標準。

六、本計畫整體進度

計畫執行		經費使用		人力運用	
預定進度(%)	實際執行(%)	總支用數(千元)	經費使用率(%)	預定執行	實際執行
100 %	100 %	78,464.750	99.6 %	67 人月	66.05 人月

計畫經費、人力運用與工作匹配情形說明：

本計畫之達成情形皆與計畫書規劃相符。本計畫總體經費動支率為 99.6%，其中經常門經費動支率為 100%；資本門經費動支率為 99.5%，係因矽晶球與德國 PTB 購置並以歐元計價，故受匯率波動影響，結餘新台幣 335,250 元。人力運用部分，計畫規劃執行人力為 67 人月，實際執行人力為 66.05 人月，執行率為 98.6%。詳細經費及人力運用情形請參考“八、本計畫經費、人力應用情形”。

七、本計畫技術擴散與重要活動

(一)國際單位制(SI)新計量標準說明會

本計畫分別於 6/22(五)、6/26(二)及 7/09(一)三天，在臺中、臺北及高雄辦理國際單位制(SI)新計量標準說明會，3 場說明會共有 250 位業界先進與會。本說明會分別針對國際 SI 發展趨勢、我國因應方式與做法、產業可能產生之影響及 NML 規畫建置四項 SI 新定義計量標準及後續可提供之校正服務做進行說明。三場說明會共有超過 250 位業者與會，廠商皆是 NML 送校客戶。會中業者相當關心 NML 新標準建置完成時程，及新標準建置完成後，廠商所有之校正報告效期是否還有效用、是否需重新送校、新溫度在高溫範圍的不確定度等問題，講師於現場一一回覆，回覆說明如下表 7-1。同時，廠商也對國家度量衡實驗室在 SI 新標準與國際接軌之努力給予正面支持與評價。

表 7-1、說明會與會業者之提問與回覆

業者問題	回覆說明
NML 新標準建置完成時程為何?	4 項新標準建置預計 108.06 可完成，但後續仍需完成系統評估、國際比對等工作。
新標準建置所需之經費是否已爭取到?	整體經費需求為 5.14 億元，目前均已爭取到位，分別由 5 個計畫執行。
新標準建置完成後，廠商所有之校正報告效期:是否還有效用；是否需重新送校?	新標準建置完成後，所有以前的校正報告在報告有效期間內，且在校正周期內，均仍有效用，不需重新送校。
建議新增新電流及新物質量於說明會(台北場)	已於最後一場高雄說明會(7/9)新增新電流及新物質量的內容。
新溫度高溫範圍的不確定度是多少，希望可滿足業者需求	高溫範圍的不確定度目前預估為(0.9 ~ 7.0) °C，可滿足業者需求，但後續仍會繼續努力降低系統不確定度。



圖 7-1、3 場說明會活動現場(由左至右分別為台中、台北、高雄場)

(二)SI 質量新標準—矽晶球歡迎儀式記者會暨技術研討會(含滿意度調查)

為確保我國質量標準追溯不受新定義實施，間接波及產業的影響，國家度量衡標準實驗室在經濟部標準檢驗局的支持下，積極進行新質量標準系統之建置，採用 X 射線晶體密度法(X-ray Crystal Density method, XRCD method)作為新公斤定義之實現方法，特於 10/24 日在新竹舉辦「SI 質量新標準-矽晶球歡迎儀式暨技術研討會」，宣布臺灣接軌國際，將投入全球最新的矽晶球法實現公斤新定義，並由德國聯邦物理技術研究院院長 Joachim H. Ullrich 親自來台遞交此新公斤質量傳遞的關鍵矽晶球，象徵開始新定義的里程碑。

本研討會邀請到技術引進之德國聯邦物理技術研究院(PTB)的院長蒞臨，由德方介紹 X 射線晶體密度法；工研院量測技術發展中心說明國家質量實驗室的準備；同時，邀請到國立清華大學物理系主任余怡德教授，介紹前瞻量子科技，一窺量子計量的世界。並宣告國家度量衡標準實驗室於 2019 年 5 月 20 日起正式施行 New SI 時，將採用矽晶球法直接實現以普朗克常數 h 重新定義之質量單位「公斤」，德製矽晶球日後將取代成為我國最原級質量標準，以確保公斤數值之穩定性，使臺灣的質量標準與世界各國一致。下表 7-2 為活動當日之議程，圖 7-2 為貴賓合影留念，由右至左為德國聯邦物理技術研究院(PTB) Prof. Dr. Frank Härtig、國家度量衡標準實驗室林增耀主任、財團法人工業技術研究院劉文雄院長、德國聯邦物理技術研究院(PTB)Prof. Joachim Ullrich 院長、經濟部標準檢驗局劉明忠局長、經濟部標準檢驗局陳玲慧副局長。

表 7-2、10/24 研討會議程

時間	說明	負責人
09:30-10:00	報到	
* 記者會 *		
10:00-10:05	主席開場	林增耀主任
10:05-10:30	貴賓致詞	
10:30-10:40	迎接矽晶球	德國聯邦物理技術研究院 工研院量測中心
10:40-11:00	記者採訪／休息	
* 技術交流研討會 *		
11:00-11:20	Introduction of XRCD kg realization and newly progress on redefinition 以 X 射線晶體密度法實現新公斤定義 (英語介紹)	Prof. Dr. Frank Härtig PTB, Germany 德國聯邦物理技術研究院
11:20-11:40	Introduction of the establishment and dissemination of New kg standards 新公斤標準的建立與擴散	陳生瑞室主任 工研院量測中心

時間	說明	負責人
11:40-12:00	從前瞻量子科技看量子計量標準	余怡德教授 清華大學物理系主任
12:00-12:30	技術交流	姚斌誠經理 工研院量測中心
12:30	散會	



圖 7-2、貴賓合影留念

另計畫亦藉由研討會的舉辦，除廣宣 SI 新質量標準建置之成果外，也蒐集廠商需求以為研討會後續辦理與計畫規劃之參考。本計畫研討會滿意度調查主要分四個面相進行資訊蒐集：

- (1) 活動內容規劃滿意度。包括課程安排滿意度、實用性滿意度、對參加者工作發展的協助、教材講義滿意度等。
- (2) 講師專業技能。包括講師授課滿意度、教材內容上課時段滿意度、專業學能與課程搭配滿意度、講授態度及敬業精神與教具輔助設施使用滿意度。
- (3) 培訓單位滿意度。包括培訓單位整體規劃及作業滿意度、服務人員態度滿意度及行政支援滿意度(場地、餐點、會場設施等)。
- (4) 綜合評價。包括訓練收穫滿意度及訓練的綜合評價。

本活動計有 115 家等位專業人士參與。本研討會有效問卷 38 份。在課程(內容)方面滿意度皆為 4.6 分，接近非常滿意；在講師方面滿意度為 4.7 分；在培訓單位辦理活動滿意度為 4.7 分；而在綜合意見部分滿意度為 4.8 分。整體而言，在各面向的滿意度皆接近滿分，顯示本次活動規畫及辦理相當成功。

一、課程(內容)方面:

項次 計分	1.課程安排滿意度	2.課程實用滿意度	3.對工作發展的協助	4.教材安排滿意度	5.時數安排滿意度	平均
平均數	4.6	4.6	4.6	4.7	4.7	4.6
有效數	38	38	38	38	38	
備註	非常滿意 5 分、滿意 4 分、尚稱滿意 3 分、不太滿意 2 分、很不滿意 1 分，以此準則及問卷有效數作為各項次平均計分標準。					

二、講師方面:

項次 計分	1.授課方式滿意度	2.準備教材內容及上課時段滿意度	3.專業學能與本課程搭配滿意度	4.講授態度及敬業精神	5.教具使用方法滿意度	平均
平均數	4.7	4.8	4.7	4.7	4.7	4.7
有效數	38	38	38	38	38	
備註	非常滿意 5 分、滿意 4 分、尚稱滿意 3 分、不太滿意 2 分、很不滿意 1 分，以此準則及問卷有效數作為各項次平均計分標準。					

三、培訓單位方面:

項次 計分	1.培訓單位整體規劃及作業的滿意度	2.服務人員服務態度的滿意度	3.行政支援滿意度(場地、餐點、設施等)	平均
平均數	4.7	4.7	4.7	4.7
有效數	38	38	38	
備註	非常滿意 5 分、滿意 4 分、尚稱滿意 3 分、不太滿意 2 分、很不滿意 1 分，以此準則及問卷有效數作為各項次平均計分標準。			

四、綜合意見:

項次 計分	1.訓練收獲的滿意	2.訓練的綜合評價	平均
平均數	4.7	4.8	4.8
有效數	38	38	
備註	非常滿意 5 分、滿意 4 分、尚稱滿意 3 分、不太滿意 2 分、很不滿意 1 分，以此準則及問卷有效數作為各項次平均計分標準。		

八、本計畫經費、人力應用情形

歲出計畫與預算實施狀況表（甲）
中華民國107年2月12日起至107年12月10日止

執行單位：工業技術研究院量測技術發展中心

計畫名稱：國際基本單位SI新標準建置計畫-新質量標準建置（I）

單位：新台幣元

分項計畫名稱	本年度 預算數	累計分配 預算數(1)	累計實支數 (2)	預付款 (3)	應付數 (4)	保留數 (5)	合計(6)=(2)+(3) +(4)+(5)	執行率% (6)÷(1)	備註
國際基本單位SI新標準建置 計畫-新質量標準建置（I）	78,800,000	78,800,000	78,464,750	0	0	0	78,464,750	99.6	
合計	78,800,000	78,800,000	78,464,750	0	0	0	78,464,750	99.6	

註：本計畫總體經費動支率為 99.6 %，其中經常門經費動支率為 100 %；資本門經費動支率為 99.5 %，係因矽晶球與德國 PTB 購置並以歐元計價，故受匯率波動影響，結餘新台幣 335,250 元。

歲出計畫與預算實施狀況表(乙)

中華民國107年2月12日起至107年12月10日止

執行單位：工業技術研究院量測技術發展中心

計畫名稱：國際基本單位SI新標準建置計畫-新質量標準建置(I)

單位：新台幣元

科目	本年度 預算數	累計分配 預算數(1)	累計實支數 (2)	預付款 (3)	應付數 (4)	保留數 (5)	合計(6)=(2)+(3) +(4)+(5)	執行率% (6)÷(1)	備註
直接費用：									
直接薪資	6,144,000	6,144,000	6,144,000	0	0	0	6,144,000	100.0	
管理費用	1,474,000	1,474,000	1,474,000	0	0	0	1,474,000	100.0	
其他直接費用	7,109,000	7,109,000	7,109,000	0	0	0	7,109,000	100.0	
公 費	73,000	73,000	73,000	0	0	0	73,000	100.0	
經常門小計	14,800,000	14,800,000	14,800,000	0	0	0	14,800,000	100.0	
資本支出：									
其他直接費用	64,000,000	64,000,000	63,664,750	0	0	0	63,664,750	99.5	
資本支出小計	64,000,000	64,000,000	63,664,750	0	0	0	63,664,750	99.5	
合計	78,800,000	78,800,000	78,464,750	0	0	0	78,464,750	99.6	

註：本計畫總體經費動支率為 99.6 %，其中經常門經費動支率為 100 %；資本門經費動支率為 99.5 %，係因矽晶球與德國 PTB 購置並以歐元計價，故受匯率波動影響，結餘新台幣 335,250 元。

工 程 及 設 備 計 畫 執 行 狀 況 報 告 (甲)

自 107 年 2 月 12 日 至 107 年 12 月 10 日

單位：工業技術研究院量測技術發展中心

單位：新台幣元

計畫名稱：國際基本單位 SI 新標準建置計畫-新質量標準建置 (I)

工 程 或 採 購 項 目 名 稱	預 算 數	訂 約 日 期	預 定 完 成 日 期	(付款)進度%		合 約 金 額	已 付 款 金 額	已 付 款 佔 合 約 金 額 %	未 付 款 金 額	未 付 款 佔 合 約 金 額 %	備 註
				預 定	實 際						
高度純化矽 28 矽晶球 原級質量標準	36,000,000	107/02/ 27	107/11/ 30			35,664,750	35,664,750	100	0	0	
真空相容公斤質量 比較儀	28,000,000	107/03/ 29	107/09/ 25			28,000,000	28,000,000	100	0	0	
合計	64,000,000					63,664,750	63,664,750	100	0	0	

註：1.本年度及以前年度保留款金額達十分之一以上者（含），均應按計畫逐一填列。

2.支用數未達分配百分之八十者，應詳細說明落後原因。

人力運用情形一覽表

自 107 年 2 月 12 日至 107 年 12 月 10 日

單位：工業技術研究院量測技術發展中心

單位：人月

計畫名稱：國際基本單位 SI 新標準建置計畫-新質量標準建置 (I)

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	
107	預計	32	14	21	-	-	26	35	6	-	-	67
	實際	31.18	18.47	16.40	-	-	24.24	36.48	5.33	-	-	66.05

註：人力職級編列標準依據「經濟部及所屬機關委辦計畫預算編列基準」相關規定。

九、本計畫出國情形一覽表

國際基本單位 SI 新標準建置計畫-新質量標準建置(I)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	在本研究擔任之工作	對本研究之助益	計畫書項次
無							

長期訓練

出差性質	主要內容	出差機構/國家	期間	參加人員姓名	在本研究擔任之工作	對本研究之助益	計畫書項次
國際合作研究	進行矽晶球原級質量標準技術之國際合作研究，包含：矽晶球清洗、X光於矽晶球表面質量之量測與數據擬合、矽晶球表層質量之量測不確定度評估。	德國聯邦物理技術研究院(PTB)/德國	2018.3.12~2018.6.7	吳玉忻	XRF XPS 矽晶球表層質量量測技術建置	<ol style="list-style-type: none"> 1. 瞭解 XRF XPS 量測系統軟體架構、矽晶球表層質量量測流程與表層各元素定量分析方法，以加速建立我國質量新定義之標準系統。 2. 瞭解目前國外實驗室的質量校正程序及技術，以幫助並提升國內質量校正的技術。 	1
國際合作研究	進行 SI 新標準定義傳遞技術建立之國際合作研究，由於質量量測易受溫度之影響，故此次合作主要是著眼於溫度的準確量測	英國國家物理實驗室(NPL)/英國	2018.03.17~2018.05.06	蔡淑妃	SI 新標準定義傳遞技術建置	<ol style="list-style-type: none"> 1. 瞭解 NPL 在新標準(質量與溫度)的技術發展與規劃。 2. 瞭解 NPL 在聲學氣體溫度計的量測程序，提升 NML 溫度量測標準技術。 3. 瞭解目前國外實驗室的熱力學溫度量測技術，以幫助並提升 NML 熱力學溫度量測技術。 	2

十、本計畫論文一覽表

項次	論文名稱	發表日期	技資編號	期刊/會議名稱	作者	國家	頁數
1	SI 基本單位的重新定義	20181001	075A70072	科學月刊	吳玉忻,陳士芳,蔡淑妃,劉信旺	中華民國	6
2	以質量比較校正技術量測不鏽鋼法碼之吸附效應	20181116	075A70090	中國材料材料學會 107 年會	曹琳、陳思絮、陳生瑞	中華民國	2
3	使用整合式 X 射線螢光與光電子頻譜量測矽晶球表層質量組成	20181208	075A70143	中國化學年會	吳玉忻、曹琳、陳生瑞	中華民國	3

十一、本計畫研究報告一覽表

項次	資料名稱	產出日期	技資編號	語言	列管等級	作者	頁數
1	SI 新定義標準傳遞技術建立之國際合作研究報告	20181106	073A70160	中文	機密級	蔡淑妃	25
2	大氣-真空質量導引; 建立新公斤追溯	20181121	073A70083	中文	非機密資料	曹琳,陳思絮	14
3	PTB 客座研究報告-原級矽晶球標準建置	20180628	073A70071	中文	非機密資料	曹琳	54
4	質量原級標準矽晶球清洗標準程序	20180515	073A70051	中文	非機密資料	段靜芬,曹琳,陳思絮	10
5	PTB 客座研究-新 SI: 矽晶球表層質量量測與分析技術	20180628	073A70085	中文	非機密資料	吳玉忻	51
6	新質量標準實驗室環境要求與建置報告	20181121	073A70174	中文	非機密資料	吳忠霖,段靜芬,陳思絮,曹琳,柯心怡,崔廣義,洪辰昀,陳生瑞	26
7	矽晶球表層螢光頻譜擬合與分析技術	20181205	073A70182	中文	非機密資料	吳玉忻	17

十二、本計畫研討會/說明會一覽表

項次	研討會名稱	日期	舉辦地點	參加人數	備註
1	國際單位制(SI)新計量標準說明會(臺中)	20180622	臺中	71	
2	國際單位制(SI)新計量標準說明會(臺北)	20180626	臺北	114	
3	國際單位制(SI)新計量標準說明會(高雄)	20180709	高雄	65	

項次	研討會名稱	日期	舉辦地點	參加人數	備註
4	SI 質量新標準－矽晶球歡迎儀式記者會暨技術研討會	20181024	新竹	115	

附件一、設備驗收報告

(一) 高純度化矽 28 矽晶球原級質量標準

新質量標準建置所購買之“高純度化矽 28 矽晶球原級質量標準”於 10 月 24 日到貨，驗收報告如下所示。

附件一

驗收規格及測試檢驗結果對照一覽表

生效日期：20060801

品名：高度純化矽 28 矽晶球原級質量標準

採購單號：3000542705 文件日期：107 年 11 月 09 日

項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告等方式獲得的數值)	合格/不合格 (判定是否合格)	備考 (附註說明)
一. 矽 28 高度純化之 1kg 標稱質量矽晶球 1 顆 (請見附圖 1、2)。按 CCM Recommendation G1(2017)，訂定質量相對標準不確定度之允收標準為 $\leq 5 \times 10^{-8}$ 。"ITRI 與 PTB 雙方合約" Realization of the Mass Unit Kilogram" 中也依此訂定矽晶球質量校正結果為各項參數允收與否之表見證據 (prima facie evidence)。				
1.	質量相對標準不確定度 $\leq 5 \times 10^{-8}$	2.5×10^{-8}	合格	由附圖 7 矽晶球質量校正結果，得質量相對標準不確定度為 2.5×10^{-8}
2.	同位素純度 > 99.997%	99.9985502(80) % 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-09-27, calibration mark: PTB-MC-ICP-MS_Si28-31Pr11	合格	附圖 3
3.	不圓度 (RONt) < 50nm	(25.0 ± 2.3) nm 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: PTB-541-181018	合格	附圖 4
4.	表面粗糙度 < 0.5nm	(0.196 ± 0.024) nm 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: 50610-PTB-18	合格	附圖 5
5.	球體交付將含以下校正證書	球體交付已提供校正證書	合格	
(1)	莫耳質量，相對標準不確定度 < 0.005ppm	0.0015 ppm 計算方式如下： $0.000000084/2/27.97694126=0.0015$ ppm 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-09-27, calibration mark: PTB-MC-ICP-MS_Si28-31Pr11	合格	附圖 3
(2)	體積，相對標準不確定度 < 0.01ppm	0.0197 ppm 計算方式如下： $0.000017/2/431.055514=0.0197$	合格	依矽晶球整體質量相對標準不確定度(附圖 7)

		ppm 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: PTB-541-181018		2.5×10^{-8} 符合計劃目標，符合合約內容。
(3)	氧化層質量, 標準不確定度 <10 μ g	6.8 μ g 報告資訊：Report dated 2018-10-19 Reference No.: {1.81-18.039}	合格	附圖 8
(4)	碳濃度, 標準不確定度 <0.3 $\times 10^{15}$ cm ⁻³	十組樣品所得平均值為 0.13 $\times 10^{15}$ cm ⁻³ 報告資訊：Test Report dated 2018-10-01, test mark: PTB-FT-IR	合格	附圖 9
二. 二級矽晶球 1 顆：實際交付物品為規格更高之準原級矽晶球 1 顆，請見附圖 10、11。				
1.	不圓度(RONt)<80nm	(40 \pm 4) nm 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-10-05, calibration mark: PTB-541-181005	合格	附圖 12
2.	表面粗糙度<1nm	(0.201 \pm 0.024) nm 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-10-17, calibration mark: 50609-PTB-18	合格	附圖 13
3.	擴充量測不確定度(k=2):50 μ g	50 μ g 報告資訊：Calibration Certificate dated 2018-10-18, calibration mark: PTB-11130 18	合格	附圖 14
4.	球體交付含質量校正證書	球體交付已含校正證書	合格	附圖 14
三. 玻璃球				
1.	玻璃球兩顆, 直徑約 93.7mm	實點玻璃球兩顆, 大小與矽晶球相當, 可置於矽晶球清洗專用架, 符合清洗練習之用。	合格	附圖 15、16
其他	其他項目經檢查均符合契約規範		合格	

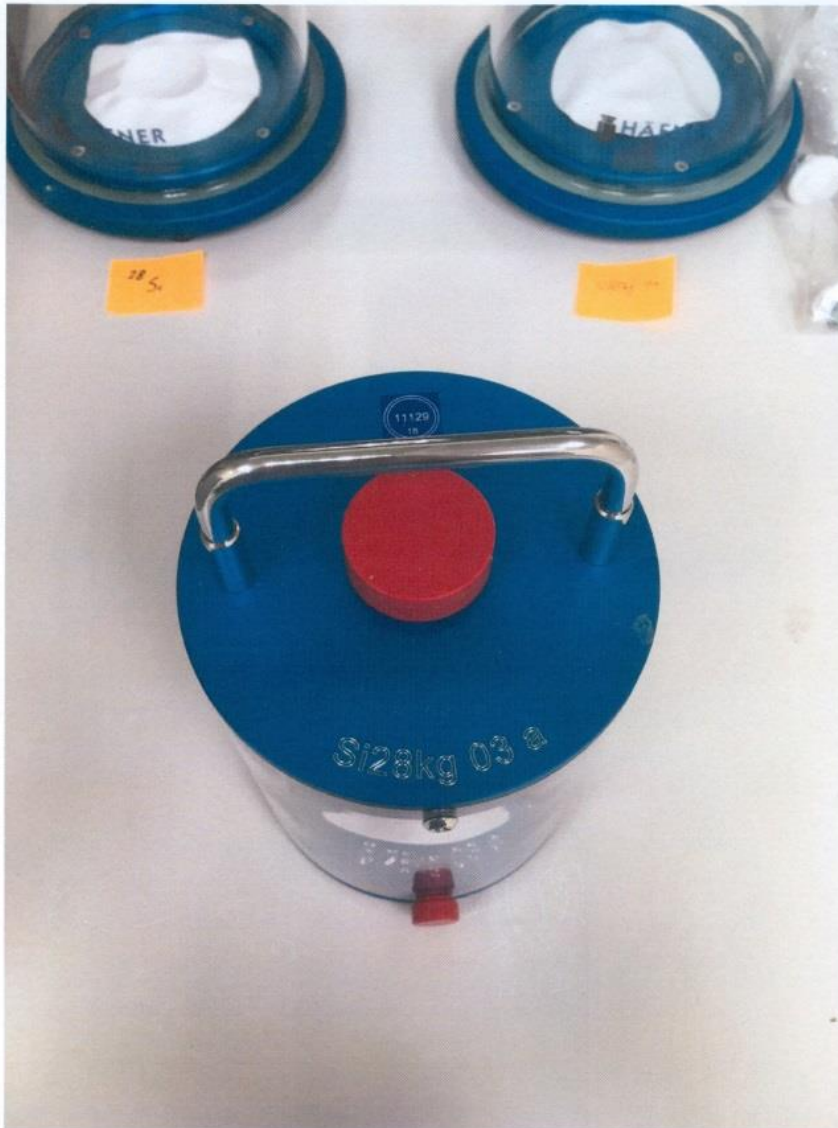
測試者簽認：

陳生瑞
107.11.12

主管簽認：

傅研貝
2018.11.12

14W0503-F-01



附圖 1. 矽 28 高度純化之 1kg 標稱質量矽晶球



附圖 2. 砂 28 高度純化之 1kg 標稱質量砂晶球

Results

Molar mass M and amount-of-substance fractions $x(^i\text{Si})$

sample	M	$x(^{28}\text{Si})$	$x(^{29}\text{Si})$	$x(^{30}\text{Si})$
	g/mol	mol/mol	mol/mol	mol/mol
Si28-31Pr11Q.4	27.976941260(84)	0.999985502(80)	0.000014264(78)	2.34(20)E-07

附圖 3. 莫耳分子量與同位素比例量測結果

Mittlerer Durchmesser Mean diameter	
Durchmesser bei $t = 20\text{ °C}$ in Vakuum diameter at $t = 20\text{ °C}$ in vacuum	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
93,722 715 0 mm	0,000 001 3 mm
Maximale Abweichung von der Rundheit (Radiuswert) peak to valley value for the radius	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
25,0 nm	2,3 nm

附圖 4. 球體直徑量測結果，真圓度為 25.0 nm。

Kalibrierergebnis

Der arithmetische Mittelwert der Flächenrauheit beträgt:

$$S_a = (0,196 \pm 0,024) \text{ nm}$$

Die angegebene Oberflächenrauheit wurde aus den Mittelwerten der Einzelmessungen ermittelt. Die Messungen 04 und 23 wurden nicht berücksichtigt (Kontamination).

Calibration result

The arithmetic mean value of the areal roughness is:

$$S_a = (0.196 \pm 0.024) \text{ nm}$$

The resulting surface roughness value was determined as the mean value of the measurement results. Measurements 04 and 23 were not considered (contamination).

附圖 5. 表面粗糙度量測結果。

Volumen
Volume

	Volumen volume	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
Vakuum/vacuum	431,055 514 cm ³	0,000 017 cm ³
Luft/air	431,055 119 cm ³	0,000 018 cm ³

附圖 6. 球體體積量測結果。

Masse
Mass

Nennwert nominal value	Kennzeichnung marking	Masse mass	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
1 kg	keine/none	1 kg + 78,41 mg	0,05 mg

附圖 7. 球體質量量測結果。

Messergebnisse
Measurement results

	Masse mass	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
Oxide layer	28,1 µg	6,8 µg
Carbon layer	6,6 µg	4,5 µg
Chemisorbed water layer	9,2 µg	3,6 µg
Total surface layer	43,9 µg	8,9 µg

附圖 8. 表層質量量測結果。

Table 2. Impurity concentration M of Carbon, Oxygen, Boron and Phosphorous in silicon highly enriched in ^{28}Si

Sample SIS-Code	N_C 10^{15} cm^{-3}	N_O 10^{16} cm^{-3}	N_B 10^{12} cm^{-3}	N_P 10^{12} cm^{-3}
SI28-31Pr11				
Part.N.2.1	(0.39 ± 0.25)	(0.14 ± 0.07)	(5.56 ± 0.68)	(0.82 ± 0.23)
Part.N.2.2	(0.33 ± 0.23)	≤ 0.14	(5.26 ± 0.58)	(0.74 ± 0.15)
Part.N.2.3	(0.35 ± 0.20)	≤ 0.14	(4.81 ± 0.50)	(0.66 ± 0.09)
Part.N.2.4	(0.30 ± 0.25)	(0.14 ± 0.08)	(5.41 ± 0.61)	(0.66 ± 0.17)
Part.Q.5.1	(1.79 ± 0.27)	(0.19 ± 0.07)	(4.81 ± 0.82)	(2.38 ± 0.43)
Part.Q.5.2	(2.82 ± 0.34)	(0.20 ± 0.07)	(4.81 ± 0.49)	(3.20 ± 0.32)
Part.Q.5.3	(2.05 ± 0.32)	(0.24 ± 0.10)	(5.11 ± 0.57)	(2.96 ± 0.32)
Part.Q.5.4	(1.54 ± 0.21)	(0.18 ± 0.08)	(4.81 ± 0.50)	(2.63 ± 0.27)
Part.Q.5.5	(1.41 ± 0.27)	(0.19 ± 0.07)	(4.21 ± 0.49)	(2.22 ± 0.26)
Part.Q.5.6	(1.22 ± 0.26)	(0.19 ± 0.08)	(4.66 ± 0.59)	(2.22 ± 0.29)

附圖 9. 矽晶球不純物量測結果，碳濃度(NC)之十組樣品平均值為 $(1.22 \pm 0.26) \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 。平均值計算方式為 $(0.39+0.33+0.35+0.30+1.79+2.82+2.05+1.54+1.41+1.22)/10 = 1.22$ ，平均值擴充不確定度計算方式為 $[(0.25^2+0.23^2+0.20^2+0.25^2+0.27^2+0.34^2+0.32^2+0.21^2+0.27^2+0.26^2)/10]^{0.5} = 0.26$ 。擴充不確定度除以涵蓋因子 $k=2$ 得標準不確定度為 $0.26/2=0.13$ 。



附圖 10. 準原級矽晶球



附圖 11. 平原風砂晶球

Mittlerer Durchmesser

Mean diameter

Durchmesser bei $t = 20\text{ °C}$ in Vakuum <i>diameter at $t = 20\text{ °C}$ in vacuum</i>	Unsicherheit <i>uncertainty</i> $k = 2$
93,600 085 mm	0,000 003 mm

Maximale Abweichung von der Rundheit (Radiuswert) <i>peak to valley value for the radius</i>	Unsicherheit <i>uncertainty</i> $k = 2$
40 nm	4 nm

附圖 12. 直徑量測結果

Kalibrierergebnis

Der arithmetische Mittelwert der
Flächenrauheit beträgt:

$$Sa = (0,201 \pm 0,024) \text{ nm}$$

Die angegebene Oberflächenrauheit wurde
aus den Mittelwerten der Einzelmessungen er-
mittelt. Die Messungen 16 und 25 wurden nicht
berücksichtigt (Kontamination).

Calibration result

The arithmetic mean value of the
areal roughness is:

$$Sa = (0.201 \pm 0.024) \text{ nm}$$

The resulting surface roughness value was deter-
mined as the mean value of the measurement re-
sults. Measurements 16 and 25 were not consid-
ered (contamination).

附圖 13. 表面粗糙度量測結果。

Masse
Mass

Nennwert nominal value	Kennzeichnung marking	Masse mass	Unsicherheit uncertainty $k = 2$
1 kg	keine/none	1 kg + 27,26 mg	0,05 mg

附圖 14. 質量量測結果，質量擴充不確定度為 $0.05 \text{ mg} = 50 \mu\text{g}$ 。



附圖 15. 置於矽晶球清洗架上之玻璃球。



附圖 16. 置於矽晶球清洗架上之玻璃球。

交貨通知

寄件者: 陳生瑞
收件者: 游雅淳
副本:
主旨: Re: 3000542705 - 高度純化砂28砂晶球原級質量標準

游小姐您好，

貨品已於 2018/10/23 全數到貨，規格與數量皆符合原合約所載內容。
並無相關出貨單可簽名回傳，相關文件為各參數之校正報告，不適合簽名回傳。
謝謝！

陳生瑞, Ph. D.
力學與醫學研究室
標準與精密計量技術發展組
工業技術研究院 量測技術發展中心
300 新竹市光復路二段 321 號 8 館 211 室
TEL: (03)5732912 FAX: (03)5724952

稽核未克出席

不派員出席RE:會議通知】敬請出席2018/11/12 09:00-10:00的「3000542705高度純化砂28砂晶球原級質量標準—驗收會議」，會議地點於 光復院區6館202室 - 陳錦鳳

寄件日期: 2018年11月12日 08:15
收件者: 周淑月

陳錦鳳敬上
電話 03-5912624

-----Original Message-----

From: 周淑月
Sent: Saturday, November 10, 2018 2:24 PM
To: 蔡冠群; 陳錦鳳; 范振富
Subject: 會議通知】敬請出席2018/11/12 09:00-10:00的「3000542705高度純化砂28砂晶球原級質量標準—驗收會議」，會議地點於 光復院區6館202室。

本案金額3600萬標檢局委辦計畫, 星期一上午9:00在光復6館202室開會提醒您出席

周淑月敬上
工研院行政處資材一部
30042 新竹市光復路二段321號3-4館101室
TEL: 03-5732303 Fax: 03-5753255

寄件者: 周淑月 [LenaSYChou@itri.org.tw]
寄件日期: 2018年11月08日 18:02
收件者: 魏瑜涵; 蔡冠群; 陳錦鳳; 范振富; 陳生瑞; 周淑月
副本: 魏芳容; 許美蓉; 張瑞芬; 傅尉恩
主旨: 【會議通知】敬請出席2018/11/12 09:00-10:00的「3000542705高度純化砂28砂晶球原級質量標準—驗收會議」，會議地點於 光復院區6館202室。

Dear 您好: 周淑月 於 2018/11/08 已安排如下會議, 敬請準時參加, 謝謝!

會議名稱: 3000542705高度純化砂28砂晶球原級質量標準—驗收會議
會議時間: 2018/11/12 09:00-10:00
會議地點: 光復院區6館202室
主席: 魏瑜涵
紀錄/聯絡人: 周淑月 分機: 32303
出席人員: 魏瑜涵; 蔡冠群; 陳錦鳳; 范振富; 陳生瑞;
列席人員:
副知人員: 魏芳容; 許美蓉; 張瑞芬; 傅尉恩;
會議安排者: 周淑月
備註:

契約金額: EUR1,000,000

採購金額: TWD36,000,000元

計劃代號: H407EA1110

與 PTB 簽定之矽晶球採購合約



Agreement

between

the Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig and Berlin, Bundesallee 100,
38116 Braunschweig, Germany

- hereinafter referred to as PTB -

and

Industrial Technology Research Institute, 195, Sec. 4, Chung Hsing Rd., Hsinchu, Taiwan
31040, R.O.C.

- hereinafter referred to as ITRI -

for

scientific cooperation in the area of
"Realization of the Mass Unit Kilogram"

Preamble

PTB is the National Metrology Institute of the Federal Republic of Germany, implementing Technical Cooperation projects on behalf of the Government of the Federal Republic of Germany.

Within the scope of its statutory tasks PTB carries out, among other things, research and development work in the field of the realization of the SI unit kilogram.

ITRI is a nonprofit R&D organization engaging in applied research and technical services.

The cooperation between the two parties will be aimed at optimizing the research and development tasks specified.

Section 1

Object of the cooperation

- (1) The parties agree to cooperate in the field of the future realization of the SI, especially in the field of the realization of the unit kilogram on the basis of the Planck constant using the x-ray crystal density method. The purpose of this cooperation is to generally promote and intensify research and development in the said field. The cooperation ("Cooperation") shall be focussed on:
 - A. Setup of a highly enriched ^{28}Si sphere of nominal mass of 1 kg as a mass standard. ("Project A") The details of Project A provided in SOW (as defined below).
 - B. Setup of a XRF/XPS apparatus at ITRI in order to characterize the silicon sphere surface layers. ("Project B")
 - C. Operating the XRF/XPS apparatus and analysing the measurement results. ("Project C") ("Project B" and "Project C" are hereinafter collectively to as "Research Project")

- (2) With their research cooperation, the parties pursue the following objectives, in particular:
- to provide the scientific bases for the realization of the SI unit kilogram;
 - to exchange scientific and technical information and measurement results;
 - to participate in bilateral comparisons;
 - to exchange samples and reference standards;
 - to exchange scientific experts;
 - to publish common scientific papers.
- (3) The distribution and details of the Cooperation to be performed is specified in the Statement of Work (hereinafter referred to as the "SOW") attached hereto as Annex to this Agreement.

Section 2 Implementation of the Cooperation

- (1) The Cooperation shall be carried out in fair cooperation on a basis of partnership.
- (2) Each party shall appoint a representative who will be responsible for the Research Project, in particular for the planning, organization, establishing of contacts and discussions in connection with the Research Project; they shall assume the responsibility for the scientific aspects of the Research Project.

ITRI appoints Ph. D. Sheng-Jui Chen,

PTB appoints Dr. Horst Bettin.

- (3) PTB shall deliver to ITRI the documentation and/or materials related to the XRF/XPS Surface Measurement System, including but not limited to parts lists, drawings, circuit diagrams, component mounting diagrams and board layout diagrams for the construction of a combined XRF/XPS Surface Measurement System before ITRI's scientists/employees first visit at PTB.
- (4) PTB shall provide the technical support and consulting service on the scope of work described in SOW (hereinafter referred to as the "Technical Support and Consulting Service")

Section 3 Finances

- (1) ITRI shall contribute an amount of 1.260.000 € to the expenses incurred by the PTB within the scope of the Cooperation. The amount shall be paid by ITRI in the following instalments:
- 200.000 € shall be paid on December 31, 2017;
 - 500.000 € shall be paid on March 30, 2018;
 - 60.000 € shall be paid on December 31, 2018;
 - 500.000 € shall be paid after ITRI's acceptance of the highly enriched ²⁸Si sphere. The criteria for ITRI'S acceptance declaration are described in the Annex.

PTB will issue corresponding invoices and send the invoices to ITRI.

- (2) All cost for taxes, customs fees and other possible dues connected with the Agreement are excluded in the estimated price and will be borne by ITRI. All payments will be done in EURO. Both Parties agree to cooperate in all respects necessary, including without limitation, executing and providing all required documentation, such as Power of Attorney, to take

advantage of any tax reduction or incentive as may be available in accordance with relevant tax laws of Republic of China and regulations.

- (3) Otherwise, each party shall bear the expenses it incurs with the implementation of the Cooperation.

Section 4 Property rights, findings, publications

- (1) The two parties will endeavour to publish the results for Cooperation made by the parties jointly on journals. Publications are to be coordinated; the Cooperation is to be clearly stated.
- (2) If patentable inventions and findings have been made by one party alone as a consequence of fulfilling the Cooperation, this party shall be entitled to exploit said invention or finding.
- (3) If patentable inventions and findings have been made by the parties jointly as a consequence of fulfilling the Cooperation (hereinafter referred to as the "Jointly Owned Foreground IP"), the parties shall settle the use, the application for protective rights, the exploitation and the employed inventor remuneration in the individual case and by mutual agreement considering the respective task-specific and statutory interests. The parties are agreed that these results and findings shall be exploited only jointly. In the event of licenses being granted, the royalties shall be shared among the parties in proportion to the share they have in the invention.

Section 5 Confidentiality

- (1) Both parties agree to keep in confidence and not disclose to others all knowledge, information and data furnished to either (hereinafter referred to as "the receiving party") by the other party (hereinafter referred to as "the disclosing party") and claimed by the disclosing party to be confidential or proprietary (hereinafter referred to as "Confidential Information"), provided that such Confidential Information shall be given in writing or, if oral, be reduced to writing within thirty (30) days and such writing shall be marked to indicate the claims of ownership and secrecy. All Confidential Information shall remain the property of the disclosing party. Without the disclosing party's prior written consent, the receiving party shall not reverse engineer, reverse assemble or de-compile any part of the Confidential Information and shall not disclose or deliver the Confidential Information to any third party. Both parties agree to protect the Confidential Information of the other with the same standard of care and procedures used by each to protect its own confidential information of similar importance but at all times using at least a reasonable degree of care.
- (2) The preceding paragraph shall not be applicable and shall impose no obligation on either party with respect to any portion of Confidential Information which as demonstrated by the receiving party:
- (a) was or becomes generally available to the public other than as a result of disclosure by the receiving party; or
 - (b) was or becomes available to the receiving party on a non-confidential basis from third parties; or
 - (c) was the receiving party's possession prior to disclosure thereof by the disclosing party; or
 - (d) is developed by the receiving party independently without use any Confidential Information of the disclosing party; or

- (e) is required by government regulation, by law or by a court of competent jurisdiction to be disclosed, provided that the disclosing party is given adequate notice so that it may protect such disclosure.
- (3) The receiving party shall require its officers, agents, and employees involved in the Agreement to strictly comply with this Article. If any officer, agent, or employee of the receiving party violates this Article, such violation shall be deemed as a violation of this Article by the receiving party.
- (4) All disclosures of Confidential Information will be deemed to be confidential from the Effective Date (as defined below), and the obligations of confidentiality contained in this Agreement shall continue for a period of 10 years, notwithstanding the expiration or termination of this Agreement.

Section 6 Liability

- (1) The parties shall use their best endeavours to complete the Cooperation.
- (2) PTB shall provide its activities in accordance with the state of the art.
- (3) In respect to damages caused in the course of this research cooperation, PTB shall be liable only in case the damages have been caused wilfully or by gross negligence. This limitation shall be valid also for PTB's employees and for their vicarious agents. In case of personal injuries, legal terms apply without changes.
- (4) PTB makes no warranty for the function of the XRF/XPS Surface Measurement System manufactured by ITRI under PTB's consultation
- (5) PTB represents and warrants that its performing the Cooperation under this Agreement does not violate any obligations of confidentiality or non-competition committed by PTB to any third party. PTB shall be liable for any and all civil and criminal responsibilities arising from its violation hereof.
- (6) PTB hereby represents and warrants that PTB shall verify the deliverables and services provided by PTB will not infringe upon any third party's patents, copyrights or other property rights or interests. PTB agrees to hold ITRI free from and harmless against any actions, claims or demand by any third party, and to indemnify and keep it indemnified from any and all damages, losses and expenses incurred by ITRI by reason of PTB's breaching or violating the obligations mentioned above.
- (7) Each of the parties may dispatch its employees to the other party for training. In such case, each of the parties shall take necessary measures for the employees of each party comply with the labour and safety regulations, internal rules applicable in the host organization.

Section 7 Miscellaneous

- (1) Supplements to and modifications of this Agreement shall be made in writing.
- (2) The Agreement shall enter into force after signature by both parties with effect from 1 October 2017 ("Effective Date") and shall be for five years. A premature termination of the Agreement shall be excluded except in the case of termination for good cause. It shall be made in writing. An extension in mutual agreement is possible.

- (3) If any term or provision is declared invalid or unenforceable, in whole or in part, that term or provision shall not affect the remainder of these provisions. These provisions shall be deemed amended to the extent necessary to make these provisions enforceable, valid and, to the maximum extent possible with applicable law, consistent with the original intentions of the parties.
- (4) The text of this Agreement and its attachments constitute the entire agreement between the parties. Any other matters which were agreed upon by the parties before this Agreement, but are not set out in the text of this Agreement or its attachments shall not be binding upon the parties. The attachments hereto shall have the same effect as the text of this Agreement has, provided, however, that if any conflict exists between the text of this Agreement and its attachments, the text of this Agreement shall prevail.
- (5) This Agreement shall be governed by and construed under the laws of Germany excluding its conflict of law provisions. Any dispute under this Agreement shall be settled amicably. If the dispute cannot be resolved, the said dispute between both parties concerning this Agreement shall be submitted to the competent court of Braunschweig, Germany.
- (6) The notices or requests under the Agreement shall be served on the following locations and personnel (hereinafter referred to as Coordinators). All such notices or requests having been served on such Coordinators shall be deemed as having been served on the parties. Any change of the addresses set forth below shall be notified the other parties in writing within thirty (30) days in advance.

To PTB: Coordinator:

Name : Horst Bettin
 Title: Dr.
 Phone: +49 531 592-1800
 Fax: +49 531 592-1805
 E-mail: Horst.Bettin@ptb.de
 Address: Physikalisch-Technische Bundesanstalt
 Bundesallee 100, 38116 Braunschweig, Germany

To ITRI: Coordinator:

Name : Sheng-Jui Chen
 Title : Ph. D.
 Phone : +886 3 573 2912
 Fax : +886 3 572 4952
 E-mail : SJ.Chen@itri.org.tw
 Address : Industrial Technology Research Institute
 321, Sec. 2, Kuang Fu Rd., Hsinchu, 30011, Taiwan, R.O.C.

- (8) This Agreement may be executed in one or more counterparts, each of which shall be deemed an original, but all of which together shall be deemed one and the same instrument.

Braunschweig, 27. Okt. 2017

For and on behalf of the
Physikalisch-Technische
Bundesanstalt

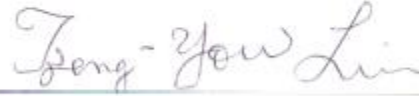


Name: Manfred Gahrens

Title: Head of Legal Department

Hsinchu, 31 Oct. 2017

For the
Industrial Technology Research Institute



Name: Tzeng-Yow Lin

Title: General Director of CMS/ITRI

Annex Statement of Work

I. Activities

Apart from the objectives as described under Section 1, the cooperation between the parties includes the following activities on the part of PTB:

1. ^{28}Si sphere

PTB shall provide one highly enriched ^{28}Si sphere of nominal mass of 1 kg with following specifications:

- Isotopic enrichment > 99.997 %,
- Unroundness (RONt) < 50 nm,
- Roughness < 0.5 nm.

The sphere will be delivered with calibration certificates about:

- Molar mass, relative standard uncertainty < 0.005 ppm,
- Volume, relative standard uncertainty < 0.01 ppm,
- Oxide layer mass, standard uncertainty < 10 μg ,
- Carbon concentration, standard uncertainty < $0.3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$.

In addition, one natural secondary Si sphere of approx. 1 kg and two glass spheres.

The natural secondary sphere will have the following specifications:

- Unroundness (RONt) < 80 nm,
- Roughness < 1 nm,
- Expanded measurement uncertainty (k=2): 50 μg .

The sphere will be delivered with a mass calibration certificate.

The glass spheres will have the approximate diameter 93.7 mm (comparable to 1 kg silicon spheres).

The price for the four spheres including certificates will amount to 1.000.000 Euro.

PTB shall submit the ^{28}Si sphere by hand carrying by PTB's expert to the place designated by ITRI and located at **Building 16 in Kuang Fu Campus of ITRI in Hsinchu, Taiwan** on or before November 30th, 2018. Therefore, ITRI will procure customs clearance and provide any necessary corresponding documents to PTB at least two weeks prior to the planned submission date.

For purposes of Section 3 (1) of the Agreement, ITRI shall accept the highly enriched ^{28}Si sphere on final delivery. The provided mass calibration certificate shall be prima facie evidence of the sphere's compliance with the stipulated specifications.

Acceptance Declaration may only be withheld, when a ^{28}Si sphere is delivered in damaged state or demonstrably fails to meet the specifications stipulated under I.1. In this case, the sphere shall be retrieved by PTB and PTB shall make new delivery as per ITRI's request.

Following the transfer of ownership to ITRI the sphere may be sent to PTB on a temporary basis for quality assurance measures.

2. Transmission of information, documents and know how

PTB will provide ITRI with the necessary know-how and all documents necessary, especially parts lists, drawings, circuit diagrams, component mounting diagrams and board layout diagrams for the construction of a combined XRF/XPS Surface Measurement System before ITRI's scientists/employees first visit at PTB.

The know-how will be granted on a non-exclusive basis for an amount of 100.000 Euro. PTB created software will not be included. ITRI shall not be entitled to transfer the know-how to third parties.

The procurement of components for the construction of the XRF/XPS Surface Measurement System by ITRI will be done by ITRI.

3. Technical support for XRF/XPS Surface Measurement System

PTB will advise ITRI in the manufacture of the XRF/XPS Surface Measurement System and will provide its support and training within a scope to be defined. The training which is estimated at 8 weeks will be held in Germany (4 weeks) and Taiwan (4 weeks). The estimated training cost including travel expenses of PTB staff will amount to 60.000 EURO.

4. Consulting

In addition, PTB will provide consulting and technical support for ITRI during the time when designing, building and launching the XRF/XPS in case when special expert knowledge is required. This includes the exchange of experts and will amount to 100.000 EURO.

II. Budget:

The estimated costs for PTB's activities as described under 1.- 4. of this Annex are as follows:

1	²⁸ Si sphere	1.000.000 EURO
2	Transmission of information, documents and know how	100.000 EURO
3	Technical support for XRF/XPS	60.000 EURO
4	Consulting	100.000 EURO

The costs incurred for calibration of reference samples by PTB will be invoiced separately. The costs will be calculated in accordance with the Regulations governing charges for services rendered by the PTB in its version valid at the time in question.

(二) 真空相容公斤質量比較儀

新質量標準建置所購買之“真空相容公斤質量比較儀”於9月19日到貨。採購目的及用途為該設備是供矽晶球原級標準量測用，以提供質量標準之追溯校正服務。

◇ 該設備完成驗收，規格項目如下：

- 廠牌/型號：METTLER TOLEDO/M_ONE，本機照片及型號如附一-圖 B1 所示。
- 最大衡量 (Maximum capacity / load)：1000 g；
- 最小可讀數 (Readability)：0.1 µg；
- 重複性 (Repeatability)：≤ 0.5 µg，測試數據如附一-圖 B2 所示；
- 具有 6 個法碼承載位置之稱重轉盤 (Weighing turntable)，如附一-圖 B3 所示。
- 具備 Load Lock，如附一-圖 B4 所示。
- 配備矽晶球真空傳輸裝置 (Artefact Transfer Device) 2 套，如附一-圖 B5 所示。
- 具備機械泵浦及渦輪真空泵浦，如附一-圖 B6 所示。
- 環境監控設備：可量測溫度、相對濕度、大氣壓力及二氧化碳功能，具備 4 支溫

度探棒，如附一-圖 B7 所示。

- 配置 3 塊花崗岩防震平台，如附一-圖 B8 所示。
- 配備矽晶球保險箱，如附一-圖 B9 所示。



附一-圖 B1、真空相容公斤質量比較儀本機照片(左圖)與產品型號(右圖)

m6control v2.46 - measurement report
File: C:\Users\AX1007CP\Documents\181011_installation_lkg_vacuum.doc
m6control settings defined in:
Start date 11 Oct 2018 User
Start time 16:24:28 Notes
Weighing process time [h:min] 15:06

Weighing process settings

Pre-runs 3
Start delay [h:min] 02:30
No. of non-reported pre-weighings per group 1
No. of reported comparisons per group 5
No. of series 2
Synchronize series start no
Comparison scheme A-B-A
Braking time [s] 20
Stabilisation time [s] 50
Integration time [s] 5
Sensitivity check done at begin/end of meas. BI: S BuiltIn 1g 1.000g 0.0111mg 8000.000kg/m^3

Series scheme (B vs. A) and summary of results (in mg)					Diff.average Weight	B-error	Std.dev.
1: P2: T Test	2	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: -0.20187		0.00031
vs. P1: T Test	1	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 2: -0.20178		0.00031
					Average: -0.20183		
2: P2: T Test	2	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: 999.84876		0.00015
+ BI: S BuiltIn	1g	1.000g	0.0111mg	8000.000kg/m ³	Series 2: 999.84773		0.00013
vs. P1: T Test	1	1000.000g		8000.000kg/m ³	Average: 999.84824		
3: P4: T Test	4	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: 0.66447		0.00020
vs. P3: T Test	3	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 2: 0.66468		0.00012
					Average: 0.66458		
4: P6: T Test	6	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: 0.20040		0.00046
vs. P5: T Test	5	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 2: 0.20047		0.00027
					Average: 0.20043		
5: P3: T Test	3	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: -2.34530		0.00038
vs. P1: T Test	1	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 2: -2.34514		0.00020
					Average: -2.34522		
6: P6: T Test	6	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: 0.48100		0.00032
vs. P4: T Test	4	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 2: 0.48101		0.00028
					Average: 0.48100		
7: P3: T Test	3	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 1: 0.00017		0.00010
vs. P3: T Test	3	1000.000g		8000.000kg/m ³	Series 2: -0.00001		0.00020
					Average: 0.00008		
sc: BI: S BuiltIn	1g	1.000g	0.0111mg	8000.000kg/m ³	scs value	dT in deg. C	
					Start: 1000.05091	0.0000	
					Series 2: 1000.04901	0.0215	

附一-圖 B 2、實測 1 kg 重複性



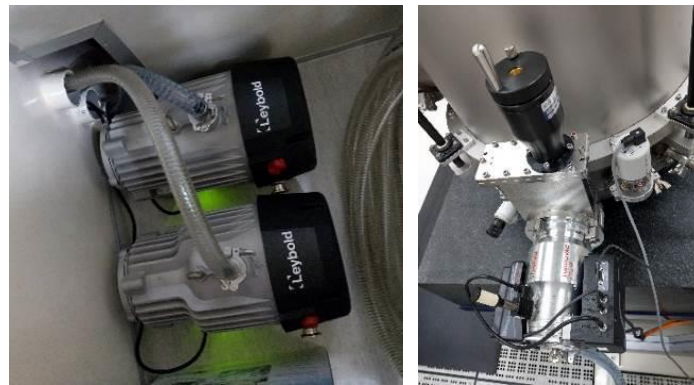
附一-圖 B3、6 個法碼承載位置之稱重轉盤



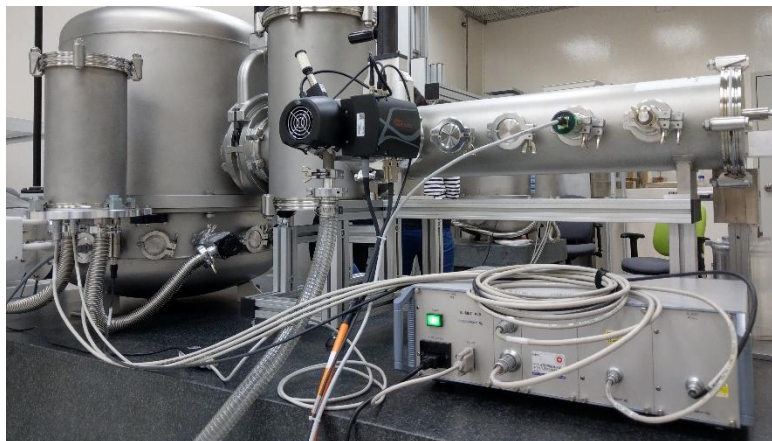
附一-圖 B4、Load Lock



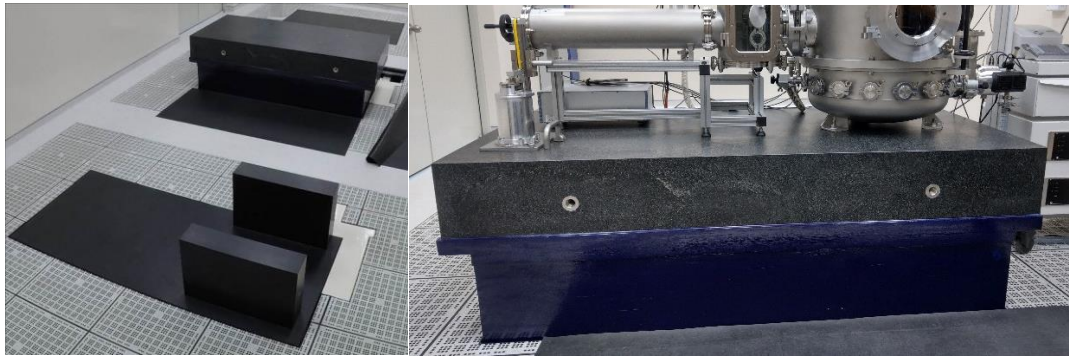
附一-圖 B5、真空傳輸裝置



附一-圖 B6、機械泵浦(左)及渦輪真空泵浦(右)



附一-圖 B7、環境監控設備



附一-圖 B8、花崗岩防震平台



附一-圖 B9、矽晶球保險箱

☆ 訓練/安裝/試車要求：

- 已於 107 年 10 月 3 日至 10 月 5 日提供本院使用者 4 人 13.5 小時操作維護訓練，如附一-圖 B10 所示。
- 真空相容公斤質量比較儀安裝試車完成簽認單及廠商安裝測試完成單，如附一-圖 B11 所示。

教育訓練課程紀錄 Training record

採購單號：³⁰⁰⁰⁵⁴⁵⁶³⁵Q070000387 品名：真空相容公斤質量比較儀

訓練日期 Training date	2018/10/03	2018/10/04	2018/10/05
訓練時間 Training time	10:00 ~ 12:00 13:00 ~ 16:00	10:00 ~ 12:00 13:00 ~ 16:00	9:00 ~ 12:00 13:30 ~ 14:00
時數統計 Teaching hours	5 h 5 h	5 h 5 h	3.5 h
授課講師 Lecturer	Maurizio Catenazzi PHILIPP GERBER		
訓練地點 Training location	光復 16 館 B25 室		
訓練課程內容 Training content	1. 機器定位與開機操作。 2. 機台內部結構介紹。 3. 質量比較儀內部法碼以及運作機制介紹。	1. 真空腔操作說明。 2. 現場實機教學包含儀器功能介紹、使用操作流程說明、基本原理介紹、測試系統之軟體及硬體操作、設備之維護保養。 3. 進行機台測試。	1. 基本故障排除、測試數據異常判定及說明。 2. 保養項目及程序、工安與注意事項。 3. 實機現場操作。 4. 試車結果、測試報告講解。
訓練講義 Training handouts	<input type="checkbox"/> 如附件 <input checked="" type="checkbox"/> 無	<input type="checkbox"/> 如附件 <input checked="" type="checkbox"/> 無	<input type="checkbox"/> 如附件 <input checked="" type="checkbox"/> 無
參加人員簽名 Participant signature	程新芳 曹林 陳恩黎 吳玉竹	程新芳 曹林 陳恩黎 吳玉竹	程新芳 曹林 陳恩黎 吳玉竹

總結： 訓練完成，同意驗收
 訓練未完成，不同意驗收。原因說明：_____

請購人簽認：程新芳 10/5 主管簽認：陳中瑞 10/6

附一-圖 B10、教育訓練記錄

安裝試車完成簽認單

採購單號：3000545635

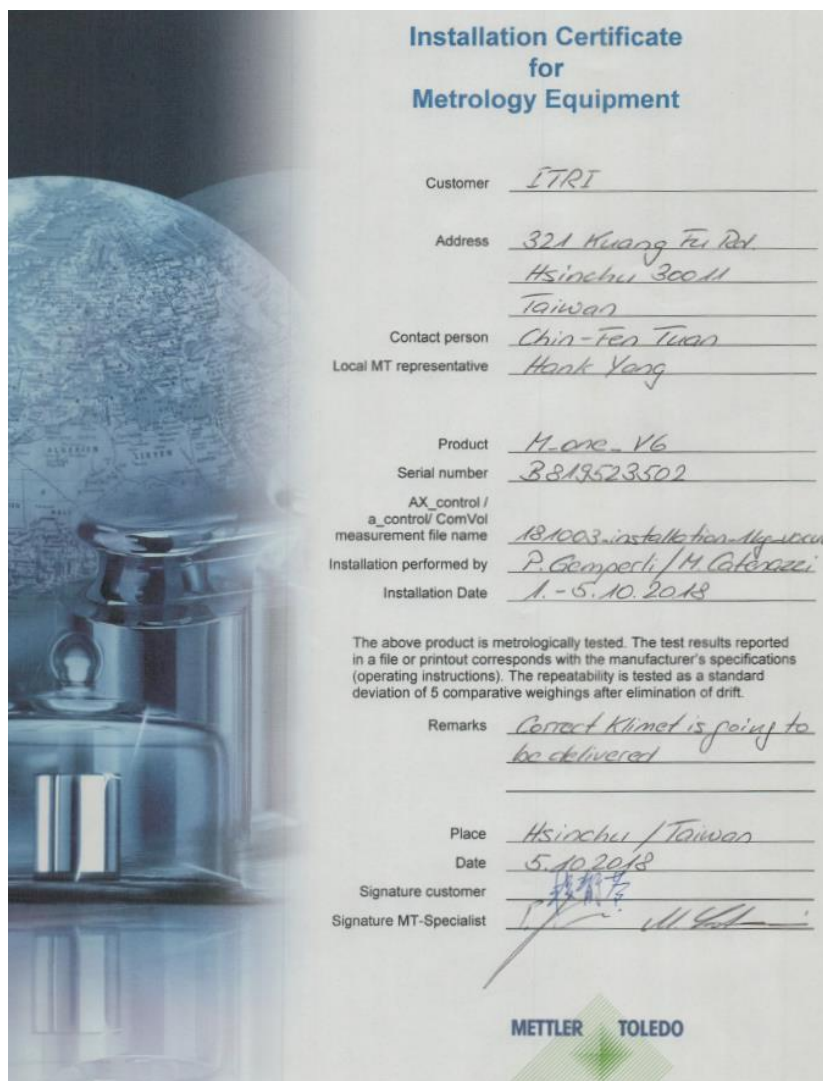
購案名稱：真空相容公斤質量比較儀

安裝完成日期：107年10月5日

試車完成日期：107年11月23日

請購部門測試者簽認：賴翹芬 曹明 1/8

請購部門主管簽認：陳生瑞 傅正國 12/3 2018.12.03



**Installation Certificate
for
Metrology Equipment**

Customer ITRI

Address 321 Huang Fei Rd
Hsinchu 30011
Taiwan

Contact person Chin-Fen Tuan
Local MT representative Hank Yang

Product M-one-V6
Serial number B819523502

AX_control /
a_control/ ComVol
measurement file name 181003_installation_dq_wcuw

Installation performed by P. Gemperli / M. Caterazzi
Installation Date 1-5.10.2018

The above product is metrologically tested. The test results reported in a file or printout corresponds with the manufacturer's specifications (operating instructions). The repeatability is tested as a standard deviation of 5 comparative weighings after elimination of drift.

Remarks Correct Klumet is going to be delivered

Place Hsinchu / Taiwan
Date 5.10.2018
Signature customer 賴翹芬
Signature MT-Specialist 傅正國

METTLER TOLEDO

附一-圖 B11、真空相容公斤質量比較儀安裝試車完成簽認單及廠商安裝測試完成單

◇ 交附文件：

- 使用手冊、原廠出廠檢測報告及合格聲明，如附一-圖 B12 所示。
- 廠商已提供溫度計、相對濕度、壓力及二氧化碳濃度之校正報告，如附一-圖 B13 所示。



Production Certificate

Certificate Number: 8819523502

Type: M_one 6V LL

Serial Number: 8819523502

Produced by: Mettler-Toledo GmbH, CH-8606 Greifensee

The above mentioned comparator balance was produced and metrologically tested by Mettler-Toledo AG. The test results have been found to comply with technical product specifications. We hereby declare that the balance is in conformity with all applicable directives and standards.

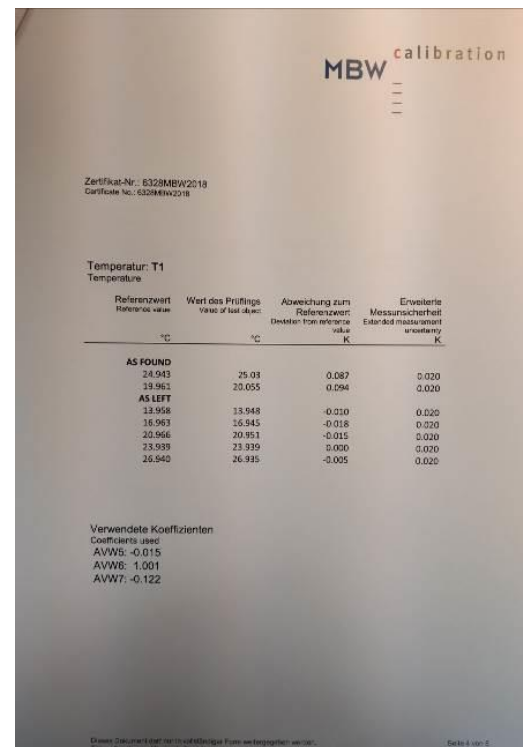
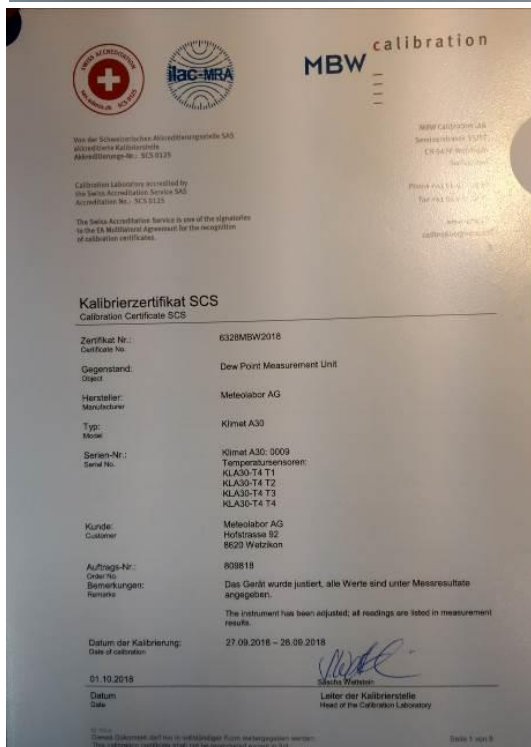
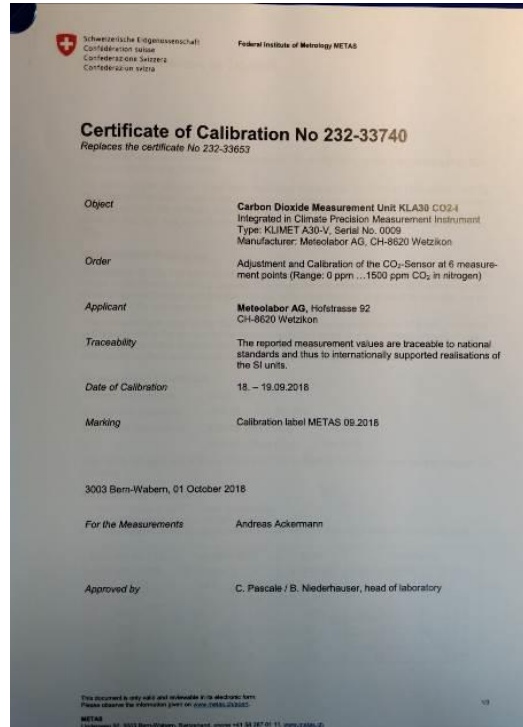
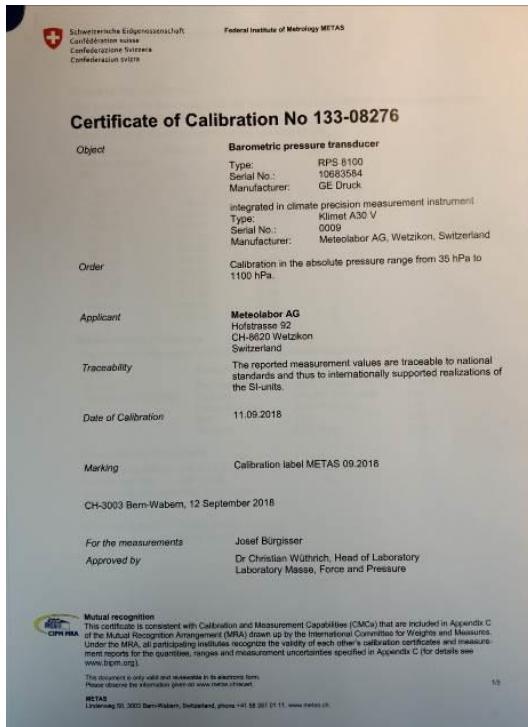
The balance has passed the safety tests required for electrical devices. Mettler-Toledo AG is both ISO9001 and ISO 14001 certified.

Greifensee: 31. Aug. 2018

Head of Production: D. Steinegger
Head SPG Metrology: Javier Levitt

Test Report	M_one 6V LL	
Serial Number	8819523502	
Technical Specification	Range	Passed
Readability	0.1 µg	<input checked="" type="checkbox"/>
Max. capacity	1011.5g	<input checked="" type="checkbox"/>
Weighing range	1.5g	<input checked="" type="checkbox"/>
Repeatability	0.5µg	<input checked="" type="checkbox"/>
Linearity (weighing range)	± 2µg	<input checked="" type="checkbox"/>
Stabilization time (typical)	50 sec	<input checked="" type="checkbox"/>
Adjustment	Motorized adjustment of the electrical weighing range at a keystroke	<input checked="" type="checkbox"/>
Ambient Conditions		
Temperature range	17...27°C (± 0,1°C/hour)	<input checked="" type="checkbox"/>
Relative humidity range	45...60% (+/- 2%)	<input checked="" type="checkbox"/>
Power Supply		
Voltage range	Primary: 100...240 V, -15%/+10%, 50/60 Hz, 0.7 A	<input checked="" type="checkbox"/>
	Secondary: 12 VDC +/-5%, 2.08 A	<input checked="" type="checkbox"/>

附一-圖 B12、使用手冊、原廠出廠檢測報告及合格聲明



附一-圖 B13、環境監控設備校正報告

- ◇ 驗收標準：
- 規格及文件符合要求則予以驗收。
- ◇ 保固：
- 驗收合格後，廠商提供一年保固及相關售後服務
- 保固期限內，若非人為操作不當造成損害，或因產品本身壽命造成失效，則應由供應商提供維修及免費更換。

已完成測試者與主管簽認之驗收規格及測試檢驗結果對照一覽表，如附一-圖 B14 所示。

V107

驗收規格及測試檢驗結果對照一覽表

生效日期：20060801

品名：真空相容公斤質量比較儀

採購單號：3000545635

文件日期：107 年 11 月 29 日

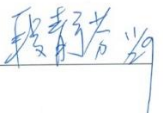
項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告等方式獲得的數值)	合格/不合格 (判定是否合格)	備考 (附註說明)
一.真空公斤質量比較儀：				
(1)	最大衡量值 (Maximum capacity/ load) : 1000 g	實測放置標稱值 1000 g 的法碼於天平秤盤上，可顯示讀值。	合格	如附件圖 1
(2)	最小可讀數 (Readability) : 0.1 μg	實測最小可讀數：0.1 μg。	合格	如附件圖 2
(3)	重複性 (Repeatability) : 0.5 μg (量測點 1 kg, 量測模式 ABA 5 次)	實測重複性 ≤ 0.5 μg (量測點 1kg, 量測模式 ABA 5 次)。	合格	如附件圖 3
(4)	稱重轉盤配置 (Weighing turntable) : 6 個法碼承載位置，可時承載砂晶球、標準法碼、浮力法碼 (Buoyancy artefacts) 與吸附效應法碼 (sorption artefacts)	具有 6 個法碼承載位置，如圖 4 所示，實測承載砂晶球及各式 1 kg 標準法碼，如圖 5 所示。	合格	如附件圖 4、5
(5)	稱重吊盤設計，可以於量測時自動調整重心位置	具備稱重吊盤，量測時可自動調整重心位置。	合格	如附件圖 6
(6)	具有 Load Lock，可搭配專屬砂晶球真空傳輸裝置 (Artefact Transfer Device) 使用	具備 Load Lock，可搭配專屬砂晶球真空傳輸裝置 (Artefact Transfer Device) 使用。	合格	如附件圖 7
(7)	配備砂晶球真空傳輸裝置 (Artefact Transfer Device) 2 套，其中一套設計為不含視窗及洩氣閥，含真空傳輸容器的升降裝置 (Lifting Device for vacuum enclosure)	實點配備有砂晶球真空傳輸裝置 (Artefact Transfer Device) 2 套，其中一套設計為不含視窗及洩氣閥，含真空傳輸容器的升降裝置 (Lifting Device for vacuum enclosure)。	合格	如附件圖 8
(8)	具備機械泵浦及渦輪真空泵浦 (Turbo pump)，泵浦須配合實驗室環境搭配適當的管線安裝	具備機械泵浦及渦輪真空泵浦 (Turbo pump)，泵浦管線安裝配合實驗室環境配置裝設。	合格	如附件圖 9
(9)	渦輪真空泵浦 (Turbo pump) 須設計安置於質量比較儀真空腔體旁，參考德國聯邦物理技術研究院 (PTB) 設計，於真空腔底座右側配置相對應的閥門連接渦輪真空泵浦	實際配置之渦輪真空泵浦 (Turbo pump) 設計為依據德國聯邦物理技術研究院 (PTB) 安置於質量比較儀真空腔體旁，於真空腔底座右側配置相對應的閥門連接渦輪真空泵浦，符合需求。	合格	如附件圖 10
(10)	真空公斤質量比較儀下方防震設計須安置在花崗岩防震台及混泥土基座上，參考德國聯邦物理技術研究院 (PTB) 之設計	實際參考德國聯邦物理技術研究院 (PTB) 完成安裝真空公斤質量比較儀於花崗岩防震台及混泥土基座上，符合需求。	合格	如附件圖 11
(11)	量測控制系統：Intel i7 處理器，1 TB 以上儲存空間，長期儲存量測數據並備份，至少 8 個 RS232 通訊介面，可連結質量比較儀及環境監控相關設備，即時擷取量測數據並計算，Win7 (含) 以上版本，Microsoft office 2013 版本	量測控制系統：Intel i7 處理器，1 TB 儲存空間，8 個 RS232 通訊介面，可連結質量比較儀及環境監控相關設備，即時擷取量測數據並計算，Win 10 版本，Microsoft office 2016 版本。	合格	
(12)	質量量測控制軟體： (a) 相容於 Win7 (含) 以上版本，可擷取量測數據、遠端監控。 (b) 包含溫度、濕度、大氣壓力、真空及二氧化碳量測數據擷取。 (c) 數據計算，需包含平均差值、標準差、	質量量測控制軟體實測： (a) 相容於 Win 7 (含) 以上版本，可自動擷取數據，遠端監控。 (b) 包含溫度、濕度、大氣壓力、真空及二氧化碳量測數據擷取。 (c) 數據包含平均差值、標準差、環境監控	合格	如附件圖 12

項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告 等方式獲得的數值)	合格/ 不合格 (判定 是否合 格)	備 考 (附註說明)
	環境監控空氣浮力等計算，結果須能匯出相容於 Microsoft Excel 2003 (含) 以上版本格式之檔案	空氣浮力等計算，結果能匯出相容於 Microsoft Excel 2003 (含) 以上版本格式之檔案。		
(13)	配備不斷電系統：ON-LINE UPS，額定容量(伏安/瓦)：3000 VA / 2100 W	實點不斷電系統 1 台廠牌 APC 型號 SUR3000，額定容量 3000 VA / 2100 W	合格	
二.環境監控設備：				
(1)	溫度解析度 0.001 °C，4 支溫度探棒，量測準確度 ≤ 0.05 °C，需提供校正報告	實測溫度解析度 0.001 °C，實點 4 支溫度探棒，量測準確度為 0.05 °C，已提供校正報告。	合格	校正報告
(2)	相對濕度解析度 0.01 %；壓力解析度 0.001 Pa；二氧化碳含量分析解析度 0.1 ppm，需提供校正報告	實測相對濕度解析度 0.01 %；壓力解析度 0.001 Pa；二氧化碳含量分析解析度 0.1 ppm，已提供校正報告。	合格	
(3)	真空解析度 0.1 mPa	實測真空解析度 0.1 mPa。	合格	
(4)	環境控制器：可接連環境儀器，移動式可攜帶連同相關儀器送校，Intel Core i7 處理器，16 GB DDR4，512G SSD，Win7(含) 以上版本，可長期自動擷取數據	環境控制器具有 RS232 通訊介面可接連環境儀器，移動式可攜帶連同相關儀器送校，Intel Core i7 處理器 16 GB DDR4，512G SSD，Win10 版本。	合格	
三.ITRI ONE 公斤質量比較儀搬遷及重新組裝 1 式：				
(1)	配置 ITRI ONE 真空腔體之專屬昇降裝置 (Lifting Device)，昇降設計參照 PTB 真空公斤質量比較儀之昇降裝置。	有配置 ITRI ONE 真空腔體之專屬昇降裝置 (Lifting Device)，昇降設計參照 PTB 真空公斤質量比較儀之昇降裝置，符合需求。	合格	如附件圖 15
(2)	配備量測控制系統：Intel i7 處理器，1 TB 以上儲存空間，長期儲存量測數據並備份，至少 8 個 RS232 通訊介面，可連結質量比較儀及環境監控相關設備，即時擷取量測數據並計算，Win7 (含) 以上版本。	Intel i7 處理器，1 TB 儲存空間，9 個 RS232 通訊介面，可連結質量比較儀及環境監控相關設備，即時擷取量測數據並計算，Win 10 版本。	合格	
(3)	配備不斷電系統：ON-LINE UPS，額定容量(伏安/瓦)：3000 VA / 2100 W	實點不斷電系統 1 台廠牌 APC 型號 SMT3000，額定容量 3000 VA / 2100 W	合格	
四.花崗岩防震平台：				
(1)	3 塊花崗岩平台固定置放於混凝土上方，各別尺寸為(110×200×30) cm、(135×200×30) cm 及(110×230×30) cm，誤差小於 0.1 cm	實點 3 塊花崗岩平台固定置放於混凝土上方，依實驗室 16-B12 空間設計實際尺寸為(102×210×30) cm、(135×200×30) cm 及(100×220×30) cm。	合格	如附件圖 16
(2)	2 塊花崗岩為 ITRI ONE 質量比較儀桌腳，尺寸為(40×71×20) cm	實點 2 塊花崗岩為 ITRI ONE 質量比較儀桌腳，依實驗室 16-B12 空間設計實際尺寸為(46×70×16) cm。	合格	
(3)	密度 ≥ 2.8 g/cm ³	依據廠商提供之花崗岩量測質量表計算密度值皆大於 2.8 g/cm ³ 。	合格	如附件表 1
五.矽晶球保險箱：				
1.	矽晶球保險箱需具備防火能力 1 小時，恆溫設計不帶磁性之不鏽鋼材質	矽晶球保險箱防火能力 1 小時，恆溫設計不帶磁性之不鏽鋼材質，已提供防火及材質聲明書。	合格	防火及材質聲明書
2.	尺寸需配合未來實驗室空間規劃設計	配合新質量實驗室空間規劃設計尺寸為(113.5×76.0×50.6) cm。	合格	
訓練	提供本院使用者不限人數操作維護訓練至少 8 小時	已於 107 年 10 月 3 日至 10 月 5 日提供本院使用者 4 人 13.5 小時操作維護訓練，訓練內容符合規範需求。	合格	訓練紀錄

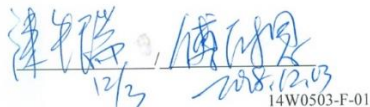
2

項目內容 (依序詳列採購規範書項次及其名稱)	契約驗收規格 (依序詳列該項次契約規格內容)	實測值/測試結果 (填寫實際測試/樣品分析/丈量/清點數量/檢驗報告 等方式獲得的數值)	合格/ 不合格 (判定 是否合 格)	備 考 (附註說明)
文件	1. 安裝試車完成須提出試車報告	已提供試車報告	合格	試車報告
	2. 安裝前測試：應提供國外原廠出廠檢測報告正本至少一份	已提供國外原廠出廠檢測報告正本一份	合格	原廠出廠檢測報告
	3. 廠商應提供原廠硬體及軟體操作/安裝/維護手冊電子檔及紙本各一份	已提供原廠硬體及軟體操作/安裝/維護手冊電子檔及紙本各一份。	合格	
	4. 廠商應提供原廠操作手冊及規格測試報告各乙份(紙本及電子檔)	廠商已提供原廠操作手冊及規格測試報告各乙份(紙本及電子檔)。	合格	
	5. 廠商應提供溫度計、相對濕度、壓力及二氧化碳濃度之校正報告	廠商已提供溫度計、相對濕度、壓力及二氧化碳濃度之校正報告。	合格	校正報告
	6. 廠商需提供控制軟體原版安裝光碟，若需授權則需提供授權證明至少一份(若不同軟體或不同模組皆需授權證明，則應分別提供)	已提供控制軟體原版安裝檔案，可直接安裝軟體無需授權。	合格	

測試者簽認：



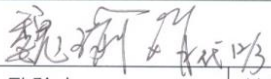




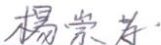
主管簽認：



14W0503-F-01

附一-圖 B14、真空相容公斤質量比較儀之驗收規格及測試檢驗結果對照一覽表

真空相容公斤質量比較儀於 12 月 3 日完成驗收，驗收會議記錄，如附一-圖 B15 所示。

案 由	真空相容公斤質量比較儀		
訂購單號	3000545635	契約金額	TWD28,000,000 元
時 間	自 107 年 12 月 3 日 16 時 00 分起 至 107 年 12 月 3 日 17 時 00 分止	地 點	光復 6 館 B12 室
主 驗 人		紀 錄	
出席人員	監驗人： 院稽核未克出席 會計書審	協驗人： 採購  工安 	會驗人(請購部門)： 
廠商代表	瑞士商梅特勒托利多股份有限公司台灣分公司		

一、文件抽查:

1. 契約規定 107 年 9 月 25 日前交貨,查核出貨單,實際 107 年 9 月 19 日交貨,未逾期。
2. 契約規定 107 年 10 月 5 日前完成安裝,查核安裝試車確認單,實際 107 年 10 月 5 日完成安裝,未逾期。
3. 廠商應於安裝後 80 日曆天內完成試車,查核安裝試車確認單,廠商已於 107 年 11 月 23 日完成試車,未逾期。
4. 契約規定廠商應完成不限人數至少 8 小時操作維護訓練,廠商已於 107 年 10 月 3~5 日完成 4 人計 13.5 小時操作維護訓練,訓練紀錄詳附件二。
5. 查驗「驗收規格及測試檢驗結果對照一覽表」,廠商提供之服務項目、內容業經請購部門確認並經權責主管簽核,詳附件一。
6. 查驗契約規定應提供文件: 試車報告、原廠出廠檢測報告正本一份、原廠硬體及軟體操作/安裝/維護手冊電子檔及紙本各一份、原廠操作手冊及規格測試報告各乙份(紙本及電子檔)廠商均已提供(相關文件存請購部門)
7. 校正報告:廠商已提供溫度/相對濕度、壓力及二氧化碳濃度之校正報告(報告號碼 6328MBW2018、133-08276、232-33740)(相關文件存請購部門)。

二、本案自驗收合格之日起保固一年。

三、現場查驗：光復院區 16 館 B12 室

1. 真空相容公斤質量比較儀 1 組廠牌 Mettler Toledo 型號 M_one 序號 B819523502。
2. 抽驗附件:
 - (1) 真空傳輸裝置 2 套。
 - (2) 機械泵浦 2 台廠牌 Leybold。
 - (3) 渦輪真空泵浦 1 台廠牌 Leybold 型號 250iX 序號 31001794411。
 - (4) 不斷電系統 2 台,廠牌 APC 型號各為 SUR3000、SMT3000。
 - (5) 量測控制系統 1 組:廠牌 Advantech 型號 ARK3520;液晶螢幕 1 台廠牌 Viewsonic 型號 VA2407h。
 - (6) 環境控制器(筆記型電腦)1 台廠牌 SONY 型號 S13。
 - (7) 矽晶球保險箱 1 台。
 - (8) 環境監控設備 1 組廠牌 Klimet 型號 A30V。

四、驗收結果：

1. 本案經書面審查相關文件及現場查驗結果同意驗收。
2. 現場已提供「重要設備使用紀錄簿」予請購部門，請依實際使用情形填寫紀錄並妥善保存。未來如辦理設備保管人異動，本使用紀錄簿請一併移交新保管人。

~以下空白~

14W0503-F-03

附一-圖 B15、真空相容公斤質量比較儀之驗收會議記錄

其他設備驗收時之相關資料，如附一-圖 B16 所示。

稽核不克出席

不派員出席RE:【會議通知】敬請出席2018/12/03 16:00~17:00的「3000545635真空相容公斤質量比較儀－驗收會議」，會議地點於 光復院區

陳錦鳳

寄件日期: 2018年11月28日 08:51

收件者: 周淑月

不派員出席
謝謝

陳錦鳳敬上
電話 03-5912624

From: 周淑月 [mailto:LenaSYChou@itri.org.tw]

Sent: Tuesday, November 27, 2018 4:43 PM

To: 魏瑜娟; 蔡冠群; 陳錦鳳; 范根富; 陳生瑞; 鄭瑞翔; 段靜芬; 曹琳; 周淑月

Cc: 魏秀容; 許美蓉; 張瑞芸; 傅耐恩

Subject: 【會議通知】敬請出席2018/12/03 16:00~17:00的「3000545635真空相容公斤質量比較儀－驗收會議」，會議地點於 光復院區6館202室。

Dear您好: 周淑月 於 2018/11/27 已安排如下會議，敬請準時參加，謝謝！

會議名稱：3000545635真空相容公斤質量比較儀－驗收會議

會議時間：2018/12/03 16:00~17:00

會議地點：光復院區6館202室

主席：魏瑜娟

紀錄/聯絡人：周淑月 分機：32303

出席人員：魏瑜娟;蔡冠群;陳錦鳳;范根富;陳生瑞;鄭瑞翔;段靜芬;曹琳;

列席人員：

副知人員：魏秀容;許美蓉;張瑞芸;傅耐恩;

會議安排者：周淑月

備註：契約金額：TWD28,000,000元

採購金額：TWD28,000,000元

會計書審

RE: 【會議通知】敬請出席2018/12/03 16:00~17:00的「3000545635真空相容公斤質量比較儀—驗收會議」，會議地點於 光復院區6館202室。
蔡冠群

寄件日期: 2018年12月03日 08:27

收件者: 周淑月

淑月副理 您好:

不好意思因今日下午另有要務，請改採書審，如果會到光復再事先告知，不便之處敬請多多見諒，謝謝。

蔡冠群 Kuan-Chun Tsai
工業技術研究院/會計處
Accounting Resource Center
Industrial Technology Research Institute (ITRI)
Tel : 886-3-5918109
E-mail: KChunTsai@itri.org.tw
310新竹縣竹東鎮中興路四段195號51樓1116室

From: 周淑月 [mailto:LenaSYChou@itri.org.tw]

Sent: Tuesday, November 27, 2018 4:43 PM

To: 魏瑜娟 <Yu-Chuan_Wei@itri.org.tw>; 蔡冠群 <KChunTsai@itri.org.tw>; 陳錦鳳 <FongChen@itri.org.tw>; 范振富 <davidfan@itri.org.tw>; 陳生瑞 <Si.Chen@itri.org.tw>; 鄭瑞翔 <jhcheng@itri.org.tw>; 段 <LenaSYChou@itri.org.tw>

Cc: 魏秀容 <HsiuRongWei@itri.org.tw>; 許美容 <Tina_Hsu@itri.org.tw>; 張瑞芸 <Rita_Chang@itri.org.tw>; 傅尉恩 <WeiEnFu@itri.org.tw>

Subject: 【會議通知】敬請出席2018/12/03 16:00~17:00的「3000545635真空相容公斤質量比較儀—驗收會議」，會議地點於 光復院區6館202室。

Dear 您好: 周淑月 於 2018/11/27 已安排如下會議，敬請準時參加，謝謝!

會議名稱: 3000545635真空相容公斤質量比較儀—驗收會議

會議時間: 2018/12/03 16:00~17:00

會議地點: 光復院區6館202室

主席: 魏瑜娟

紀錄聯絡人: 周淑月 分機: 32303

出席人員: 魏瑜娟; 蔡冠群; 陳錦鳳; 范振富; 陳生瑞; 鄭瑞翔; 段靜芬; 曹琳;

列席人員:

副知人員: 魏秀容; 許美容; 張瑞芸; 傅尉恩;

會議安排者: 周淑月

備註: 契約金額: TWD28,000,000元

採購金額: TWD28,000,000元

計劃代號: H407EA1110

已電話通知廠商

附一-圖 B16、真空相容公斤質量比較儀驗收時之其他相關資料

附件二、出國報告

(一)原級矽晶球質量標準技術之國際合作研究(計畫書項次 1)

壹、出國任務

赴德國 PTB 進行「原級矽晶球質量標準技術」合作研究，客座研習矽晶球表層質量分析之量測技術。

貳、目的及任務

國際度量衡大會(CGPM)將於 2018 年底通過 SI 基本單位新定義，屆時將有 4 個 SI 基本單位(含質量、溫度、電流、物量等)被重新定義，因此，NML 須建立新的系統以及追溯鏈，使我國計量標準符合 SI 新定義。其中質量單位「公斤」目前定義為「國際公斤原器」(International Prototype of Kilogram, IPK)之質量，未來將以普朗克常數來定義「公斤」，其實現方式之一為 X 光晶體密度法(XRCD)量測高純度矽晶球。台灣規劃以矽晶球法實現公斤新定義並購置 X 光表層質量量測系統，因此此次客座研習之主要任務有三：

- 學習矽晶球清洗流程。
- 瞭解 XRF XPS 量測系統軟硬體架構。
- 學習矽晶球表層質量量測流程與數據分析方法以及不確定度評估。

參、出國內容概述及心得

1. 客座研習進度規劃

與 PTB 負責矽晶球表層量測系統之專家 Mrs. Edyta Beyer 討論客座研習進度規劃，如下附二-表 A1。

其中涵蓋的研習內容包含：

- 矽晶球清洗
- X 光於矽晶球表面質量之量測與數據擬合。其內容包含
 - XRF XPS 量測系統軟硬體架構、矽晶球表層質量量測流程與分析軟體之熟悉。

附二-表 A1: 客座研習進度規劃

Week 1	03/13~03/17	Cleaning practice of Si-sphere
Week 2	03/18~03/24	Measurement procedure of XRF XPS for surface analysis
Week 3	03/25~03/31	Visiting PTB in Berlin
Week 4	04/01~04/07	XRF data analysis-to quantify the mass deposition of oxygen
Week 5	04/08~04/14	
Week 6	04/15~04/21	XPS data analysis –identify the elements (C, O, Si) on the surface layer
Week 7	04/22~04/28	
Week 8	04/29~05/05	Measuring the XRF and fitting the curves of SiO ₂ reference sample
Week 9	05/06~05/12	
Week 10	05/13~05/19	

Week 11	05/20~05/26	Evaluate the measurement uncertainty of surface layer of Si-sphere
Week 12	05/27~06/06	Review and discussion

- 瞭解 PTB 發展之同步輻射無參考 X 光頻譜技術(Synchrotron Radiation-Based Reference-Free X-Ray Spectrometry)，以及以此技術訂定二氧化矽參考試片之氧沉積質量方法與螢光頻譜強度之擬合曲線。
- 使用二氧化矽參考試片量測 XRF XPS 系統之氧沉積量校正曲線。
- XRF 光譜量測矽晶球表層氧沉積量技術、方法與流程。
- X 光光電子頻譜技術(X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)量測技術與數據分析方法，以得到矽晶球表層質量各元素間之比例。
- 利用氧元素與各元素之比例決定各元素之質量。
- 矽晶球表層質量之量測不確定度評估。
 - 矽晶球計畫又稱為亞佛加厥計畫(Avogadro Project)，除了矽晶球表層質量量測的學習之外，也安排了其他參與 PTB 亞佛加厥計畫之部門參訪與專家面談。包含了矽晶球的體積量測、晶格常數(Lattice Constant)量測、橢圓偏光儀(Spectroscopic Ellipsometry)分析表層厚度、同位素分析實驗室，以及協助矽晶球質量清洗與示範的課程。

2. 矽晶球清洗流程學習

矽晶球清洗目的:去除矽晶球表面的汙染，包含矽晶球於空氣中吸附的微粒以及矽晶球表層的碳化汙染物。由 Mrs. Katharina Lehrmann 示範指導。以下簡介矽晶球的清洗流程:

- 清洗材料準備
 - ✓ 96%酒精
 - ✓ 去離子水
 - ✓ 2% Deconex OP163 溶液 – 需自行配製，2 ml 的 Deconex 溶於 98 ml 的去離子水。
 - ✓ 矽晶球清洗架 – 清洗架上方三角錐的部分以 PEEK 材質製成，以確保清洗架接觸到矽晶球的部分不會使矽晶球表面刮傷。清洗架如下附二-圖 A1:

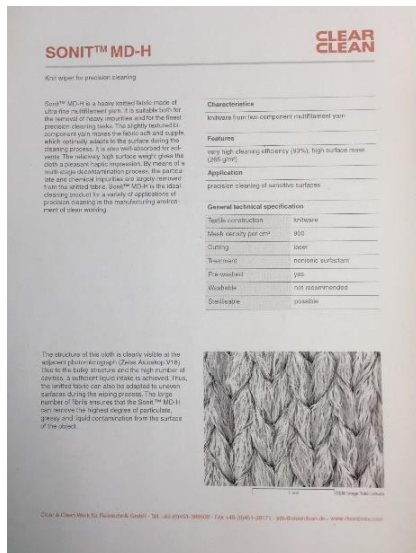


附二-圖 A1: 矽晶球清洗架

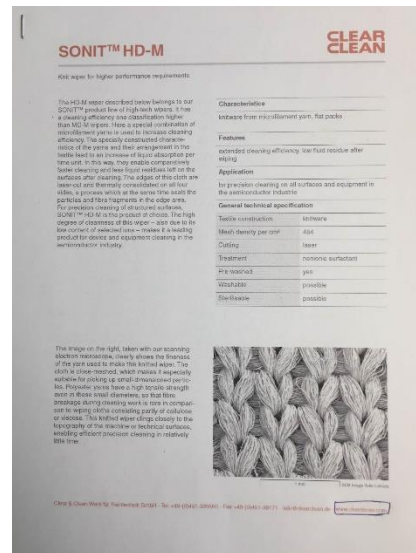
- ✓ 手電筒 – 用於清洗前與清洗後檢查矽晶球的外觀是否有灰塵或刮傷。
- ✓ 吹球 – 用於去除矽晶球表面微粒。
- ✓ 微纖維布 – PTB 目前使用了兩種不同的微纖維布，布的結構為針織結構，最主要的訴求為表面細緻，避免擦拭矽晶球時摩擦表面，以及在接觸洗劑的時候不易有纖維溶出。而若要判定該微纖維布是否為理想材質可以在矽晶球清洗過後，使用該微纖維布擦拭球面，之後放入質量比較儀，再放置約 12 小時後開始進行量測，重複量測約三天後，計算其複性與不確定度作為評估。以下附二-圖 A2 為 PTB 所使用的兩種微纖維布的型號與規格。

因應不同的功用微纖維布準備了三種不同的尺寸如下：

- 大尺寸: 40x40 cm²，用於完成矽晶球清洗後擦乾表面水分用。
- 中尺寸: 直徑 10 cm，用於放在矽晶球的儲存容器底部，防止矽晶球與儲存盒摩擦以及用於清洗過程中，以 Deconex 沾濕微纖維布洗淨矽晶球表面。
- 小尺寸: 直徑 5 cm，矽晶球放置在儲存容器時，將微纖維布放置在矽晶球頂部再將上蓋鎖緊，用於防止上蓋的摩擦。



型號 1: SONIT™ HD-M



型號 2: SONIT™ MD-H

附二-圖 A2: PTB 所使用之微纖維布

- ✓ 丁腈手套(如附二-圖 A3)- 100% 無粉(Powder-Free)、無添加劑(Accelerator-Free)手套，並於指尖部位有紋路處理以增加摩擦力。



附二-圖 A3: 丁腈手套

- 矽晶球清洗步驟

- ✓ 拆卸儲存容器:

將儲存容器的下方的三顆螺絲與上方的單顆螺絲鬆開，利用夾子移開上方的小塊微纖維布，將矽晶球利用夾具取出，並將容器的蓋子蓋回以防止灰塵進入，如附二-圖 A4。



附二-圖 A4: 矽晶球儲存容器拆卸示意圖

- ✓ 清洗前檢查:

將矽晶球置於轉盤上，利用手電筒或檯燈照射矽晶球，如附二-圖 A5，檢查外觀特徵，並用吹球檢查是灰塵吸附或是刮傷。

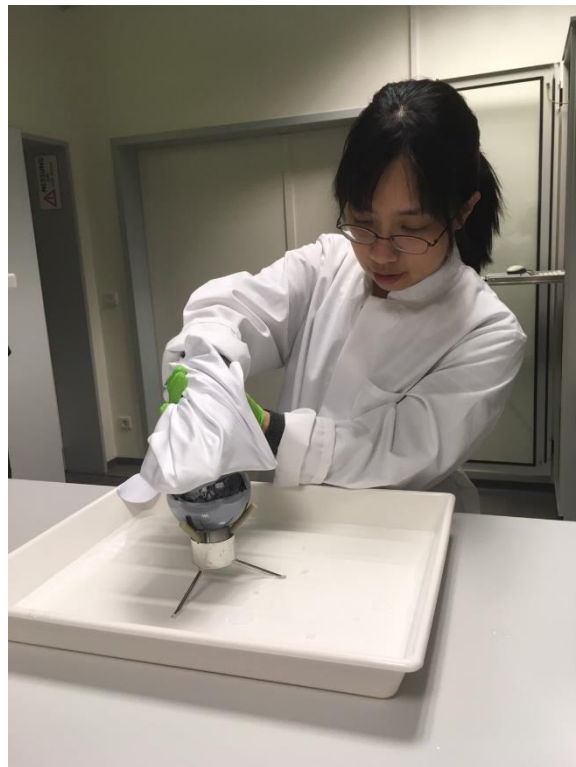
- ✓ 戴上丁腈手套並洗淨雙手:

先以去離子水沾濕手套，然後將 Deconex 倒入手中，將手套徹底洗淨，再用離子水洗去泡沫。當手套洗淨後觸感會完全不同。



附二-圖 A5: 清洗前的檢查工作

- ✓ 將矽晶球用手拿起放於清洗架上。
- ✓ Deconex OP163 清洗矽晶球:
以去離子水沖濕中型微纖維布，並將清洗液 Deconex OP163 倒在微纖維布上，以微纖維布擦拭矽晶球(須注意手指接觸纖維布的那一面不可用來擦拭矽晶球)，接著以雙手翻轉矽晶球，清洗矽晶球下半部，清洗液觸感似肥皂，清洗時須以另一手扶著矽晶球避免滑動造成刮傷。
- ✓ 以去離子水洗去矽晶球上的 Deconex:
將去離子水慢慢倒於矽晶球上，沖洗乾淨的矽晶球表面會有附著大顆的水珠滑落，接著再以雙手翻轉矽晶球沖洗下半部。
- ✓ 以酒精清洗矽晶球:
將酒精倒在矽晶球上數次，待球上的干涉條紋退去後將矽晶球翻面，可以藉干涉條紋觀察是否還有微粒附著在球上。並翻轉矽晶球以酒精潤濕矽晶球的下半部。
- ✓ 以大塊微纖維布擦乾矽晶球: 待矽晶球表面酒精呈現環狀條紋時，以微纖維布擦拭矽晶球，如附二-圖 A6。酒精的主要功用為帶走矽晶球表面多餘水分以及清除含碳汙染層，若等待至酒精全乾，空氣中的雜質會快速的吸附到矽晶球上，在擦拭過程中也容易傷害矽晶球表面。



附二-圖A6: 將矽晶球抓起並擦拭除去水份

- ✓ 盡速放入儲存容器，以防灰塵吸附於矽晶球，若有灰塵再次吸附可以微纖維布沾濕酒精擦除，放置 12 小時之後可以開始進行質量量測。

3. 矽晶球表層質量量測技術

(1) 矽晶球簡介

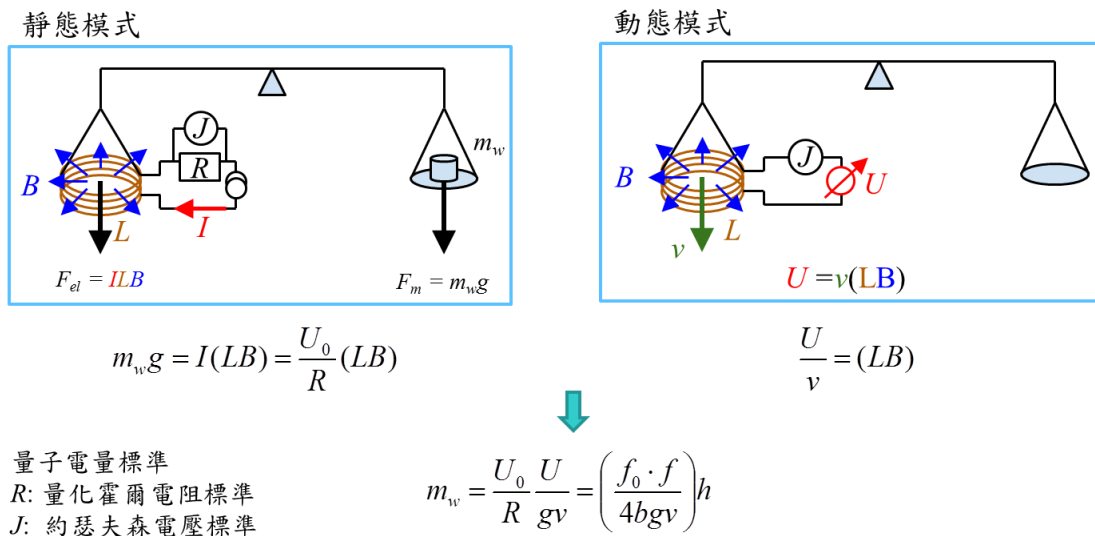
2018 年 CGPM 大會預計宣布 SI 制中的質量將以普朗克常數重新定義，以取代公斤由國際公斤原器(International prototype of kilogram, IPK)為標準的定義，此次質量的重新定義目標為使用物理常數取代人為物 IPK，以解決質量標準隨時間飄移的問題。目前以普朗克常數實現公斤定義的方法為二，其一是瓦特天平法，另一為 X 光晶體密度法(X-Ray Crystal Density Method, XRCD)，又稱為矽晶球法，以下針對這兩種方法的實現方式：

瓦特天平法(Kibble Balance)

其原理是法碼於重力場產生的重力，透過瓦特天平以準確的電磁力平衡，法碼質量再由電磁力大小與當地重力值定出。其量測模式又分為靜態與動態兩種，靜態模式在平衡的一端放置一類似 IPK 的標準法碼，使天平受到重力 $F = mg$ 向下，而在天平另一端則是將一長度為 L 的線圈放置於放射狀磁場 B 中，當施加電流時，線圈會受電磁力 $F = ILB$ 向下，調整電流直到天平兩端達到靜力平衡為止；而動態模式則是使長度為 L 的線圈，在放射狀磁場 B 中等速 v 向下移動，則產生一感應電動勢 $U = vLB$ ，兩者運用量子電量標準可以將電動勢與電阻以普朗克常數表示，得到質量與普朗克常數的關係式：

$$m_w = I(LB) = \frac{U_0}{R}(LB) \quad (A1)$$

其動態與靜態的示意圖如附二-圖 A7 所示：



附二-圖 A7: 說明瓦特天平於靜態模式(左)與動態模式(右)之工作原理

X 光晶體密度法

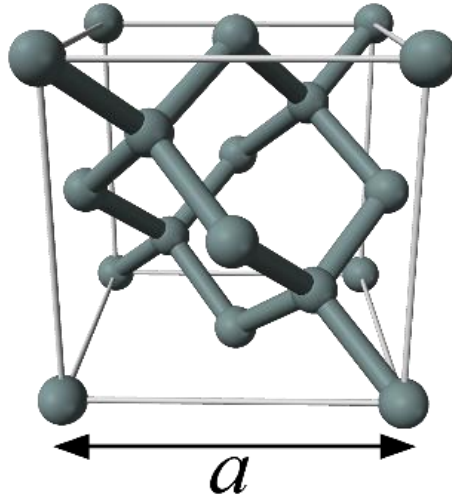
晶體密度法是透過矽晶球來實現公斤的定義，基本的概念是數出矽晶球含有多少顆矽原子，而矽晶球的質量 m_{sphere} 可以表示為矽晶球核的質量 m_{core} 加上矽晶球表層的質量 m_{SL} 扣除矽晶球晶體缺陷以及雜質的質量 m_{defect} ：

$$m_{\text{sphere}} = m_{\text{core}} - m_{\text{defect}} + m_{\text{SL}} = N \times \bar{m}(\text{Si}) - m_{\text{defect}} + m_{\text{SL}} \quad (A2)$$

其中球核的部分可以表示為矽原子數 N 乘上矽原子的平均原子量 $\bar{m}(\text{Si})$ ，而矽原子的數量則是利用球面干涉儀量出矽晶球內層的體積 V_{core} ，以及利用整合式 X 光與光學干涉儀量出矽的晶格常數(Lattice Constant) a ，矽晶體為鑽石結構，單位晶胞(Unit Cell)的三個邊長相等，一個晶胞內含 8 個矽原子，如附二-圖 A8。

因此矽原子數 N 可以(A3)表示:

$$N = \frac{V_{\text{core}}}{a^3} \times 8 \quad (\text{A3})$$



附二-圖 A8: 矽原子於單位晶胞的排列方式

而矽原子的平均原子量則透過質譜儀分析可以得到，也就是矽的同位素 ^{28}Si 、 ^{29}Si 以及 ^{30}Si 的含量百分比乘上原子量來計算，矽原子質量以電子質量作為基準，乘上矽原子相對電子質量之比值來表示之，如(A4)而電子質量與普朗克常數(Planck constant)有連結如(A5)所示:

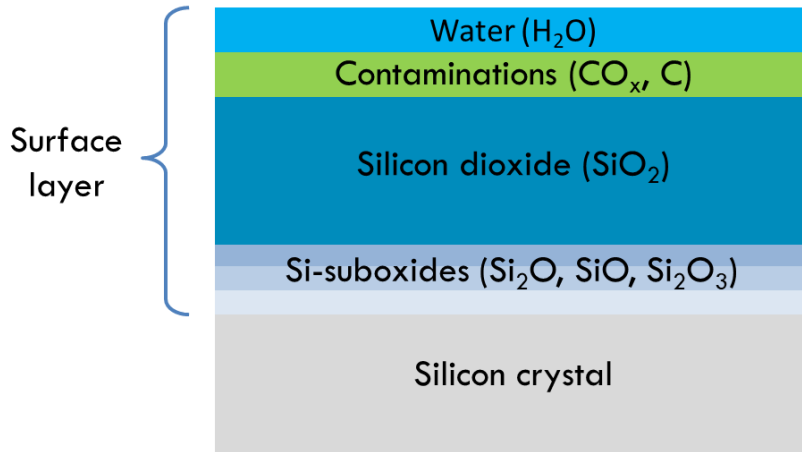
$$\bar{m}(\text{Si}) = \frac{\sum_i x_i(^i\text{Si}) A_r(^i\text{Si})}{A_r(e)} \times \frac{2hR_\infty}{c\alpha^2} \quad (\text{A4})$$

$$m_e = \frac{2R_\infty h}{c\alpha^2} \quad (\text{A5})$$

因此矽晶球質量與普朗克常數的關係為:

$$m_{ss} = \left(\frac{8V}{a^3} \frac{A_r(^{28}\text{Si})}{A_r(e)} \frac{2R_\infty}{c\alpha^2} \right) h \quad (\text{A6})$$

因此透過目前已訂定之普朗克常數 h ，我們可以決定矽晶球核心部分之質量。表層質量 m_{SL} 主要由水層、碳化物與矽之氧化物所組成，如附二-圖 A9 所示:



附二-圖 A9: 矽晶球表層組成

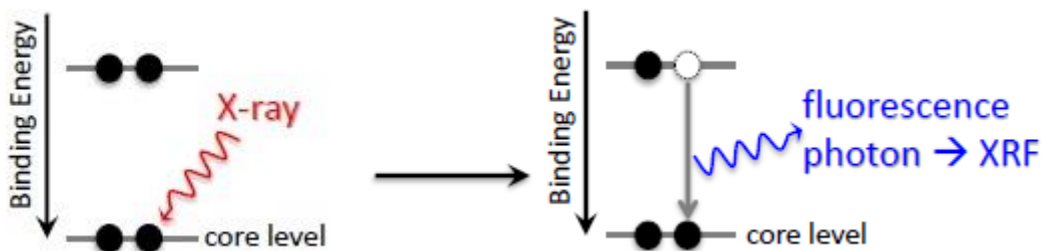
需透過 X 光光電子頻譜技術(X-Ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)與 X 光螢光頻譜技術(X-ray Fluorescence Spectroscopy, XRF)兩種技術結合來量測矽晶球表層的質量，其中表層質量大約會是數十微克之範圍(μg)，需要每年定期量測已確認其變化，表層質量 m_{SL} 量測技術之建立為本次客座研習的重點。

(2) XRF 與 XPS 原理

矽晶球表層質量的量測與定量工作結合了 XRF 與 XPS 的分析方法，首先準備五種不同厚度的 SiO_2 標準試片(2 nm、4 nm、6 nm、8 nm 與 10 nm)量測其 XRF 光譜，記錄下氧與矽的積分強度比值(O/Si ratio)，建立強度比值與單位面積氧沉積量(ng/cm^2)的關係，其中氧沉積量是透過 PTB 柏林院區利用同步輻射加速器 BESSY II 的無參考標準技術量測而得。有了標準片的作為氧沉積量的參考標準，接下來便量測矽晶球的 XRF 頻譜，利用標準片的參考曲線訂定出矽晶球表面的氧沉積量，而最後在進行 XPS 的量測 Si、O、C 三個元素的光電子頻譜積分強度，藉以得到此三個元素的光電子數比，利用已知的氧沉積量乘上各元素的比例，即可知道 Si 與 C 於矽晶球表層的質量。

XRF 原理:

XRF(X-ray 螢光頻譜) 以 X 光激發源照射待分析樣品，樣品中的元素之內層電子被擊出後，由外層電子來補足內層電子的空缺，並放出螢光，螢光由電子能階躍遷而來，因此為特定之波長，又稱為特徵光譜，不同的元素會放射出各自的特徵 X 光，具有不同的能量或波長特性，可用以分析樣品中的元素組成。附二-圖 A10 為 XRF 原理之示意圖:



附二-圖 A10: XRF 原理示意圖

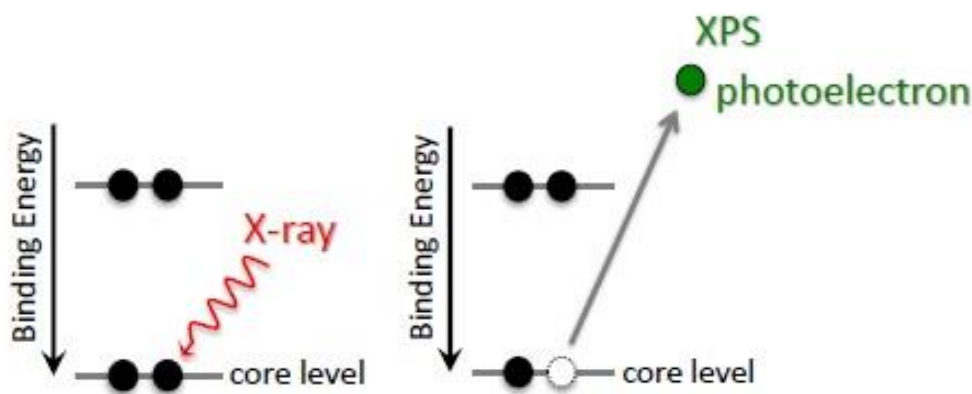
因此螢光頻譜的位置可以推估元素的組成，而螢光頻譜的強度與該組成之濃度有關。

XPS 原理:

XPS 的原理是束縛於原子之電子受到 X 光照射後，若入射 X 光光子能量 E_{photon} 大於電子之束縛能 $E_{binding}$ ，則電子可以脫離原子。而 XPS analyzer 收到光電子之後，可以由已知的入射光能量與電子之動能 $E_{kinetic}$ 回推至束縛能，來推測電子所屬的原子種類與能階，公式如下所示：

$$E_{binding} = E_{photon} - (E_{kinetic} + \varphi) \quad (A7)$$

以束縛能或光電子的動能為橫座標，相對強度(counts/s)為縱座標可做出光電子能譜圖，從而獲得樣品的有關資訊。其示意圖如下附二-圖 A11 所示，相對強度正比於光電子的數量 = 該元素的原子數量。



附二-圖 A11: XPS 原理示意圖

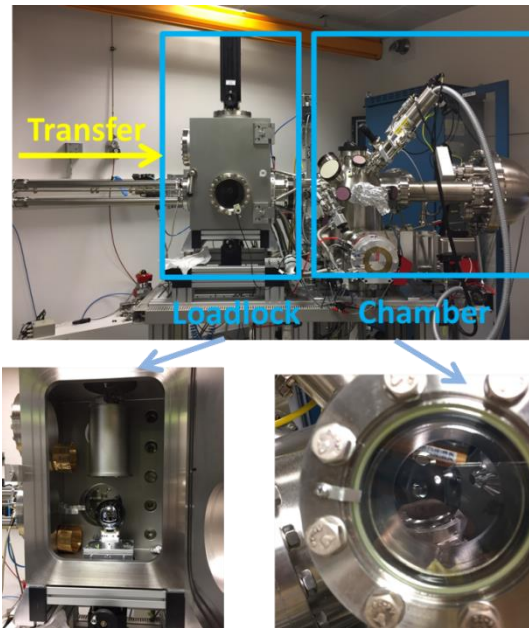
(3) 量測流程與系統介紹

整合式 XRF XPS 系統

起初矽晶球的表層質量量測於柏林的 BESSY II 進行，之後便專為矽晶球的量測設計了一套 in house 系統以方便放置在布朗斯威院區進行各種矽晶球樣品的量測，此機構主要分成兩大部分，其一是 Loadlock (真空傳送腔體)，此為矽晶球樣品更換的場所，可以視為外界大氣與超高真空腔的連結區塊，透過樣品傳送裝置 transfer 將矽晶球推進真空腔體內，Loadlock 區域亦須要保持乾燥清潔以做儲存 sample holder 以及二氧化矽參考試片等用途；另一區塊為 Chamber (UHV 分析腔體)，為量測 XRF 與 XPS 光譜的地方，須維持真空度於 10^{-9} mbar，由於此量測系統是專為矽晶球量測所設計，因此 X 光射源、X 光光子頻譜以及 XRF 擷取訊號用的矽飄移偵測器 (silicon drift detector) 皆已固定角度，下附二-圖 A12 為系統的實體圖片。

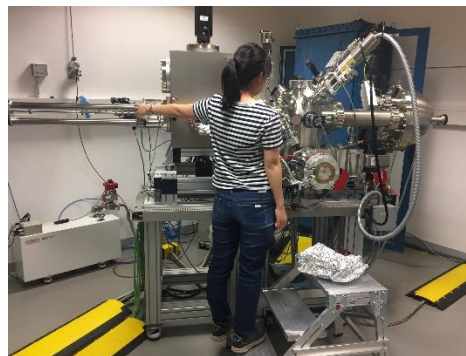
Loadlock 與 Chamber 之間有一閘門相隔，若要傳送矽晶球前需要 Loadlock 抽至 10^{-7} mbar 再將此閘門打開，而矽晶球更換樣品的步驟為

- 打開閘門，將矽晶球由 chamber 拉回 loadlock。
- 關掉 turbo pump，並打開氮氣瓶注入 loadlock 使腔內回復至 1 大氣壓，注入乾燥氮氣可確保 loadlock 腔體不受污染。



附二-圖 A12 整合式 XRF/XPS 系統實體圖

- c. 打開 Loadlock 腔體，以 Loadlock 的矽晶球 holder 撐起矽晶球，以利更換樣品作業進行。
- d. 關上 Loadlock 腔體，打開 scroll pump 粗抽真空度至 10^{-2} mbar，並且關掉氮氣輸入，接著打開 turbo pump 使 loadlock 真空度抽至 10^{-7} mbar 為止。
- e. 打開 loadlock 與 chamber 之間的閥門，利用 transfer 將矽晶球推進超高真空腔以便進行量測工作，如附二-圖 A13。



附二-圖 A13: 利用 transfer 將矽晶球推入 chamber 的操作

整合式 XRF XPS 系統的結構，主要為

- ✓ X 光射源:以鋁為靶材，能量為 $Al K_{\alpha}$ 1486.6 eV。
- ✓ 石英單晶 X 光單色器:X 光由 X-ray tube 進入腔體，利用一反射鏡將 X 光反射至單色器，透過單晶布拉格反射使能量解析度提升至 0.6 eV，再入射至樣品表面，石英單晶的尺寸為 100 mm x 140 mm。
- ✓ X 光光子頻譜:用於 XPS 量測過程收集與分析光電子動能，再轉換成束縛能以進行元素成分分析，與 X 光單色器的夾角為 magic angle 54.7° 。在量測過程中可以依據需求調整 Pass Energy (20 eV、40 eV、80 eV)。在最初架設的時候需要準備一

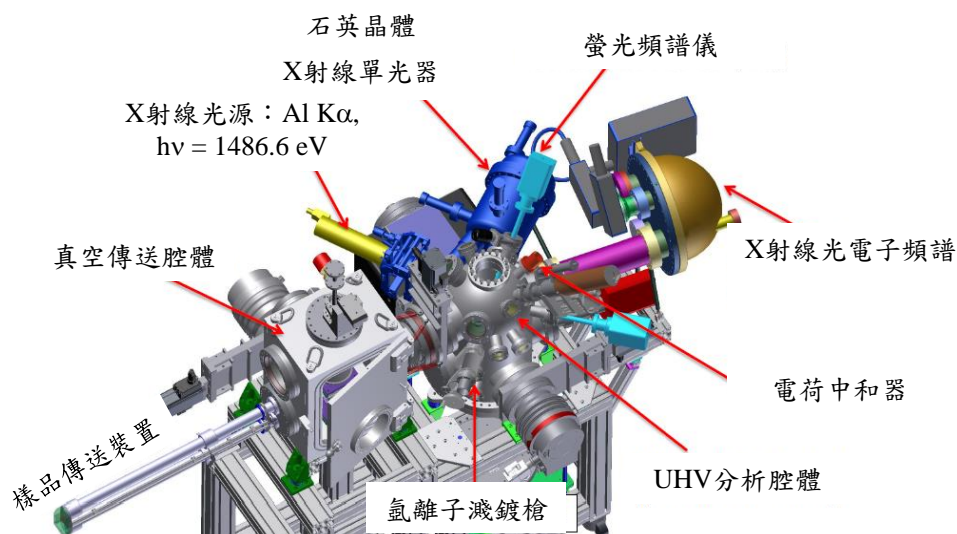
組參考試片(Au、Ag、Cu)進行 Transmission Function 的量測，以了解不同光電子能量對此光子頻譜的反應。

- ✓ 螢光頻譜分析儀:用於 XRF 訊號的測量，為高能量解析度的 silicon drift detector (SDD)需要先送至 PTB 柏林院區做頻率響應的校正，此分析儀被定位在非平面的位置，與來自石英單色器的 X 光夾 45°以及仰角 15°。開機後須在-30°C 的低溫操作。
- ✓ 電荷中和器:在量測 XPS 光電子頻譜時所用，以補充樣品表面打出的電子，如下附二-圖 A14。



圖 14: 電荷中和器

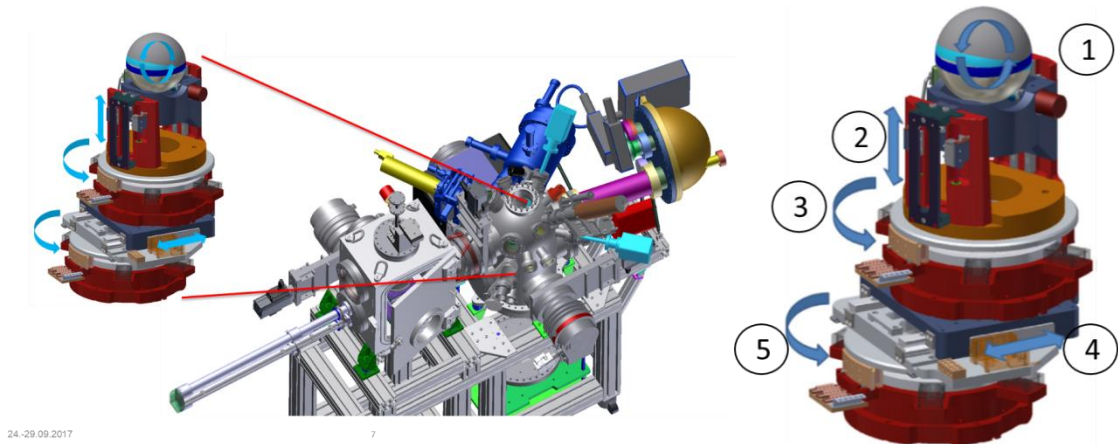
- ✓ 氬離子濺鍍槍:用於 XPS 量測，其功用是透過離子濺射或團簇濺射去除表面污染，在此系統中用於一開始 XPS Transmission Function 量測時去除標準試片表面的雜質，但後續量測矽晶球時就不使用以免破壞矽晶球的表面。下附二-圖 A15 為整合式 XRF XPS 系統的俯視圖:



附二-圖 A15: XRF XPS 系統

- ✓ 超高真空五軸調整座

五軸調整座位於 UHV 分析槍體內，用於樣品於真空腔內的位置與入射角度調整以進行樣品表面組成與氧化物 mapping 的工作，如下附二-圖 A16 所示，由兩個平移軸與三個旋轉軸所組成。



附二-圖 A16: 超高真空五軸調整座

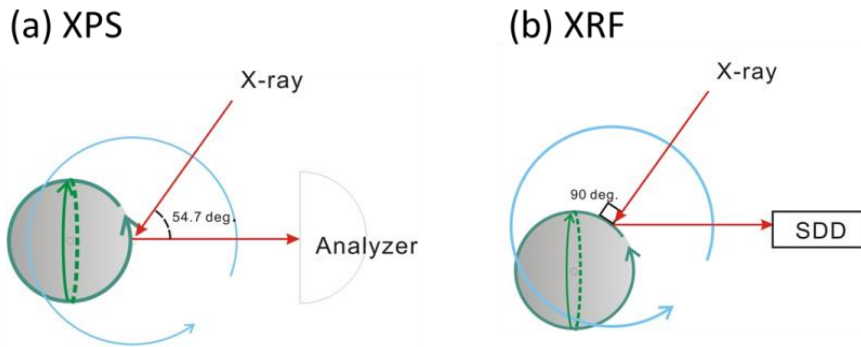
附二-表 A2 為 5-axis UHV non-magnetic manipulator with control for 5 piezo axes 的詳細規格:

附二-表 A2: 超高真空五軸調整座之馬達移動範圍與解析度

Number	Type	Range	Step Resolution
#1	Rotation	No fix range	0.0006°
#2	Linear	27 mm	0.000061 mm
#3	Rotation	370°	0.0001°
#4	Linear	60 mm	0.0001 mm
#5	Rotation	100°	0.0001°

上表為超高真空五軸調整座的可動範圍還有馬達解析度。#2 和 #4 的作用是平移，將樣品調整至 chamber 中心的位置；#5 是繞著 chamber 中心旋轉可調整 X 光入射樣品的角度；#1 和 #3 可以是繞著樣品中心旋轉。

下附二-圖 A17 為(a) XPS 與(b) XRF 在腔體中入射幾何的示意圖。矽晶球由超高真空五軸調整座所控制，其中矽晶球的表面位於腔體的中心，藍色的旋轉軸繞著腔體中心旋轉，決定 X 光入射矽晶球表面的角度：XPS 與偵測器之間的夾角為 54.7°，而 XRF 則採用直角入射的方式。而矽晶球上則有另外兩個旋轉軸(綠色)，此兩軸之旋轉中心為矽晶球的球心，可以改變 X 光打在矽晶球表面的不同位置，藉此量得整顆矽晶球表層的訊息，通常矽晶球表面會取 240 個點量測光譜，得到整顆球的光譜分布，在最初進行機構調整與架設時，需確認馬達之重複性，以利後續監控矽晶球表層質量的變化。其方法是重複量測一表層氧化物不均勻分布的矽晶球，量測表面 240 個點的 XPS 光譜並進行 mapping 與質量分析，確認 #1 和 #3 兩個馬達在旋轉時不會造成矽晶球自身的滑動。



附二-圖 A17: XPS 與 XRF 的入射光幾何角度

量測流程

<p>五種厚度的 SiO₂ 試片 XRF 頻譜量測</p> <p>建立 O/Si 的比值與標準試片單位面積氧沉積量 (ng/cm²) 的線性關係</p>	<p>矽晶球的 XRF 頻譜量測</p> <p>量測矽晶球 O/Si ratio，利用內插法得到對應矽晶球表面之氧沉積量。</p>	<p>矽晶球的 XPS 頻譜量測</p> <p>掃描 Si、O、C 三個元素的光電子頻譜得到三個元素的原子數比，以及分子的組成種類。</p>
--	---	--

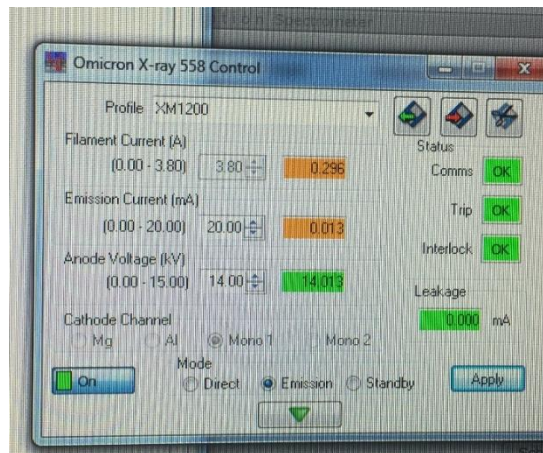
※參考試片需要定期校正此線性關係，但不需要每次量測矽晶球之前都校正。

a. 開機

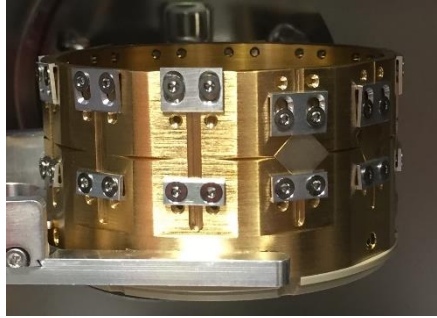
X-ray tube 的操作模式是 Emission mode，參照附二-圖 A18，此時可以調整 Emission current 與 Anode Voltage (= 14 keV)，等待穩定後開始 X 光量測。

b. 五種厚度的 SiO₂ 試片/矽晶球 XRF 頻譜量測

首先戴上手套，並在手套上噴一些酒精清潔手套，接著利用螺絲將 SiO₂ 試片鎖在 sample holder 的側面，此種 sample holder 的設計一次最多可以鎖 12 片樣品，因此可以節省量測過程中更換樣品的時間，如下附二-圖 A19 所示。



附二-圖 A18: X-ray tube 操作介面



附二-圖 A19: XRF sample holder

使 Loadlock 回到一大氣壓後，將儲存於 Loadlock 腔體的轉接裝置鎖在 transfer 上 (固定用的螺絲平日亦存放在 Loadlock 內)，如附二-圖 A20 所示，最後將 sample holder 依照上面刻痕轉入轉接裝置(注意固定過程中手盡量不要碰到腔體內的部位)，最後以酒精噴溼微纖維布來擦拭 Loadlock 的邊框，在將門關上，開始進行抽真空的工作。

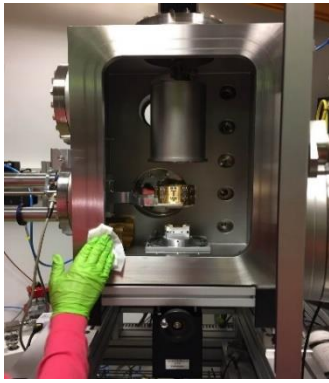
抽真空完成後將樣品利用 transfer 傳送至 chamber，接著在開始量測之前，需要將 chamber 中幾個窗口遮起來，並用鋁箔紙將攝影機包覆，使 SDD 不受可見光雜訊干擾。量測流程為收集 X 光打至 sample 後螢光訊號，介面設定如下，開機後等 SDD 溫度降至 -30°C 才可以開始進行，設定預計收的螢光頻譜範圍是 10 keV 以內 (目標頻譜範圍是 0 - 2 keV)，並設定 Max count rate = 60 kcps (one thousand counts per second)，如附二-圖 A21 所示。標準試片以及矽晶球的設定相同，唯一不同的是收集訊號的時間，標準試片是 600 s，接著利用#3 馬達旋轉至下一個試片的位置進行量測；而矽晶球則是收集 240 s，再旋轉#1 和#3 至矽晶球上其他的位置。



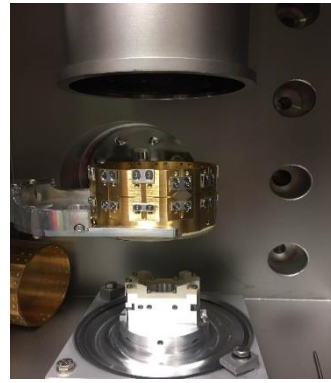
取下標準試片轉接裝置



鎖在 transfer 上

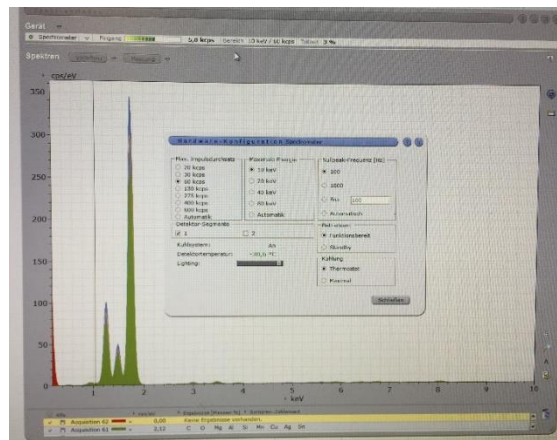


將 sample holder 轉入轉接裝置



以酒精擦拭 Loadlock

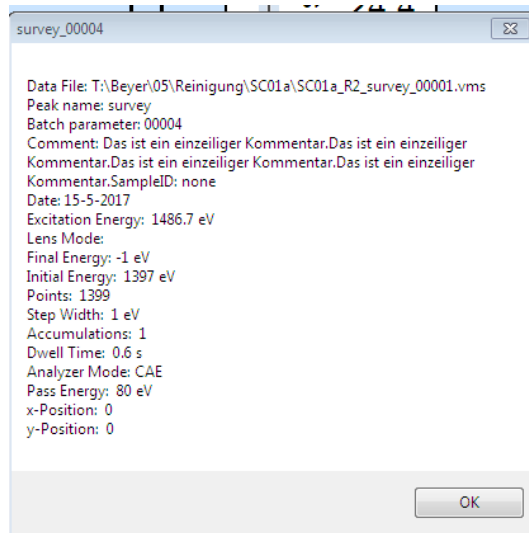
附二-圖 A20: SiO₂ 參考試片樣品放置流程



附二-圖 A21: SDD 操作介面

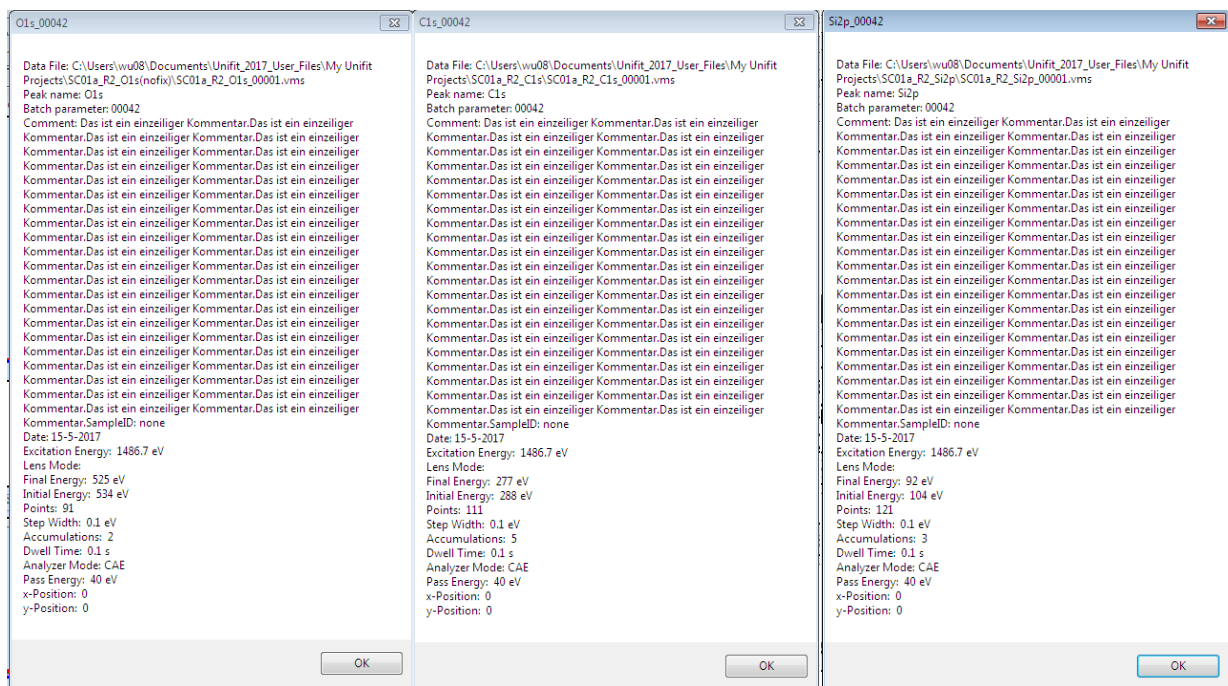
c. 矽晶球的 XPS 頻譜量測

在量測 XPS 時需要將電荷中和器(Charge Neutralizer)打開至 5。XPS 的量測分為兩種，其一是大範圍的掃描，一張頻譜掃出所有的元素，可以確定組成元素之間的能量差，以及元素間相對的強度關係，以確認矽晶球的清洗流程是否適當，稱為 survey (Pass Energy = 80 eV)；另一種則為細部掃描，會針對 Si、O、C 三個元素以較小的能量半寬去解析峰型的細部結構，以及帶有不同價數的三種元素之間的強度比值(Pass Energy = 40 eV)。由於 C 元素是其中較弱的訊號，訊雜比較高，因此在每個位置會重複擷取 5 次 XPS 頻譜，再將 5 次的結果取平均後輸出。不同位置的矽晶球表面各元素的含量會有些許的差異，因此定量工作是取 XPS 分別在矽晶球上 240 個不同的位置的元素比例平均的結果。以下是 survey(如附二-圖 A22)還有針對三個元素細掃使用的參數，裡面包含了掃描範圍，取樣點數，時間以及重複次數等資訊。



附二-圖 A22: Survey:step width = 1 eV , dwell time = 0.6 s

下附二-圖 A23 為細掃三種元素的掃描參數，與 Survey 不同，step width = 0.1 eV , dwell time = 0.1 s , 而三種元素量測次數亦不同，在分析數據時必須列入考慮。



附二-圖 A23: O、C 以及 Si 之 XPS 量測參數

(4) XRF 參考試片數據分析

下附二-圖 A24 為五種不同厚度的 SiO₂ 參考試片的 XRF 量測結果。Si K_α 的訊號不只來自表層的 SiO₂ 薄膜，亦來自 Si bulk 的訊號，因此不同厚度的標準試片 Si K_α 的螢光強度差距不大，而 O K_α 的強度則與氧化層厚度相關。

而 Si K_α 與 O K_α 的積分強度 R_{osi} 比值與單位面積氧的沉積量呈現線性關係，可以透過 Sherman's equation(A8)擬合出之間的 Calibration Factor C_0 :

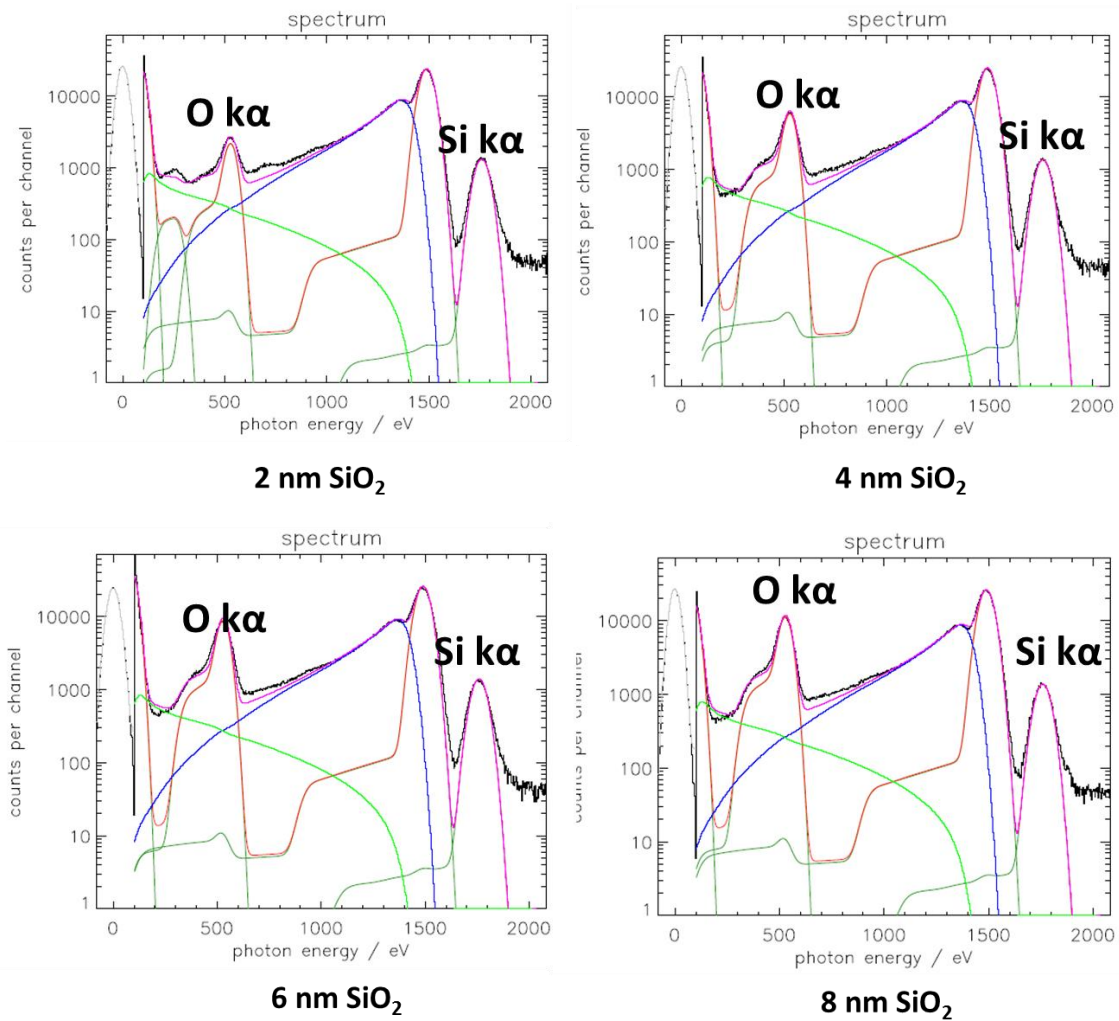
$$md_o = -\frac{G}{\mu_{tot}} \ln(1 - C_0 R_{Osi} \mu_{tot}) \quad (A8)$$

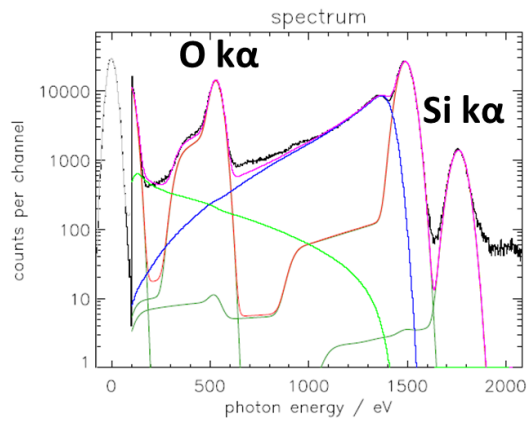
md_o : 單位面積的氧沉積量(ng/cm^2)，由德國同步輻射 BESSY II 的無參考 X 光螢光頻譜技術定出

G : 幾何參數，與入射角與出射角相關，在此種入射幾何下=1

R_{Osi} : Si K_α 與 O K_α 的積分強度比值

μ_{tot} : 吸收係數(total mass attenuation coefficient)，此樣品為 $7292 \text{ cm}^2/\text{g}$





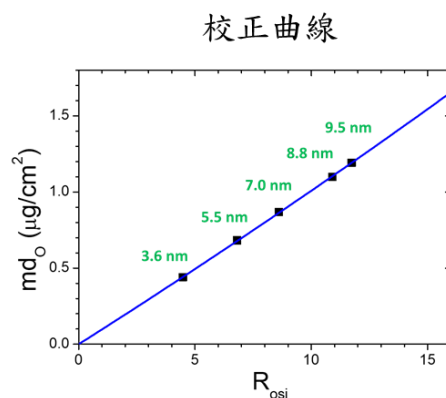
10 nm SiO₂

附二-圖 A24:不同厚度(2 nm-10 nm)SiO₂ 參考試片之 XRF 螢光頻譜量測結果
 以下為不同厚度的氧沉積量與計算出的 O/Si (R_{osi})表格，用以建立擬合曲線:

附二-表 A3、利用整合式 XRF XPS 系統所量測之標準試片 O/Si 比值

厚度	氧沉積量MD(g/cm ²)	O/Si 比值
10 nm	1.1919E-06	11.111
8 nm	1.0998E-06	10.344
6 nm	8.6849E-07	8.221
4 nm	6.8226E-07	6.526
2 nm	4.3949E-07	4.275

附二-圖 A25 是擬合的結果:



➔ 擬合結果

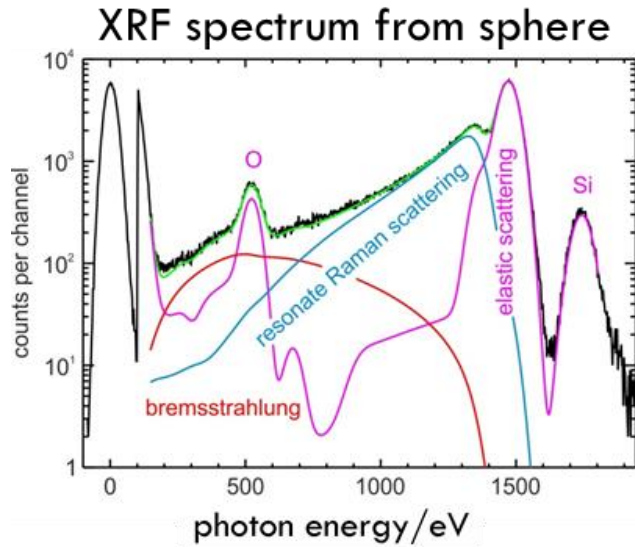
	Value	Standard Error
C_o	1.049E-07	5.37E-10

附二-圖 A25: 單位面積氧沉積量(g/cm²)與 XRF O/Si 強度比值的線性擬合

矽晶球的 XRF 頻譜即可透過此參考曲線由已知的 O/Si 比值決定矽晶球的氧沉積量。

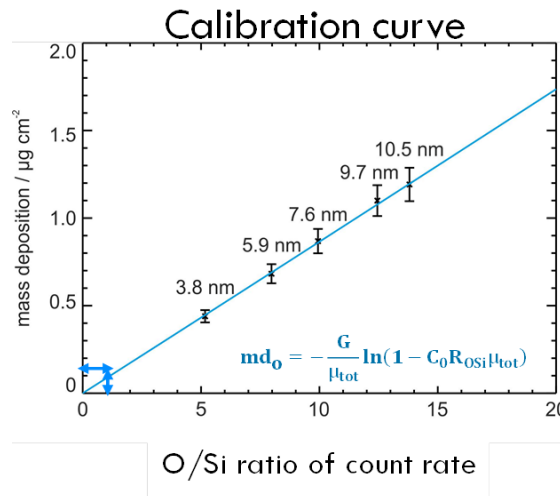
(5) 矽晶球表面 XRF 定量

下附二-圖 A26 為矽晶球的 XRF 頻譜:量測到的頻譜需要針對背景值做修正，而修正的依據來自於螢光頻譜偵測器 SDD 對不同能量的接收效率而定；除此之外，亦須考慮電子撞擊 Al 靶材之後減速放出的連續光譜 bremsstrahlung 以及 X 光與樣品交互作用所產生的非彈性散射 resonant Raman scattering，才能精確的定出 O 與 Si 的強度比值。



附二-圖 A26: 矽晶球的 X 光螢光頻譜

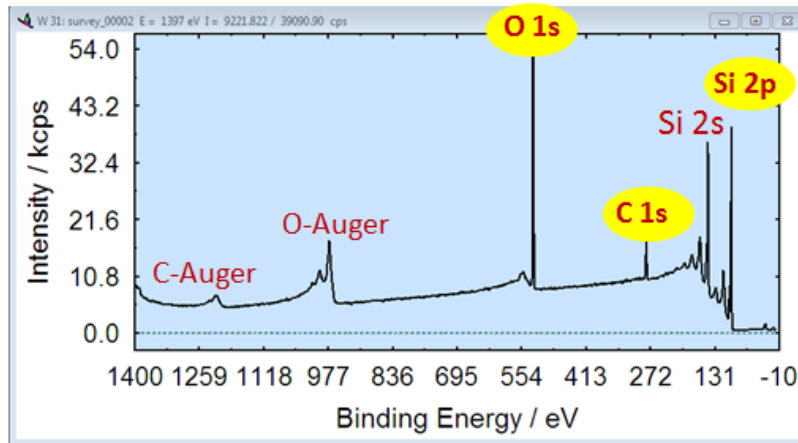
矽晶球表面的 O/Si 比值為 1.0563，藉由內插法代入利用標準試片擬合的 Sherman's equation 可以得到矽晶球每單位面積的氧沉積量為 110.9 ng/cm²。附二-圖 A27 中藍色的箭頭處指出了矽晶球所對應之氧沉積量的位置：



附二-圖 A27: 矽晶球在擬合曲線中的對應氧沉積量

(6) XPS 數據分析

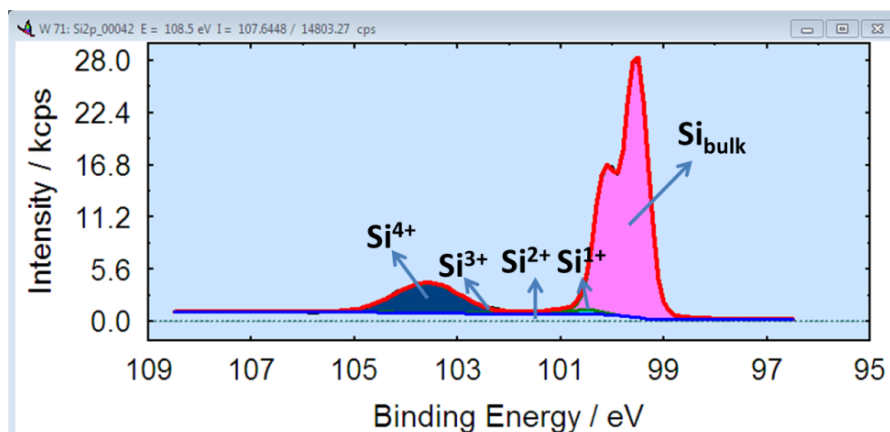
附二-圖 A28 是大範圍的 XPS 能量掃描結果，可以用來確立個元素間大致上的含量比值，還有相對的能量關係，在矽晶球表層質量的分析，我們所關注的是 O 1s、C 1s 以及 Si 2p，而能量參考基準是 Si 2p 的束縛能修正為 99.5 eV，其他元素亦是平移相同的能量。而 O 1s、C 1s 以及 Si 2p 的細部結構，不同價數的原子組成則是針對單一元素擷取數據來計算積分強度(光電子數含量)。



附二-圖 A28: 矽晶球的大範圍的 XPS 光電子頻譜量測結果

Si 2p XPS 數據

Si 2p 的光電子頻譜如附二-圖 A29，強度最強的來源是 Si bulk，它是來自矽晶球內部的訊息，與表層的氧化物無關，因此不列入表層質量的計算；而強度第二的訊號來自於 Si⁴⁺，即是 SiO₂ 的訊號，而中間三個小訊號則來自於 Si 的次級氧化物，例如: SiO, Si₂O₃...等，在定量過程中皆須列入計算，由於 Si 2p 有兩種自旋數 Si 2p_{1/2} 與 Si 2p_{3/2}，因此 Si bulk 的擬合須採取 doublet 的形式，而兩個峰高的比例維持在 0.6，首先將 Si_{bulk} 在 2p 軌域的束縛能定為 99.5 eV，並查表決定其他 Si 氧化物相對於 Si_{bulk} 的差值，利用 XPS 分析軟體 Unifit 來計算不同價數的 Si¹⁺、Si²⁺、Si³⁺ 與 Si⁴⁺ 氧化物的積分強度，此分析軟體包含了能量水平調整，計算各元素的積分強度以及定量的功能，而模擬過程中在一開始放入正確的起始條件有助於峰型的擬合，因此起始條件的設定: 峰型的極值、峰型的半高寬，兩峰之間的能量差值.....等格外重要，附二-圖 A30 是 Si 2p 的起始參數設定。

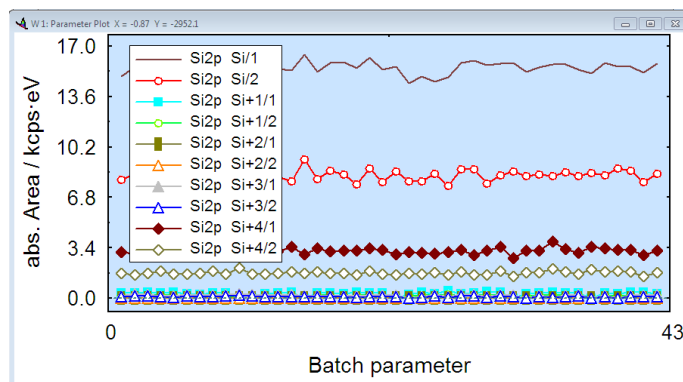


附二-圖 A29: Si 2p XPS 數據

挑選其中一個 XPS 的掃描結果進行曲線擬合後，若是計算結果的 χ^2 項小於 10，且帶有價數的 Si^{1+} 、 Si^{2+} 、 Si^{3+} 與 Si^{4+} 的峰型與擬合結果接近(Si_{bulk} 可以不計)，則可將此組起始參數帶入矽晶球表面其他位置的 XPS 量測結果。下附二-圖 A31 為各價數的矽在不同矽晶球的位置的積分面積，可以看到矽氧化物在球面上的分布情形。

Fit Parameters Doublet/Convolution/Relative		Si	Si+1	Si+2	Si+3	Si+4
Doublet name		Si	Si+1	Si+2	Si+3	Si+4
Peak height	Peak1	35380.6	0.0136995	0	0.0108439	0.0856202
	Peak2	0.55952	0.55952	1	0.55952	0.55952
GP-FWHM/eV	Peak1	0.47801	1.46564	0.9944	1.58383	2.45587
	Peak2	1	1	1	1	1
Position/eV	Peak1	99.6259	0.9163	1.84	2.7625	3.8661
	Peak2	0.6063	0.6063	0.6063	0.6063	0.6063
LP-FWHM/eV	Peak1	0.03439	1	1	1	1
	Peak2	1	1	1	1	1
Asymmetry	Peak1	0	0	0	0	0
	Peak2	0	0	0	0	0
FWHM/eV	Peak1	0.507	0.746	-12	0.77	1.185
	Peak2	0.514	0.752	-12	0.767	1.183
abs. Area	Peak1	19578	397.01	0	317.55	3841
	Peak2	11221	224.33	0	176.6	2144
rel. Area	Peak1	0.5166	0.0105	0	0.0084	0.1013
	Peak2	0.2961	0.0059	0	0.0047	0.0566

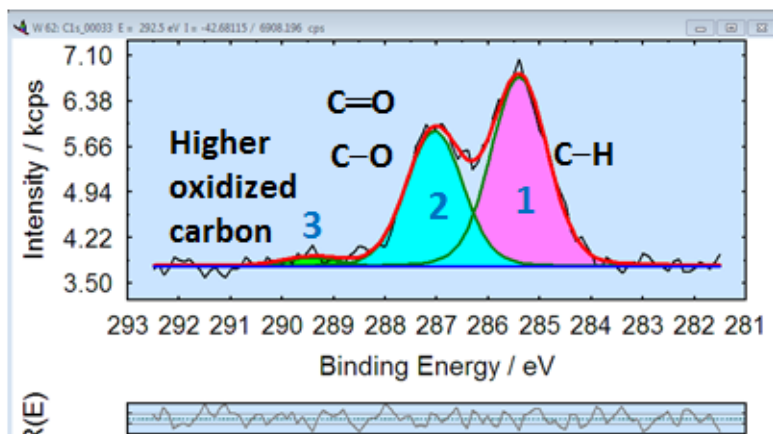
附二-圖 A30: Si 2p 分析參數



附二-圖 A31: SiO_2 與其氧化物在矽晶球表面各點的積分強度

C 1s XPS 數據

C 1s 的峰型由三個 Single Peak 描繪，如附二-圖 A32，代表著三種不同價數的碳化物，量測數據如下，



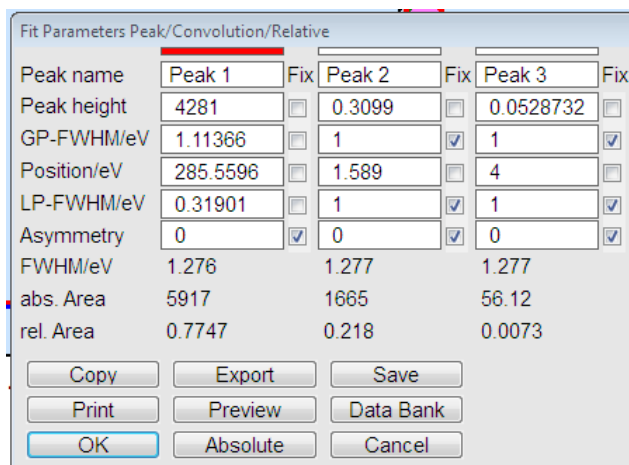
附二-圖 A32: C 1s XPS 數據

Peak 1:aliphatic，屬於碳氫化合物，不含氧。

Peak 2:alcohols (C-O)，ethers (C-O-C)，aldehydes (C=O)。

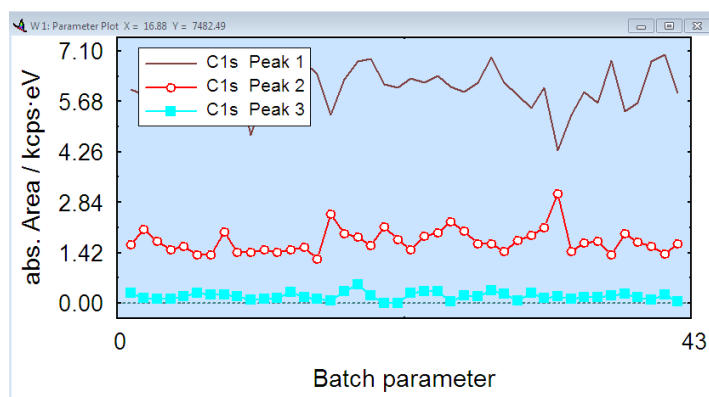
Peak 3:carboxyl，carbonate groups。

下附二-圖 A33 是 C 1s 數據擬合的起始條件:



附二-圖 A33: C 1s 數據擬合的起始條件

Peak 1~ Peak 3 皆含有 H 的成分，但 XPS 並沒有量測 H 的相關訊號，因此 H 的含量是利用碳氫化合物中 C 元素與 H 元素的比例推估而得。下附二-圖 A34 是在矽晶球表面 42 個位置 C 元素積分強度的分布:

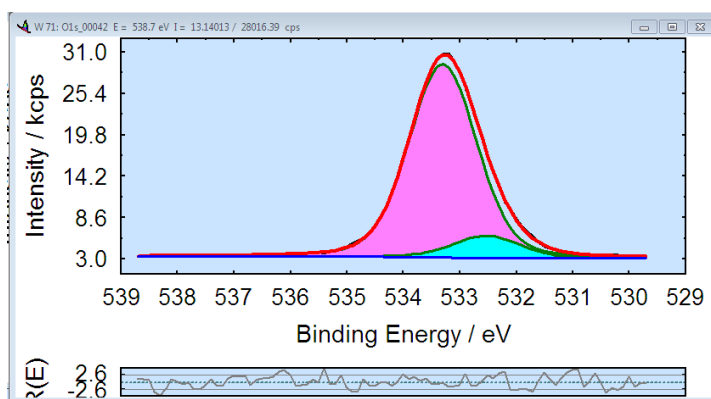


附二-圖 A34: C 元素在矽晶球上各點的積分強度

可以看出 C 元素相較於 Si 元素分布較不均勻，因此定量結果需要取整顆球的平均積分強度做為參考。

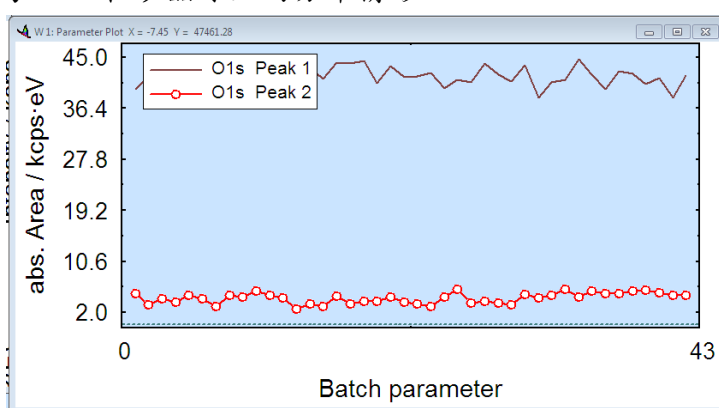
O 1s XPS 數據

O 分成兩個 single peak，其光電子數的積分強度需與 XRF 的氧沉積量做連結換算，作為 Si 與 C 的參考標準，下附二-圖 A35 是 O 1s XPS 數據:



附二-圖 A35: O 1s XPS 數據

以及附二-圖 A36 為 O 1s 在矽晶球上的分布情形:



附二-圖 A36: O 元素在矽晶球上各點的積分強度

計算出三個元素 Si, C 以及 O 的積分強度後, 由於擷取 XPS 訊號之能量分析儀對各能量區間之反應不同, 因此需要將此積分強度歸一化才能制定出三個元素含量之比值。其公式為:

$$I'_{jA} = \frac{I_{jA}}{\sigma_{jA} \cdot \lambda(KE) \cdot T(KE)} \quad (A9)$$

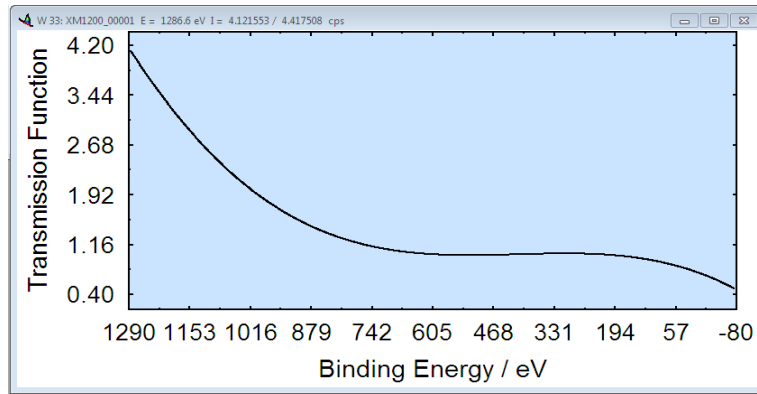
I_{jA} : 元素 A, 第 j 個光電子的積分強度

σ : 原子吸收截面(Cross-Section)

λ : 光電子非彈性平均自由徑(Inelastic Mean Free Path of the Photoelectron)

T : 透射函數(Transmission Function)

而 cross section 的參考依據是 Scofield 有關 Subshell Photoionization cross-section 的文獻, 而 Mean Free Path 則是參考 Tanuma: Calculations of Electron Inelastic Mean Free Paths。而 Transmission Function 則是使用 Au、Ag、Cu 的標準試片放入 chamber 中以不同 Pass Energy 進行量測, 以下是 Pass Energy = 40 eV 的 Transmission Function 量測結果, Pass Energy 與三個元素的掃描所使用的相同, 如附二-圖 A37。



附二-圖 A37: Pass energy = 40 eV 的 Transmission Function

矽晶球單一位置的定量亦可用 Unifit 軟體輸入 Transmission Function, Cross Section 與 Mean Free Path 計算出來，並計算積分強度的百分比：

$$c_A = \frac{I'_{JA}}{\sum I'}. \quad (\text{A10})$$

各元素的計算結果如下，其中 Si_{bulk} 未計入總積分強度的計算，僅考慮 SiO₂ 與他的次級氧化物，如附二-圖 A38；

Window	Peak name	Parameter	Area/cps eV	EB/eV	Sigma	Lambda	IERF	Sens. Fact	Norm. Area	Quant./at. %
<input checked="" type="checkbox"/> 30 1	C1s_00001	00001	9020.66152	285.54	1	20.28	1.024	20.767	434.374 518.975	21.15 25.27
<input checked="" type="checkbox"/> 30 2	C1s_00001	00001	1755.13098	287.18	1	20.26	1.024	20.746	84.6009	4.12
<input checked="" type="checkbox"/> 30 3	C1s_00001	00001	0	289.55	1	20.23	1.024	20.716	0	0
<input checked="" type="checkbox"/> 31 1	O1s_00001	00001	51405.6630	533.04	2.93	17.08	0.998	49.944	1029.26 1120.64	50.12 54.57
<input checked="" type="checkbox"/> 31 2	O1s_00001	00001	4566.76592	532.26	2.93	17.09	0.998	49.974	91.3828	4.45
<input type="checkbox"/> 32 1	Si2p_00001	00001	0	99.54	0.817	22.58	0.906	16.714	0 414.004	0 20.17
<input checked="" type="checkbox"/> 32 2	Si2p_00001	00001	678.489156	100.46	0.817	22.57	0.907	16.725	40.5673	1.98
<input checked="" type="checkbox"/> 32 3	Si2p_00001	00001	0	101.38	0.817	22.56	0.908	16.736	0	0
<input checked="" type="checkbox"/> 32 4	Si2p_00001	00001	271.110962	102.31	0.817	22.55	0.909	16.747	16.1886	0.79
<input checked="" type="checkbox"/> 32 5	Si2p_00001	00001	5990.70406	103.42	0.817	22.53	0.911	16.769	357.248	17.4

如附二-圖 A38: XPS 各元素積分強度比值

由計算結果可以得到 Si、C、O 的組成百分比，其中 O 占多數約為 55%。Unifit 僅能計算單點位置的元素含量，因此要得到整顆球的資訊必須將數據截取出來，各位置組成取平均視為矽晶球的整體元素分布。

(7) 表面各元素質量定量

a. XRF 制定出的氧沉積量 MD(ng/cm^2)換算出每單位面積有多少顆 O 原子：

$$\text{每單位面積 O 原子數} = \frac{\text{單位面積氧沉積量}}{\text{氧原子量}} \times \text{亞佛加厥常數} \quad (\text{A11})$$

b. 2. 利用 Si 與 O 以及 C 與 O 的百分比 c_{si} , c_c , c_o 計算 Si 原子與 C 原子的數量，再轉換成 Si 與 C 在矽晶球表面的質量 md_{si} 與 md_c ：

$$md_{O+si} = md_o + md_o \cdot \frac{m_{Si28} c_{Si}}{m_o c_o} \quad (\text{A12})$$

$$md_C = md_c \cdot \frac{m_C c_C}{m_O c_O} \quad (A13)$$

c. 計算矽與碳的氧化物所用的氧含量:

令 Si^{4+} 的積分強度比值為 a %，則氧原子消耗了 a % x 2，此為 SiO_2 的氧含量。 Si^{2+} 的積分強度比值為 b %，則氧原子消耗了 b %，此為 SiO 的氧含量。C 的含量依據組成物不同，C 與 O 的比例不同，因此每個峰值分開討論，最後計算時採用每個 peak 中平均的 O/C 比值，如下附二-表 A4 所示:

附二-表 A4: C1s 光電子頻譜中三個峰值所對應之 O 配位數

O/C ratio	Peak 1	Peak 2	Peak 3
O content min	0.00	0.50	0.33
O content max	0.00	1.00	0.50
O/C average	0.00	0.75	0.42

其中 Peak 1 不含氧，假設 Peak 2 的積分強度佔 d %，Peak 3 佔 e %，則碳化層所消耗的 O 原子為 d % x 0.75 + e % x 0.42。

d. 估計氫的含量

H 有兩個來源，一來自碳氫化合物，另一來自水層，以下分開討論。

碳氫化合物由 C 的 XPS 來定量，下附二-表 A5 為 XPS 頻譜中 O 與 H 的比例

附二-表 A5: C1s 光電子頻譜中三個峰值所對應之 H 配位數

H/C ratio	Peak 1	Peak 2	Peak 3
H-content min	0.50	0.00	0.00
H-content max	3.00	6.00	1.00
mean H-content	1.75	3.00	0.50

由 C 的三個 peak 來計算 H 的原子數，peak 1 佔 c %，peak 2 佔 d %，peak 3 佔 e %，則碳氫化合物中 H 的含量等於 c % x 1.75 + d % x 3 + e % x 0.5。

另一部分的氫來自於水，矽晶球表層水的含量以由 XRF 完成氧沉積量定量的氧扣除被矽氧化物 SiO_x 所使用的氧以及被碳化污染物層所利用的氧氣來推估:

$$O_{H_2O} = O_{total} - O_{SiO_x} - O_{carbonaceous} \quad (A14)$$

其中碳化污染層與氧的鍵結是取 3 個 peak 裡面各自的平均配位數，又剩餘的氧氣與氫的比例是 1:2，因此氫原子的數量為:

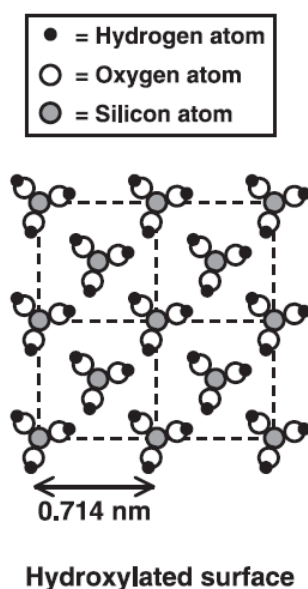
$$H_{H_2O} = O_{H_2O} \times 2 \quad (A15)$$

e. 估計 Si hydroxyl 中 Si 的含量

根據 Mizuhima 在 2004 年發表 *Metrologia* 的文章: Determination of the amount of gas absorption on SiO₂/Si(1 0 0) surface to realize precise mass measurements, 矽的氧化物在表面會與水結合成為單層的 hydroxyl, 而 Si 的 hydroxyl 訊號亦應包含在 XPS 的量測結果中, 但由於 hydroxyl 的 peak 位置與 Si_{bulk} 非常接近難以分辨, 因此引用 paper 中的參考值作為 Si hydroxyl 於矽晶球表面的修正量。根據文獻, hydroxyl 的晶格常數 (Lattice constant) 為 0.714 nm, 而矽晶球的半徑為 9.37 cm, 可計算出矽晶球的表面積為 $4\pi r^2 = 275.96 \text{ cm}^2$ 。因此可計算在矽晶球表面有多少 hydroxyl 的單位晶胞:

$$\text{Number of hydroxyl on Si-sphere} = 275.96 \text{ cm}^2 / (0.714 \text{ nm})^2 \quad (\text{A16})$$

下附二-圖 A39 為 Si hydroxyl 的結構, 每個單位晶包含有兩個 Hydroxyl, 而每個 hydroxyl 含有一個矽, 因此矽原子的用於 hydroxyl 的修正量為 Number of Si from hydroxyl = Number of hydroxyl on Si-sphere*2。



附二-圖 A39: Si hydroxyl 於單位晶胞內排列情形

f. 將各元素於每單位面積的含量換算為整顆矽晶球的表層質量

除了 hydroxyl 項次之外, 上述所討論的原子數量與質量皆是以 XRF 的氧沉積量為標準, 即單位面積的含量, 因此最後的定量工作需將單位面積的含量乘上矽晶球的表面積 275.96 cm^2 , 便可計算出整顆矽晶球表層各元素的含量。

(8) 表層質量量測之不確定度評估

不確定度評估主要由 XRF 的不確定度為基礎, XPS 各元素質量的不確定度由 XRF 衍生而來, 而 XRF 的不確定度來為主要為下列四項:

a. 再現性:

此項不確定度來自為在數周內多次使用整合式 XRF/XPS 系統量測矽晶球表層質量, 包含重新更換樣品以及抽真空的流程, 計算多次量測結果的不確定度。

b. Spectrum unfolding (Fit):

此項為使用擬合軟體將 XRF 量測結果以高斯分布擬合出 O K_{α} 與 Si K_{α} 兩項積分強度的比值，擬合結果與量測結果之間的不確定度。

c. Geometry factor:

此項來自於五軸馬達的重複性，是否可以在掃描矽晶球表面 240 個點時走到相同的位置。

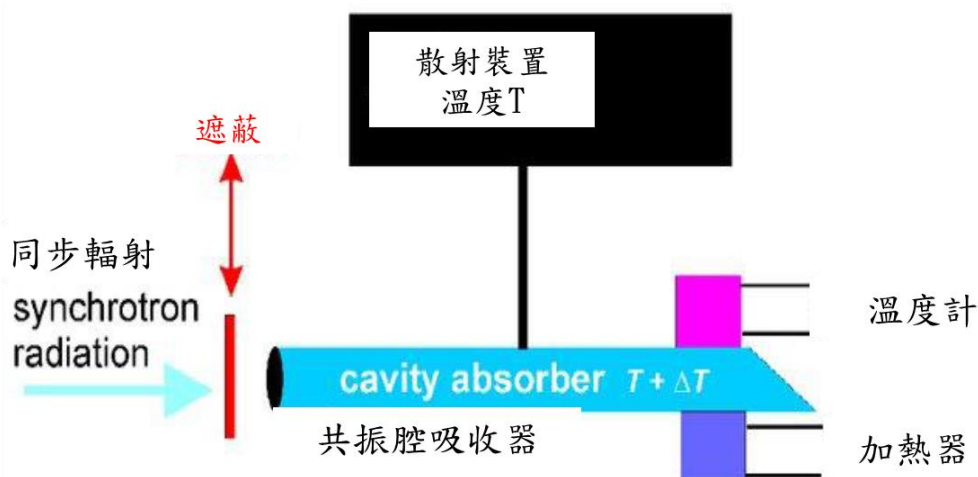
d. Calibration sample:

此項為使用 PTB 同步輻射無參考 X 光頻譜技術訂定 SiO₂ 參考試片之氧沉積量的不確定度，由 PTB 提供，約為 8%。

4. 參觀柏林同步輻射

3 月 26 日前往 PTB 位於柏林的 Willy-Wien-Laboratorium 與 PTB 在同步輻射 BESSY II 的實驗站，並由 Dr. Michael Kolbe 以及 Dr. Matthias Müller 以簡報介紹整合式 XRF XPS 系統的設計架構以及利用無參考 X 光頻譜技術制定氧沉積量的原理與實驗站簡介。

由於 BESSY II 的同步輻射儲存環光源穩定，因此可以透過低溫電子取代輻射計 (electrical substitution radiometer, ESR) 來校正輻射光強度以及能量對偵測器的反應，其結構為一個保持在溫度略高於液態氦之腔體，如附二-圖 A40，將輻射入射至腔體可以轉換成熱輻射，因此每單位面積的熱輻射可與同步輻射光與偵測器的反應做連結。



附二-圖 A40: ESR 示意圖

將擷取 XRF 訊號的矽飄移偵測器(SDD)透過 ESR 做校正之後，PTB 設計了一個真空腔放置於 BESSY II 的實驗站，可將矽晶球直接放置於真空腔內，利用已校正的 SDD 直接定量出矽晶球表面元素每單位面積的質量，其公式如下：

$$\frac{m_i}{F} = \left(-\frac{1}{\mu_{tot,i}} \right) \ln \left\{ 1 - \frac{P_{i,j}}{P_{in} \tau_{Xi}(E_{in}) \omega_{Xi} \frac{\Omega_{det}}{4\pi} \frac{1}{\sin\theta} \frac{1}{\mu_{tot,s}}} \right\} \quad (A17)$$

其中

$\frac{m_i}{F}$: 單位面積的元素沉積量；

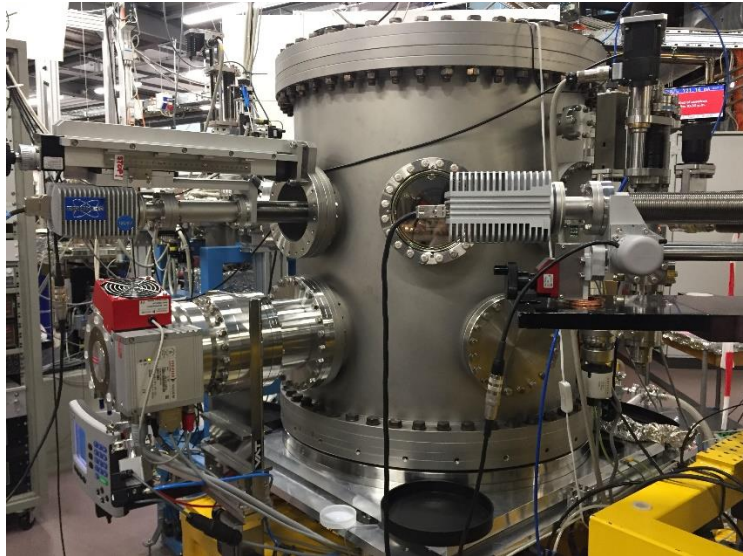
$P_{i,j}$: 為螢光強度的量測結果；

P_{in} : 入射光通量；

Ω_{det} : 偵測器實際接收的 solid angle；

τ_{Xi} : 光電子截面；

由於 SDD 已經完成校正，因此 $P_{i,j}$ 與 P_{in} 已經考慮了 SDD 對不同入射光能量的接收效率，因此可以藉由此公式來訂定各元素的含量，下附二-圖 A41 為位於 BESSY II 實驗站用於量測矽晶球表層定量的裝置：



附二-圖 A41: 無參考 X 光頻譜技術實驗站



附二-圖 A42: PTB 客座研習受訓證明

肆、檢討與建議:

- 質量重新定義將於今年的 2018 年第 26 屆國際度量衡大會(CGPM)通過與公告施行，但矽晶球亞佛加厥計畫已於 PTB 發展了 20 年左右的時間，由於此計畫所需量測的矽晶球參數眾多，包含了矽晶格常數、矽晶球體積、晶體密度、使用橢偏儀量測表層質量厚度、同位素組成分析.....等，因此雖是屬於質量方面的議題但卻是大规模的跨部門合作，每個部門各司其職，試圖將量測不確定度在自己所負責的領域降到最低，各部門是一種競爭與合作的關係，而每個月也進行跨部門的會議向參與計畫的所有部門報告使大家對目前的進度有更進一步的了解，亞佛加厥計畫的成功代表著跨部門合作

的重要性，也提醒我們思考加強橫向溝通以及讓各部門發揮所屬專長可以使整體計劃進行的更有效率，做為執行大計畫的思考方向。

- 目前新質量建置規劃之系統有兩大方向，其一是真空質量比較技術以及吸附效應，用意在於傳遞原級矽晶球質量標準至 NML 的標準砝碼作為校正使用；另一則是利用整合式 XRF XPS 系統量測矽晶球表層質量，在此兩項技術建置的初期，建議要將截取的數據請德國方面一起進行數據處理與擬合，以確認分析技術能力的正確性，再者，建議矽晶球以及二氧化矽參考標準片與矽飄移偵測器應定期送回德國量測以確認我們在量測與定量的整個技術否以足夠成熟，以維持我國的質量量測能力與先進國家等同。
- 在新質量量測技術建置初期，由於原級矽晶球造價較高，可考慮以次級矽晶球來完成 XRF XPS 系統內部定位以及矽晶球清潔時各項用品的測試，待結果較穩定後才使用原級矽晶球，以維持原級矽晶球的出廠狀態。
- 在 PTB 客座研習的這段期間，遇到了很多國家的研究單位去 PTB 的各部門學習，包含瑞典、伊朗、墨西哥、日本、印度...等，也得知 PTB 現在正派人員前往其他國家推廣以矽晶球實現質量新定義的方法，由此可見新質量計畫的重要性，未來我國在完成新質量系統建置後，可以思考建立一個交流示範的平台，提供給鄰近的亞洲國家關於建置經驗分享以及技術學習的心得。

(二) SI 新定義標準傳遞技術建立之國際合作研究

壹、出國任務

瞭解英國國家物理實驗室(National Physical Laboratory, NPL)新質量標準發展現況與新溫度(質量重要變因)標準建置研究

貳、目的及任務

一、目的:瞭解英國國家物理實驗室(National Physical Laboratory, NPL)新質量標準發展現況與新溫度(質量重要變因)標準建置研究

二、任務:

1. 瞭解 NPL 新質量標準發展現況，作為 NML 未來發展參考
2. 研習 NPL 聲學氣體溫度計，以利建立 NML 聲學氣體溫度計量測系統

參、出國內容概述及心得

一、國際與 NPL 新質量標準發展現況

1. 新質量標準

新公斤係根據普朗克常數來定義，並使用 Kibble 天平或 X 光晶體密度(亞佛加厥)實驗來實現。重新定義和後續追溯到自然界常數，理論上可確保 SI 單位制質量的長期穩定性，擺脫基於人工製品定義的目標，消除單一可追溯性對實現和全球傳播的局限性，這在理論上是可以實現的。實際上成功重新定義和後續傳播 SI 質量單位，必須達到 2×10^{-8} 的不確定度水準，這是極具挑戰性的。另外，成功實現公斤重新定義，必須建立從空氣中的質量單位追溯到真空中實現質量的穩健追溯性，這對於有效地重新定義可追溯到國際公斤原器(IPK)的單位，和由重新定義後的原級實現實驗中傳播該單位來說是必要的。

全球各地至少有 12 個機構在發展 Kibble 天平，其中四個(中國大陸，法國，美國和加拿大)NMI 已於 2017 年營運和發表數據，另外四個機構(土耳其，韓國，國際度量衡局(BIPM)和瑞士)目前正在營運中，且四個(南非，英國，德國和紐西蘭)NMI 正在開發中。正在開發的天平具主題領域創新者包括:南非(National Metrology Institute of South Africa, NMISA)系統包含 3D 列印部件；英國 NPL 系統涵蓋一種新穎的設計，其中一種模式針對小質量，另一種針對較大質量；德國聯邦物理技術(Physikalisch-Technische Bundesanstalt, PTB)普朗克天平系統是應用在產業的自校精密天平；紐西蘭(Measurement Standard Laboratory, MSL)天平包括兩種壓力天平。

上述已營運和發布結果的四個 Kibble 天平:中國計量科學研究院(National Institute of Metrology, NIM)焦耳天平 2017 年 5 月的相對不確定度為 2.4×10^{-7} 未被科學技術數據委員會 CODATA 2017 所採用，NIM 預計未來 2 至 3 年內相對不確定度為 5×10^{-8} 。法國 LNE(Laboratoire national de métrologie et d'essais)天平目前在空氣中的相對不確定度為 5.7×10^{-8} ，其目標是到 2020 年將真空操作之不確定度降至 3×10^{-8} 以內。美國國家標準與技術研究院(National Institute of Standards and Technology, NIST)的 Kibble 天平所公佈數據，於質量在真空中傳遞情況下，在真空中的相對不確定度為 1.3×10^{-8} 。加拿大國家研究院 (National Research Council Canada, NRC)天平為迄今公佈的相對不確定度中最低者，為 0.9×10^{-8} ，具有良好的質量和速度獨立性。

另外，在營運中的系統，尚未公佈數據的土耳其(Tubitak Ulusal Metrolji Enstitüsü,

UME)天平計劃在2019年底之前為共識值貢獻數據；韓國國家標準與科學研究院(Korea Research Institute of Standards and Science, KRISS)天平預計到2019年底相對不確定度小於 5×10^{-8} ；國際計量局(Bureau International des Poids et Mesures, BIPM)預期在2019年底前天平相對不確定度在 $2 \sim 3 \times 10^{-8}$ 左右。

2. Kibble 天平操作原理

參考附二-附二-圖B1，Kibble 天平比較機械和電力，利用地球重力場(g)中質量 m 的重力與磁通密度 B 的磁場中電流 I 在長度為 l 的線圈中所產生的力相同而操作。

$$m \times g = B \times I \times l \quad (\text{B1})$$

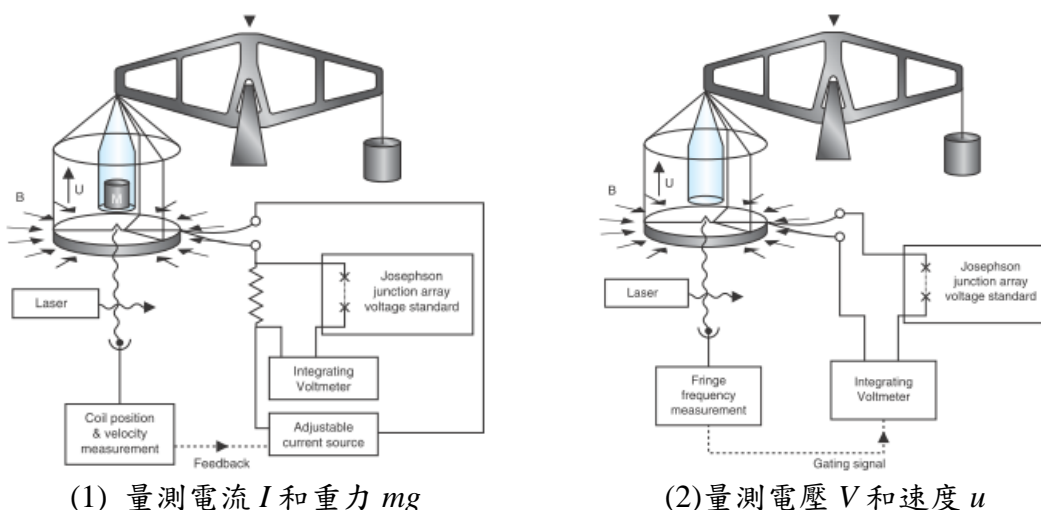
由於不可能以足夠的準確度決定線圈長度或磁場強度，所以實驗尚需包括第二操作，使線圈以產生電壓 V 的速度 u 移動通過磁場；

$$V = B \times l \times u \quad (\text{B2})$$

由於 B 和 l 項出現在實驗的兩個部分，所以可以將兩個操作模式的方程組合起來；

$$m \times g \times u = V \times l \quad (\text{B3})$$

因此，質量可以藉由量測速度，電壓，電流(量子電壓和電阻標準)以及由於重力引起的局部加速度來決定。電壓和電阻(電流)測量是根據量子效應(約瑟夫森效應-電壓和量子霍爾效應-電阻)進行的，二者關係於普朗克常數和基本電荷。目前，Kibble 天平決定了普朗克常數 h 的值，與 IPK 實現的當前質量標準相關。2018 年修訂 SI 時， h 的值將被固定並用於定義質量標準，Kibble 天平將成為實現 SI 質量單位的工具。



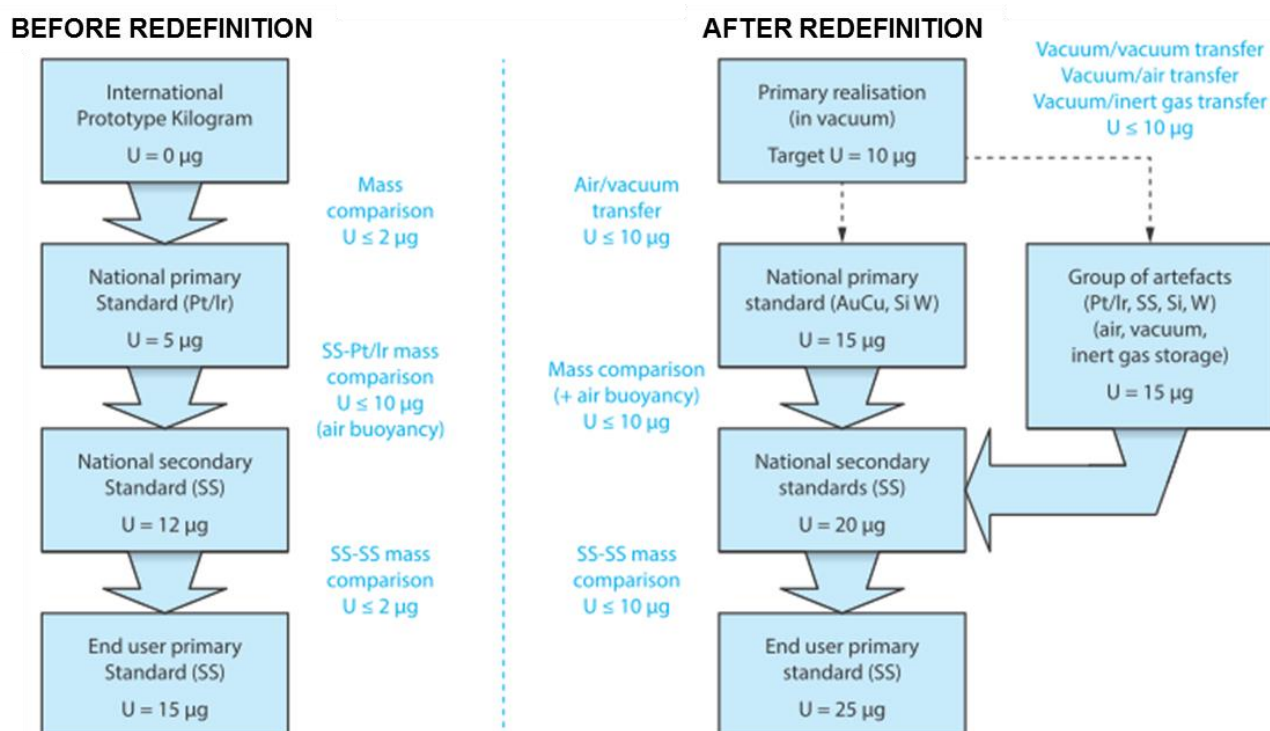
附二-圖 B1: Kibble 天平操作示意圖

3. 重新定義後的不確定度

目前對公斤的定義和實現以及相對簡單的可追溯性鏈，意味著 NMI 能夠針對不鏽鋼公斤質量標準實現 15 微克數量級的校正和測量能力(CMC)值(標準不確定度)，主要不確定度來源是當比較鉑-銱和不鏽鋼砝碼時的空氣浮力影響。

重新定義後，實現原級公斤實驗的標準不確定度在初期至少將是 20 微克的數量

級。除此之外，實現可追溯性所需的真空 - 空氣轉換所帶來的不確定度，以及國家計量機構提供給終端使用者的不確定度在重新定義後將不可避免地增加。下附二-圖 B2 說明了標準不確定度的來源和可能的大小。



附二-圖 B2: 質量單位重新定義前、後，標準不確定度來源和可能的大小比較

4. 設計與建造下一代 Kibble 天平

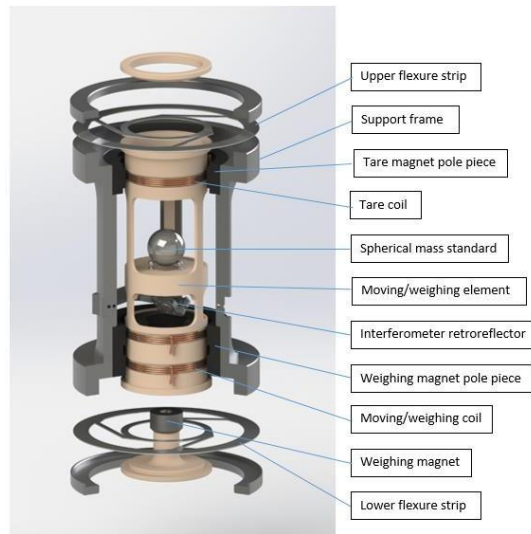
NPL 正發展的 Kibble 天平，目標為改善目前 Kibble 天平之重複性並簡化其結構。新設計的主要特點如下(參考附二-圖 B3):

- 實驗的稱量(Weighing)和移動組件使用相同的機制，不需要複雜的機械定位 (Alignment) 程序
- 線圈中一直維持稱重電流，提高了測量的再現性並消除了其他潛在的誤差源
- 處理力反轉(Force Reversal)的新方法可最大限度地減少定位不確定度
- 地振儀/彎曲帶(Seismometer / Flexure Strip)的設計允許簡單的製造，並提供強大的機制，並且僅在(線性)垂直方向上有效地提供運動
- 由電磁力支撐的機構的皮重(Tare Weight)消除了平衡光束和皮砝碼(Tare Mass)的需求
- 機械元件的整體設計意味著整個系統具有尺寸調整性，因此可以構建一在較低的標稱質量值下工作之天平。

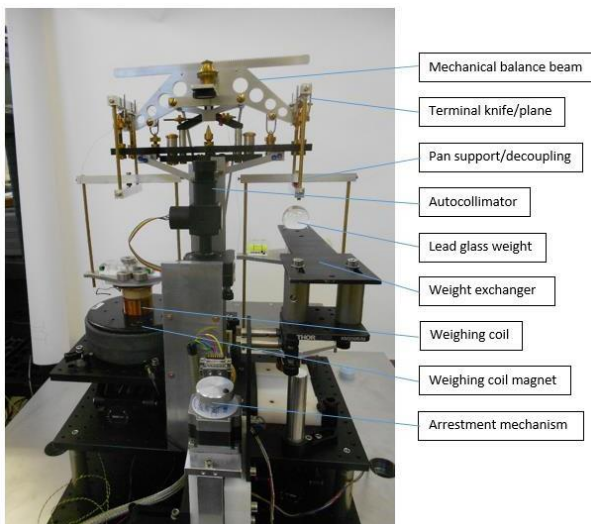
下一步是驗證這些概念，然後製定下一代 Kibble 天平，該天平將比目前的實驗更經濟且更易於使用。

參考下附二-圖 B4 和附二-圖 B5，技術演示器(TD1)正在構建中，並正在用於驗證新設計的單模雙相(single-mode dual-phase)操作特性，以大幅降低了設備定位誤差的靈敏度。第二個技術演示器(TD2)也已經建成，這將包含地振儀/撓曲帶設計和電磁

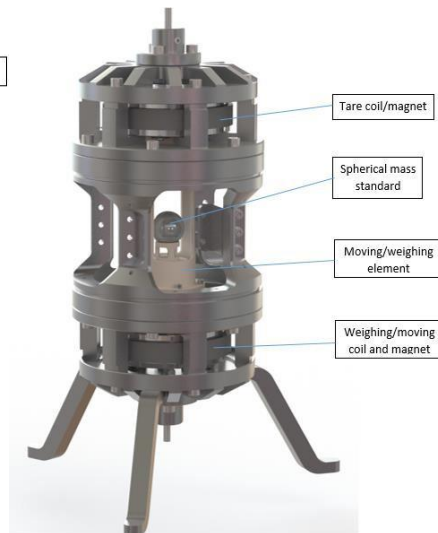
皮重支撐系統等附加功能。最後，如附二-圖 B6 所示，到 2020 年底，將生產一種商用的 Kibble 天平設備，多單元製造的設計，具備堅固性和易用性，目標不確定度為 2×10^{-8} 。



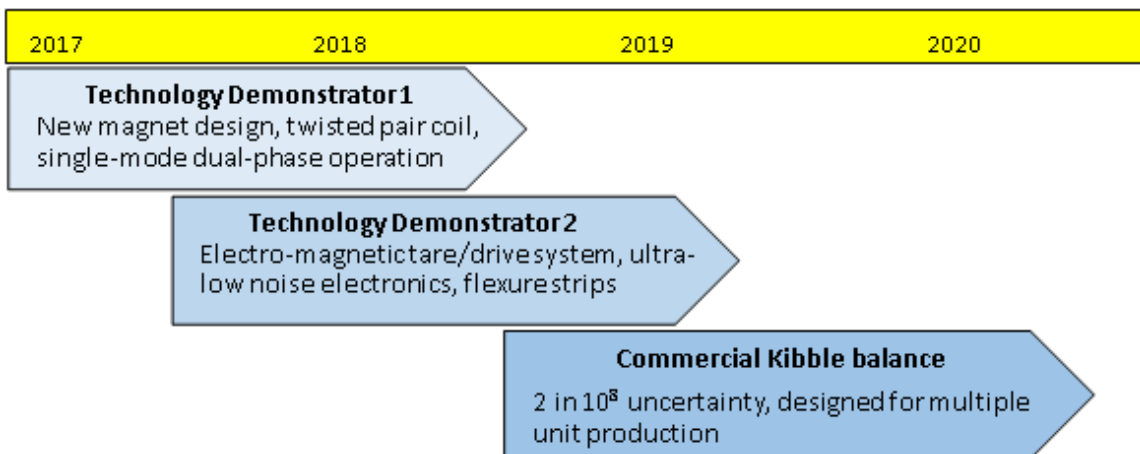
附二-圖 B3: 新一代 Kibble 天平概念設計



附二-圖 B4: 技術演示器 TD1 外觀圖



附二-圖 B5: 技術演示器 TD2 外觀圖



附二-圖 B6: NPL 發展新一代 Kibble 天平時程規劃

二、聲學氣體溫度計研習

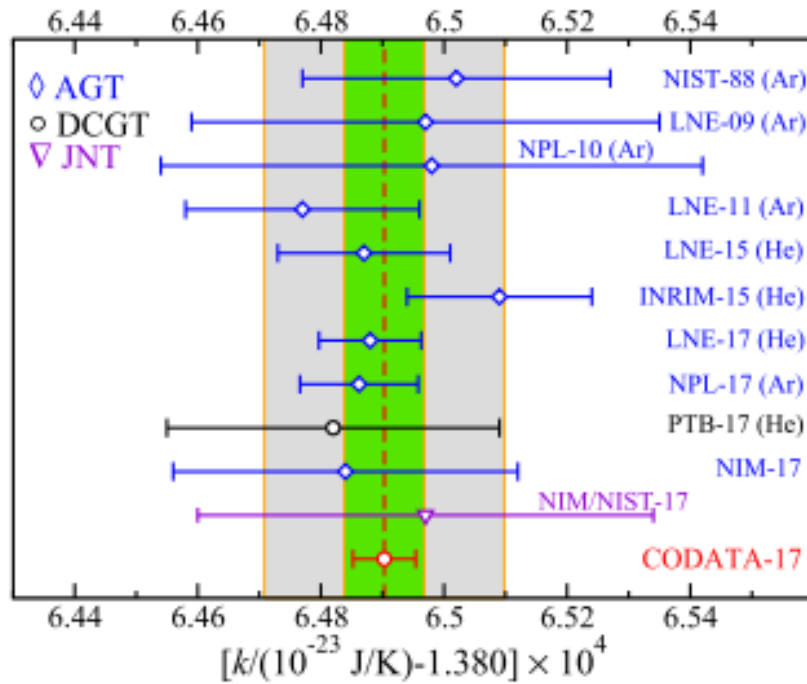
1. 新溫度標準

波茲曼常數實際上是將每個“原子”平均能量轉化為溫度的基本常數。無論何時藉由基礎物理學計算與溫度有關的特性-諸如壓力，磁化強度或熱容...等，都使用微小的波茲曼常數(k)，或巨觀的氣體常數(R)表示。這種計算通常始於微小的原子或分子尺度的能量，但它們的最終結果必須轉換為溫度，裨利於工程應用（例如根據空調硬體和製冷劑的特性，計算空調的製冷量）。

2007 年左右國際度量衡委員會(Comité international des poids et mesures; CIPM)制定了一個計畫(包括一個截止日期)，以徹底修改國際單位制，使基本常數為固定值，而非不時地因量測結果而更新。該國際公認的計畫和截止日期的結合，促使許多國家支持其研究團隊量測基本常數，以使他們的結果被納為決定基本常數之一，裨以在計量發展史上留下紀錄。在 2011 年至 2017 年間，至少有 15 個研究團隊投入測量波茲曼常數 k 的研究。如附二-附二-表 B1 和附二-圖 B7 所示，在 3 種測量方法中，包括：聲學氣體測溫法 (Acoustic Gas Thermometry ; AGT)、介電常數氣體測溫法 (Dielectric Constant Gas Thermometry ; DCGT)、Johnson noise 測溫法 (Johnson noise Thermometry ; JNT)，有 6 個研究團隊 (美國 NIST、英國 NPL、法國 LNE、義大利 INRIM、德國 PTB、中國 NIM) 皆有小于 3×10^{-6} 相對不確定度之量測結果被納入最終決定波茲曼常數之平均值 $1.38064903(51) \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$ ，且該平均值的相對不確定度僅為 0.37×10^{-6} 。最終的平均值甚至與 1979 年的 NPL 量測結果、1988 年的 NIST 結果一致。

附二-附二-表 B1: 納入 CODATA 2017，決定波茲曼常數 k 的關鍵數據

Source	Identification	Rel. stand. uncert u_r
Moldover et al (1988)	NIST-88	1.8×10^{-6}
Pitre et al (2009)	LNE-09	2.7×10^{-6}
Sutton et al (2010)	NPL-10	3.2×10^{-6}
Pitre et al (2011)	LNE-11	1.4×10^{-6}
Pitre et al (2015)	LNE-15	1.0×10^{-6}
Gavioso et al (2015)	INRIM-15	1.1×10^{-6}
Pitre et al (2017)	LNE-17	6.0×10^{-7}
Podesta et al (2017)	NPL-17	7.0×10^{-7}
Feng et al (2017)	NIM-17	2.0×10^{-6}
Gaiser et al (2017)	PTB-17	1.9×10^{-6}
Qu et al (2017)	NIM/NIST-17	2.7×10^{-6}



附二-圖 B7: 參考附二-表 B1 決定波茲曼常數 k 的關鍵數據，其中綠色帶範圍 $\pm 5 \times 10^{-7}$ 、灰色帶範圍 $\pm 15 \times 10^{-7}$

溫度諮詢委員會(Comité Consultatif de Thermométrie；CCT)現階段的短期措施是上述原級實現溫度法(熱力學溫度量測法)和定義溫標(ITS-90 量測法)共存並行。唯前者才是原級實現溫度法，後者的量測已非屬原級，所以必須利用原級實現溫度法修正 ITS-90 溫標的定點值；且隨著原級測溫熱力學量測的提昇，將會取代 ITS-90 定義定點量測法。

為了避免國家標準淪為次級標準，維持一貫以原級法實現國家度量衡標準實驗室(NML)基本單位之自我要求，標檢局和 NML 長官戮力爭取經費支持 4 項重新定義之基本單位的新標準系統建立。其中溫度新溫度標準在低、中溫之溫度範圍係決定建立不確定度最小的聲學氣體溫度量測系統，以原級實現溫度法建立國家最高溫度標準。且衡量上述國際發展進程、和具備極小不確定度技術能力，選擇英國 NPL 為合作對象，除了向其購買重要設備外，也在他們的研究團隊進行為期約 1.5 個月(包含假日)之客座研習，以利將對方 10 年來的研究成果縮短在幾年內建立完成。

2. 實務架構解析與操作研習

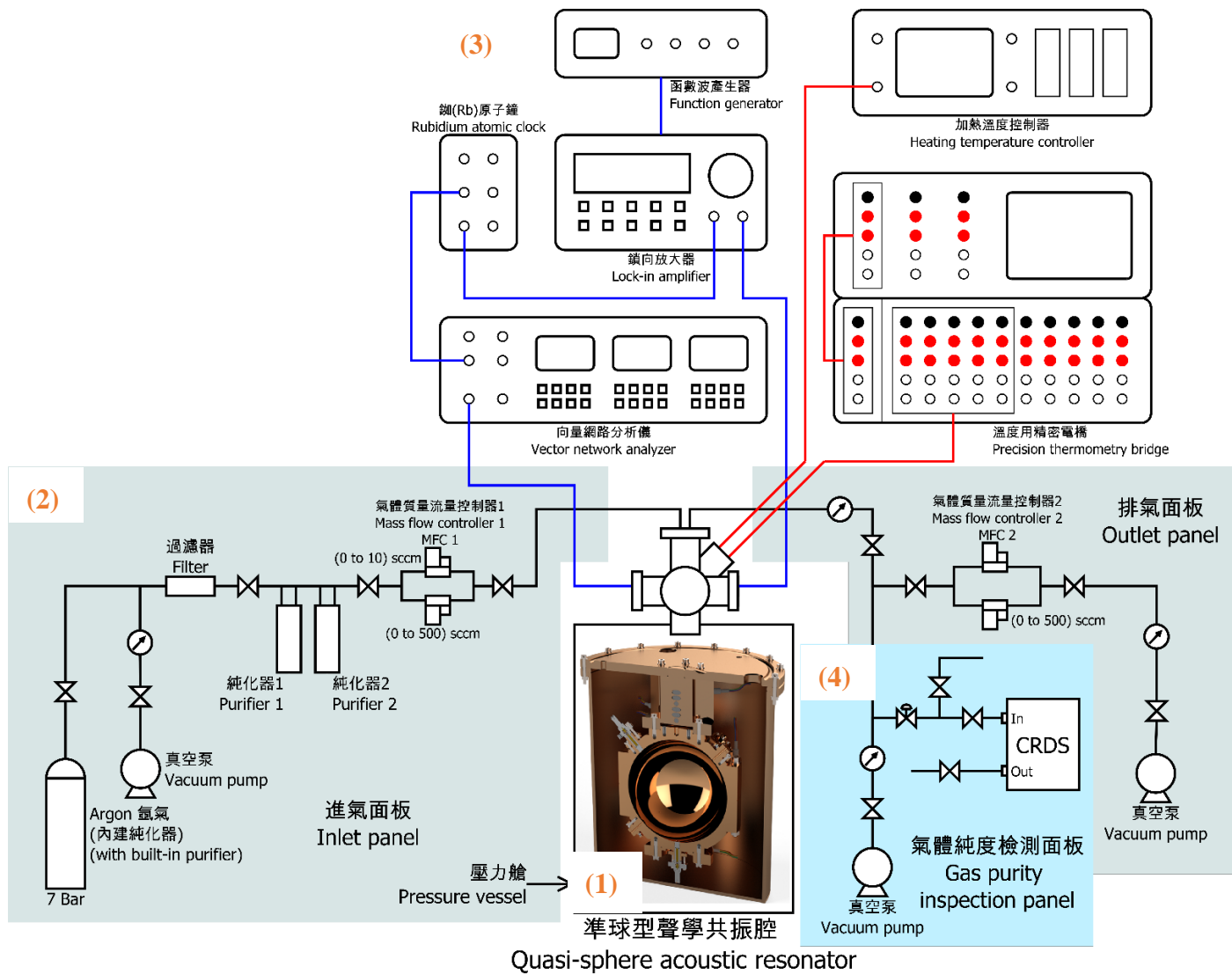
聲學氣體溫度計係根據氣體中的聲音速度和氣體溫度直接相關的事實設計而成。考慮稀釋單原子氣體中 3 個平移自由度，質量 m 原子之平均動能 $(mV_{\text{rms}}^2)/2$ 取決於氣體的热力學溫度 T ，而氣體中聲速 v 是由原子的均方根速度 V_{rms} 所決定： $v^2 = (\gamma V_{\text{rms}}^2)/3$ ，因此若不同的熱力學溫度下平均原子質量維持不變(相當於氣體組成和純度不變)，則熱力學溫度 T 的比值決定於聲速的比值：

$$\frac{(m_T v_T^2)}{m_{\text{TPW}} v_{\text{TPW}}^2} = \left(\frac{v_T}{v_{\text{TPW}}} \right)^2 = T/T_{\text{TPW}} \quad (\text{B4})$$

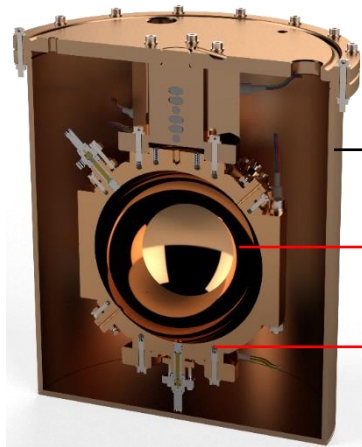
參考附二-圖 B8，聲學氣體溫度計的架構可分為(1)共振腔/壓力腔次系統(2)氣體純化/調控/供氣/排氣次系統(3)共振頻率/熱力學溫度量測次系統(4)氣體純度檢測次系統。其中附二-圖 B9 的共振腔為整體聲學氣體溫度計的核心，共振腔內(a)安裝氣體入(inlet)/出口(outlet)以將純度處理過的氣體導入腔體內以後，再利用 pump 抽引排出系統，過程中必須使用質量流量控制器以固定的小流量進/排氣體。(b)安裝聲學傳感器，利用偵測聲學共振頻率以求得聲速，進而求得熱力學溫度。(c)安裝微波天線發射、接收微波，偵測因溫度改變造成共振腔尺寸改變所引發之微波共振頻率變化，以決定不同溫度下之共振腔尺寸，此為聲學共振頻率與聲速之間轉換的必要輸入參數。無論是聲學或微波共振頻率，都必須在共振腔內氣體溫度已達穩定且均勻的條件下進行，因此共振腔必須(d)安裝溫度計加以判斷腔體是否已達穩定均溫。前述(b)、(c)、(d)分別連接到 (2)鎖相放大器、微波向量分析儀、溫度電橋...等共振頻率/熱力學溫度量測次系統上讀取相關參數，在施以 Heater 加熱 / Huber 冷卻的條件下，決定熱力學溫度。

在共振腔結構方面，腔體外有(a)'設計絕熱層增進維持溫度的穩定性與均溫性；又因根據理想氣體熱力學理論，聲速應該於氣體壓力趨近於 0 時所決定，所以必須改變氣體壓力以擬合求得壓力趨近於 0 之聲速，因此在絕熱層外又(b)'裝配壓力腔，配合質量流量控制器和壓力感測器讀值回饋以達到目標氣壓。

上述這些聲學氣體溫度計的實體結構，可參考如附二-圖 B10 的 NPL 準球型共振腔聲學氣體溫度計系統圖。由左到右依序為右前側圖:顯示系統之實際結構；右側圖:包括了溫度電橋、壓力感測器、與抽氣幫浦；左側圖:呈現聲學共振頻率/微波共振頻率量測儀器與加熱控制儀器。



附二-圖 B8: 聲學氣體溫度計架構

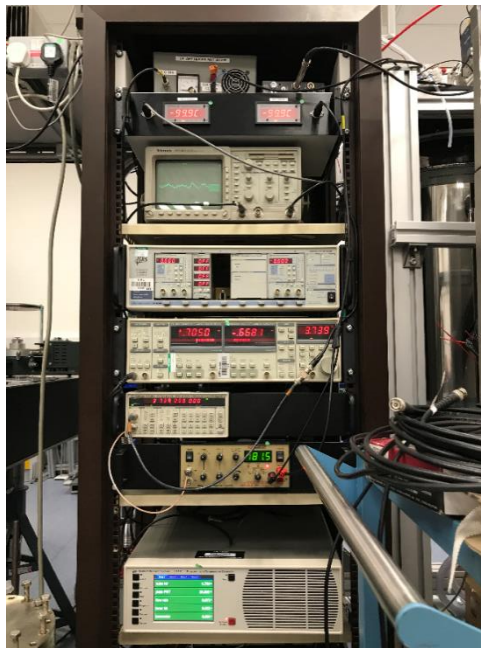


熱絕緣結構(thermal shield)

準球型共振腔(quasi-spherical resonator)內表面

其上安裝之囊型溫度計(CSPRT)×3、麥克風×2、天線、微波導管(waveguide)、氣體入口管道(inlet duct)、入口管道(outlet duct)

附二-圖 B9:準球型共振腔含熱絕緣結構剖面圖示



附二-圖 B10: 由左到右分別為 NPL 準球型共振腔聲學氣體溫度計右前側、右側、左側架構

系統操作幾乎都由軟體自動控制，只要瞭解整體系統架構與運作原理，操作步驟並不複雜，可概分為 1. 啟動程序 2. 非常規操作 3. 關機程序三種情況說明如下。

a. 啟動程序

- (1) 管道前端閥門維持關閉狀態
- (2) 啟動連接在系統後端的幫浦，開始抽氣
- (3) 軟體控制氫氣壓力
- (4) 調控溫度

b. 非常規操作

- (1) 關閉質量流量控制器(Mass Flow Controller；MFC)前端閥門
- (2) 關閉進氣口前端閥門
- (3) 調降氫氣壓力直至整體系統壓力小於 1 bar
- (4) 幫浦抽氣

c. 關機程序

- (1) 將共振腔充滿氫氣
- (2) 幫浦將氫氣抽盡，或維持氫氣於其餘的管道緩慢流動
- (3) 關閉聲學和微波相關儀器
- (4) 將 Huber 的溫度設置為接近環境溫度，然後關閉

3. 聲學共振頻率量測與修正技術研習

為了得到精確之結果，理論上的推導通常必須考慮到三次方項，因為聲速係溫度與壓力的函數，若根據 *Gillis and Moldover* 模式，則

$$u^2(T, p) = \frac{r_0 RT}{M} (1 + A_1 p + A_2 p^2 + A_3 p^3) = \frac{r_0 RT}{M} \left[1 + \frac{\beta}{RT} p + \frac{L-B\beta}{(RT)^2} p^2 + \frac{M-C\beta-2B(L-B\beta)}{(RT)^3} p^3 \right] \quad (\text{B5})$$

此處

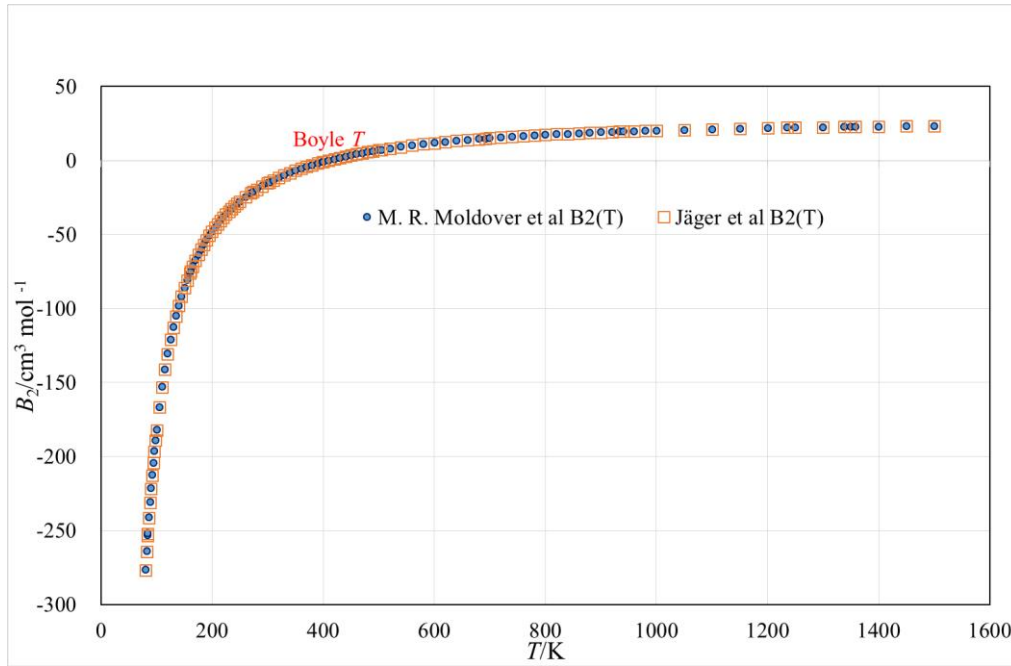
B, C : 二階、三階密度維里係數

$\beta, \phi = L-B\beta, \delta = M-C\beta-2B\phi$: 二階、三階、四階聲學維里係數

根據 *Jäger et al* 模式，則

$$B_n(T) = (x + a)^n = \sum_{k=-9}^3 C_{n,k} \left(\frac{T}{1000K} \right)^k + C_{n,0.5} \sqrt{\frac{T}{1000K}} + \frac{C_{n-0.5}}{\sqrt{\frac{T}{1000K}}} \quad (\text{B6})$$

上述 *Jäger et al* $B_2(T)$ 相當於 *Gillis and Moldover* 的二階密度維里係數 B ，*Jäger et al* $B_3(T)$ 相當於 *Gillis and Moldover* 的三階密度維里係數 C 。若針對二階密度維里係數，比較根據 *Gillis and Moldover* 模式和 *Jäger et al* 模式所計算結果之差異，由附二-圖 B11 可發現兩者相當接近。



附二-圖 B11: 比較兩個 model 所得之二階密度維里係數 $B_2(T)$ ，顯示極為接近

所量到的聲學共振頻率至必須經過五項修正，分述如下：

(a) T_1 到目標溫度 T_0 的修正

$$B(T) = 2B + 2(\gamma_0 - 1)T \frac{dB}{dT} + \frac{(r_0 - 1)^2}{\gamma_0} T^2 \frac{d^2B}{dT^2} \quad (\text{B7})$$

相對於 T_0 ，修正至實際溫度 T_1 下的聲速平方

$$\frac{u(T_1, p)}{u(T_0, p)} = \frac{T_1 \left(1 + \frac{\beta(T_1)}{RT_1} p\right)}{T_0 \left(1 + \frac{\beta(T_0)}{RT_0} p\right)} \quad (\text{B8})$$

例如：於 500071 Pa 下，溫度 $T_1 = 273.1598256$ K ($T_0 = 273.16$ K) 之溫度修正量利用式(B6)、式(B7)、式(B8)或 Spline 法，為 -0.32 ppm。

(b) 熱邊界層修正

$$\left(\frac{\Delta f}{f_0}\right)_{TBL} = -\frac{\gamma-1}{2a} \delta_{th} + \frac{\gamma-1}{a} l_{th} + \frac{\gamma-1}{2a} \delta_{th, Cu} \frac{\lambda_{gas}}{\lambda_{Cu}} \quad (\text{B9})$$

其中

f_0 : 理想共振頻率

λ_{gas} : 氣體熱導係數

λ_{Cu} : 球殼熱導係數

a : 球體等效半徑

δ_{th} : 氣體熱穿透長度

$\delta_{th, Cu}$: 球殼熱穿透長度

l_{th} : 氣體/球殼熱適應長度

例如:於 100072 Pa 下，溫度 $T_1=273.1599870$ K ($T_0=273.16$ K)之氣體熱穿透長度、氣體/球殼熱適應長度修正量利用式 B9，分別為-216.067 ppm、1.999 ppm。

(c) 共振腔形貌修正

$$\frac{\Delta\xi_{0s}^2}{\xi_{0s}^2} = \frac{8\xi_{0s}^2 T_1}{135} (\varepsilon_1^2 - \varepsilon_1 \varepsilon_2 + \varepsilon_2^2) \quad (\text{B10})$$

此處

ξ_{0s} 為第 s 階徑向模之本徵值

ε_1 和 ε_2 為經由微波測量計算球體的偏心率

例如:同上條件，形貌修正為 0.394 ppm。

(d) 傳感器修正

$$\left(\frac{\Delta f}{f_0}\right)_{tr} = -\frac{\rho u^2}{2} \frac{r_{tr}^2}{a^3} (X_{tr}) \quad (\text{B11})$$

此處

ρ : 氣體密度

u : 聲速

r_{tr} : 麥克風膜半徑

a : 球體等效半徑

X_{tr} : 麥克風膜的每單位面積的順應性

例如:同上條件，傳感器修正為-0.133 ppm。

(e) 管道修正

$$\left(\frac{\Delta f_s}{f_s}\right)_{du} = -\frac{i\rho u}{4\pi a^2 \xi_{0s} Z_{in}} \quad (\text{B12})$$

此處 Z_{in} 為入口管道輸入阻抗

4. 微波共振頻率量測與修正技術研習

背景說明:對於準球型共振腔而言，其方程式為

$$\frac{x^2}{a_x^2} + \frac{y^2}{a_y^2} + \frac{z^2}{a_z^2} = 1 \quad (\text{B13})$$

其中，

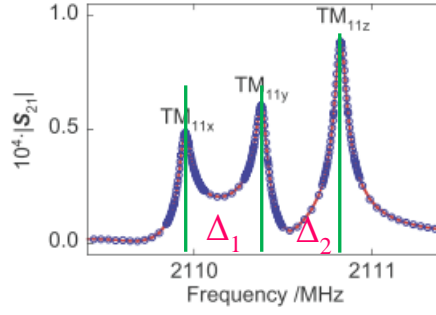
$$a_y = a_x(1 + \varepsilon_y) ; a_z = a_x(1 + \varepsilon_z) \quad (\text{B14})$$

等效半徑

$$a_{eq} = a_x [(1 + \varepsilon_y)(1 + \varepsilon_z)]^{1/3} \quad (\text{B15})$$

式(B14)中，若 $\varepsilon_z = 2\varepsilon_y$ ，則附二-圖 B12 三重態微波共振頻率間之間距 $\Delta 1$ 、 $\Delta 2$ 會相

等，如此可方便預估微波向量分析儀之頻率掃描範圍。



附二-圖 B12 三重態微波 TM_{11x} 、 TM_{11y} 、 TM_{11z} 共振頻率

NML/CMS/ITRI 的共振腔也會符合此條件，且 $a_x = 62 \text{ mm}$ 、 $\varepsilon_y = 0.0005$ 、 $\varepsilon_z = 0.001$ 。

所量到的微波共振頻率至必須經過三項修正，茲分述如下：

(a) T_1 到目標溫度 T_0 的修正

$$\Delta f/f = \alpha_{Cu}(T_1 - T_0) \quad (\text{B16})$$

此處

α_{Cu} 是球殼熱導係數，ppm/K

(b) 集膚效應修正

$$\frac{\Delta f}{f} = -\frac{\delta}{2a} \frac{(\xi_{ln}^{TM})^2}{(\xi_{ln}^{TM})^2 - 2} \quad (\text{B17})$$

此處

$$\delta = (\pi\mu_r\mu_0\sigma_{cond}f)^{-1/2} \quad (\text{B18})$$

μ_r, σ_{cond} 分別為腔體表面之 相對磁導率、電導率

(c) 波導擾動修正

$$\frac{\Delta f}{f} = -\frac{r_h^3}{4\pi(a_{eq})^3} \frac{0.950(\xi_{ln}^{TM})^2 - 1.152}{(\xi_{ln}^{TM})^2 - 2} \quad (\text{B19})$$

此處 r_h 為共振腔壁開孔半徑，且導體中心半徑為 $0.23 r_h$ 。

$$\frac{f^2 - f_m^2}{f_m^2} = A_y^{(\sigma)} \varepsilon_y + A_z^{(\sigma)} \varepsilon_z + B_{yy}^{(\sigma)} \varepsilon_y^2 + B_{yz}^{(\sigma)} \varepsilon_y \varepsilon_z + B_{zz}^{(\sigma)} \varepsilon_z^2 + O(\varepsilon^3) \quad (\text{B20})$$

其中， u : 聲速、 f_m : 準球三重態微波共振頻率、 f_m : 完美球體微波共振頻率、 σ : TM_{lnm} 或 TE_{lnm} 、 $(A_y, A_z, B_{yy}, B_{yz}, B_{zz})$: 係數

式(B20)分析求解所得之 f_m ，加上氣體折射率 n 、本徵值 ζ_m 代入式(B21)，即可得到等效半徑 a_{eq}

$$a_{eq} = c\xi_m / (2\pi n f_m) \quad (\text{B21})$$

c :光速、 n :氣體折射率、 ξ_m :本徵值

式(B21)求得之 a_{eq} 與量得之 f_a 代入式(B22)，可求得聲速 u

$$u = 2\pi f_a a_{eq} / \xi_a \quad (B22)$$

u :聲速、 f_a :聲學共振頻率、 ξ_a :本徵值

最後，利用式(B22)求得之 $u(T)$ 與 $u(T_{TPW})$ 之比值代入式(B23)，即可得到熱力學溫度 T 。

$$T = T_{TPW} \left[\frac{u(T)}{u(T_{TPW})} \right]^2 \quad (B23)$$

T :熱力學溫度、 T_{TPW} :水三相點熱力學溫度

以下舉例說明，如何由 $f_\xi(\xi=x, y, z) \rightarrow f_m \rightarrow a_{eq}$ 之分析過程：

f_x, f_y, f_z (MHz): 共振頻率量測值並修正溫度、集膚效應、波導效應

f_m (MHz):完美球腔體之微波共振頻率

所量得三重態微波共振頻率，經過效應修正後如下附二-表 B2 所示，單位為 MHz。

附二-表 B2: 微波共振頻率量測值經過三項修正後的結果

TM11	f_x	2110.125511
	f_y	2110.563210
	f_z	2110.948373
TM12	f_x	4704.684547
	f_y	4705.234874
	f_z	4705.714012
TM13	f_x	7165.909339
	f_y	7166.684556
	f_z	7167.345694
TM14	f_x	9603.641855
	f_y	9604.664261
	f_z	9605.510756
TM15	f_x	12032.612773
	f_y	12033.898730
	f_z	12034.923723

利用式 B20 分析求解所得之 f_m ，如下附二-表 B3。

附二-表 B3: 依據附二-表 B2 微波共振頻率修正值，利用式(B20)所解析之理想

球體微波共振頻率 f_m 與 ϵ_y 、 ϵ_z 值

f_m	2110.5454811
ϵ_y	0.0004970
ϵ_z	0.0009352

f_m	2110.2566344
ϵ_y	0.0004970
ϵ_z	0.0009352

f_m	2109.9675477
ϵ_y	0.0004970
ϵ_z	0.0009352

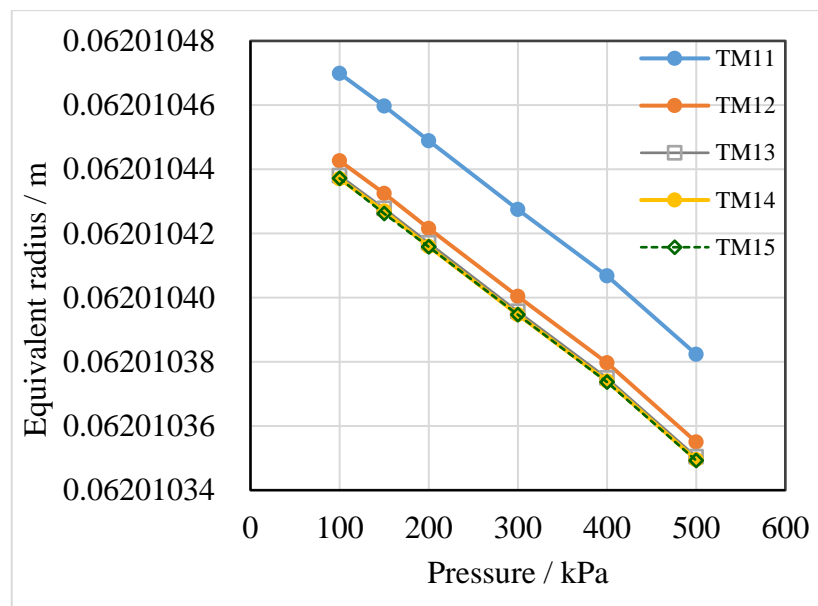
f_m	2109.3886906
ϵ_y	0.0004970
ϵ_z	0.0009352

f_m	2108.8089656
ϵ_y	0.0004970
ϵ_z	0.0009352

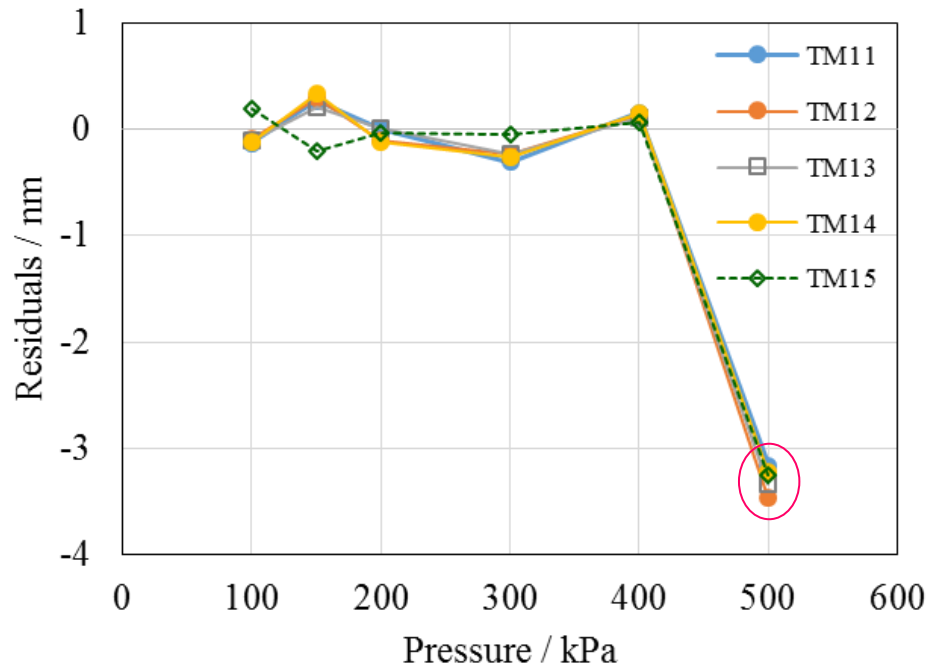
f_m	2108.2285484
ϵ_y	0.0004970
ϵ_z	0.0009352

代入式(B20)後，畫圖如下附二-圖 B13。但依據定義，必須推求氣壓趨近於 0 之等效半徑，擬合後於壓力=0 之截距就是等效半徑如下附二-表 B4，擬合殘差則參考附二-圖 B14。

但由附二-圖 B14 所顯示之擬合殘差，可發現在 500 KPa 氣壓下的殘差值相較其他氣壓的殘差值大，故求等效半徑的平均值時只涵蓋 100 KPa ~ 400 KPa 之值。



附二-圖 B13: TM11~TM15 在不同氣壓所得之等效半徑，單位 m



附二-圖 B14: TM11~TM15 在不同氣壓外插求等效半徑之擬合殘差

附二-表 B4: Mode TM11~TM15 於氣壓趨近於 0 之等效半徑

mode	等效半徑 a_{eq} ，單位 m
TM11	0.062 010 491
TM12	0.062 010 464
TM13	0.062 010 459
TM14	0.062 010 458
TM15	0.062 010 458

肆、檢討與建議

- Kibble 天平和 X 光晶體密度(x-ray-crystal-density；XRCD)是 CODATA 2017 決定普朗克常數 h 所採用的 2 個方法，也是後續 NMI 實現新質量原級標準的 2 個主流方式。早期 NPL Dr. Bryan Kibble(逝於 2016 年)所開發的 Kibble 天平賣給加拿大 NRC，NRC 加以改良後，NRC 的 Kibble 天平為迄今公佈的相對不確定度中最低者，為 0.9×10^{-8} 。目前 NPL 正發展下一代 Kibble 天平，規格目標為相對不確定度 2×10^{-8} 。NML 採用矽晶球法(X 光晶體密度法)實現新質量原級標準，係為國際發展主流之一，因此相關計畫的執行相當重要且必要。
- 聲學氣體測溫法 (Acoustic Gas Thermometry；AGT)、介電常數氣體測溫法(Dielectric Constant Gas Thermometry；DCGT)、Johnson noise 測溫法(Johnson noise Thermometry；JNT)，是 CODATA 2017 決定波茲曼常數 k 所採用的 3 個方法，也是後續 NMI 實現新溫度原級標準的 3 個主流測溫法，且又以聲學氣體測溫法的不確定度最小。在採用聲學氣體測溫法的「前四強 (美國 NIST、法國 LNE、英國 NPL、義大利 INRIM)」當中，NPL

和 LNE 的不確定度最小，這也是 NML 選擇 NPL 為合作對象的主要因素之一。於(-60 ~ 232) °C 的熱力學溫度範圍，NML 採用聲學氣體測溫法實現新溫度標準，此亦為國際發展主流之一，因此相關計畫的執行不僅相當重要且必要。

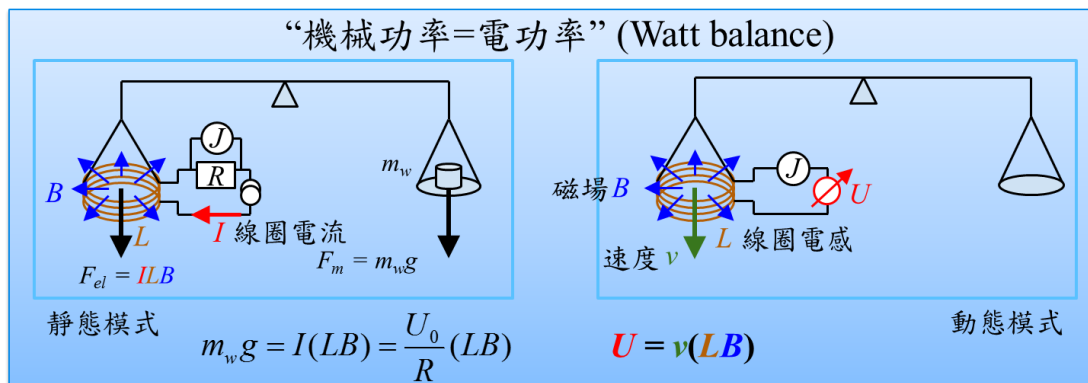
附件三、新質量標準量測方法比較

為確保新舊定義之間的連續性，質量諮詢委員會(CCM)要求在以下條件滿足後，才可採用新公斤定義：

1. 需有三組獨立實驗結果，使用兩種不同方法(矽晶球法及瓦特天平法)，在相對標準不確定度 5×10^{-8} 下結果相互一致
2. 至少有一組結果之相對不確定度小於 2×10^{-8}
3. 量測結果需連結至 IPK

目前以固定數值之普朗克常數定義公斤的具體實現方法有瓦特天平法與 X 光晶體密度法。瓦特天平法，透過比較法碼於重力場產生之重力與線圈產生之電磁力，將機械功率連結至電功率，再將法碼質量以量子電量標準連結至普朗克常數，如以下圖 C1 所示。實現瓦特天平需整合以下關鍵技術：

- 電磁力平衡技術
- 光學干涉測長技術與速度量測技術



f_0 、 f 為與電壓 U_0 、 U 量測關聯之微波頻率，
 b 為無因次之整數乘積

$$m_w g v = \frac{U_0 U}{R}$$

$$m_w = \frac{U_0}{R} \frac{U}{g v} = \left(\frac{f_0 \cdot f}{4 b g v} \right) h$$

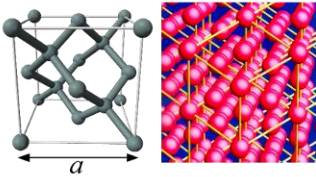
量子電量標準
 R : 量子化霍爾電阻標準
 J : 約瑟夫森電壓標準

圖 C1: 瓦特天平法基本原理示意圖

X 光晶體密度法則是以矽原子計數之方式，將球體質量以矽原子數量 N 與單顆矽原子平均質量 $m_a(^{28}\text{Si})$ 之乘積表示，由於矽原子質量可由電子質量與基本物理常數表示，所以球體體積亦可連結至普朗克常數，如以下圖 C2 所示。

➤ X光晶體密度法, XRCD(矽晶球法)

由高純度矽28單晶所製成之球體(質量 m_{SS})，其質量以矽原子計數與矽原子質量乘積定出



德國聯邦物理研究所(PTB)所主導之國際亞弗加厥計畫(IAC)

$$m_{ss} = \left(\frac{8V}{a^3} \frac{A_r(^{28}\text{Si})}{A_r(e)} \frac{2R_\infty}{c\alpha^2} \right) h$$

- 矽晶球質量 m_{SS} 為矽晶球內矽原子數量 N 乘上矽原子質量 $m_a(^{28}\text{Si})$

$$m_{ss} = N \cdot m_a(^{28}\text{Si})$$

- 矽原子質量 $m_a(^{28}\text{Si})$ 為常數並可連結至電子質量與普朗克常數

$$m_a(^{28}\text{Si}) = \left(\frac{A_r(^{28}\text{Si})}{A_r(e)} \frac{2R_\infty}{c\alpha^2} \right) h$$

- 球體內原子數量 N 可由球體體積 V 與晶格參數 a 求得

$$N = 8 \cdot \frac{V}{a^3}$$

圖 C2: X 光晶體密度法基本原理示意圖

由瓦特天平法所實現之原級質量參考標準，為類似 IPK 之法碼，其質量穩定度亦與 IPK 相當，其表層質量並無適當之儀器能提供監測，欲得到其質量變化僅能透過與瓦特天平所產生之精準電磁力比較而得。由矽晶球法所實現之原級質量參考標準，為矽 28 高度純化矽單晶結構之球體，矽 28 晶格參數(亦可稱為晶格常數)、原子量皆為相當穩定之參數，對製作球體之矽單晶棒僅需進行多點採樣、單次量測即可準確定出此二參數；在球體氧化層穩定後，球體體積亦相當穩定，體積在準確定值後亦無需重複量測，而影響整體質量甚鉅之球體表層質量，由於球體真圓度極高且表面經高度拋光，使得表層量測得以透過光學或 X 光進行定量量測。瓦特天平法與矽晶球法之技術特點與差異，請參考下表 C1，另表附 6 為目前發展矽晶球法與瓦特天平法(Kibble Balance)之國家。兩種實現公斤新定義之方法皆發展 20 年以上，且皆為成熟技術，國際上已有許多國家投入。但兩者相比瓦特天平發展費用遠高於矽晶球，且瓦特天平迄今仍無商用產品。並且兩方法相較，在原級質量參考標準之質量定值、表面穩定度、幾何形狀與表層質量分析等方面，矽晶球法皆優於瓦特天平法。故臺灣如要短時間內建立新質量標準，在技術、經費上之考量皆以矽晶球法為首選。

表 C1: 新質量標準實現瓦特天平法與矽晶球法特點與技術比較表

	矽晶球法(XRCD)	瓦特天平法(Kibble Balance)
技術發展歷程	20 年以上	30 年以上
開發經費	建置經費需求約 2.7 億元	建置經費需求約 20 億元(無市售品)
技術重點	高純度矽 28 矽晶球製作技術、球體體積、矽 28 晶格參數、矽同位素比例與表層質量量測技術，各項技術由國際亞弗加厥計畫成員分工完成。	電磁力平衡技術、量子電量標準量測技術(量化霍爾電阻與約瑟夫森電壓量測技術)、重力 g 值三度空間量測、輻射型磁場設計、光學干涉測長與動態模式速度量測、大型設備

	矽晶球法(XRCD)	瓦特天平法(Kibble Balance)
		隔振技術。
技術進入門檻	技術進入門檻低，因球體體積、矽 28 晶格參數、矽同位素比例等參數僅需單次量測且後續穩定不變，並可由 PTB 提供，臺灣僅需針對需定期量測之表層質量建立相關技術。	技術進入門檻高，需建立多項關鍵技術，如：電磁力平衡技術、量子電量標準量測技術等技術，因無市售產品，故至少需耗費十幾年以上。
實現之質量量測相對不確定度	$\sim 2 \times 10^{-8}$	$\sim 2 \times 10^{-8}$
實現之原級質量標準型式	高度純化矽 28 原子單晶組成，近乎真圓球體、表面高度拋光(0.5 nm 以下之表面粗度)。	目前使用材質與外型皆為與 IPK 相同之鉑銥合金與圓柱體，未來也可能採用原級矽晶球。
原級質量標準追溯	球體體積、矽 28 晶格參數、矽同位素比例(單次量測)與表層質量(定期量測)	透過瓦特天平完成質量追溯，主要參數包含動態模式速度、當地重力 g 值、量子電壓與電阻標準
NMI 完整實現新公斤定義所需建置技術(最簡系統)	原級矽晶球、真空質量比較儀、表層質量分析技術	瓦特天平系統、真空質量比較儀、磁浮質量比較技術

表 C2: 目前發展矽晶球法與瓦特天平法(Kibble Balance)之國家

矽晶球法		瓦特天平法(Kibble Balance)	
國家實驗室	不確定度/備註	國家實驗室	不確定度/備註
BIPM		BIPM	Uncertainty at 10^{-7} level
德國 PTB	Uncertainty at 2.5×10^{-8} level	美國 NIST	Current uncertainty: 13×10^{-9}
日本 NMIJ	Uncertainty at 2.4×10^{-8} level	加拿大 NRC	Current uncertainty: 9.1×10^{-9} (NPL technology)
義大利 INRIM		韓國 KRISS	Current uncertainty: $1 \sim 3 \times 10^{-7}$ Goal for 2020: 5×10^{-8}
澳洲 NMIA		法國 LNE	Current uncertainty: 5.7×10^{-8} Goal (no target date): $< 5 \times 10^{-8}$
		中國 NIM	Current uncertainty: 2.4×10^{-7} Goal in 2019: uncertainty at 10^{-8}
		瑞士 METAS	Building a new system called BWM II (2018)
		紐西蘭 MSL	Operation in air in 2018

另外，在 2016 年 PTB 舉辦之「Si-kg: round and ready 國際研討會」，共有來自 46 個國家

之學員參與會議(包括我國 NML)，學習矽晶球之清洗與使用方式。PTB 於會後召開"Si-Trust 國際合作計畫會議"，參加之 NMI 有土耳其 UME、泰國 NIMT、新加坡 A*STAR、中國 NIM、韓國 KRISSE、法國 BIPM 與我國 NML，共七個國家參與。到目前為止，PTB 已陸續借出 11 顆矽晶球予他國練習矽晶球清洗與質量量測。

附件四、委員意見回復表

審查意見表

計畫名稱:國際基本單位 SI 新標準建置計畫-新質量標準建置(I)

106 年度 □細審報告

■期中報告

期末報告

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
A 委員:	
<p>1. 績效指標之 B、C 項，目前達成值皆 0，似乎進度會嚴重落後，請補充說明實際情況。</p>	<p>謝謝委員指正，B 指標-研究團隊養成-已建立兩團隊執行新質量標準建置，包含真空質量導引技術團隊(6 位成員)與表層質量量測技術團隊(5 位成員)。C-指標博碩士培育，經檢視已有一博士級與兩碩士級共三位實習生協助 XRF XPS 表層質量量測技術建置之相關工作執行中，因此，將修訂期中報告 B 指標-研究團隊養成為 2 團隊、C-指標為已培育 3 人。</p>
<p>2. 矽晶球表面氧元素沉積質量相對標準不確定度<15%，可能造成整體質量多少微克的不確定度?是否可能更精準些?</p>	<p>謝謝委員指正，本計畫目標所訂定之表層質量量測相對不確定度應為 $\leq 30\%$，期中報告誤植為 15%，將於修正版之期中報告更正。表層質量量測技術尚處於初期開發階段，根據近期的發表結果[Metrologia 53 (2016) A19-A45]，矽晶球表層質量介於(60 - 92.2) μg 之間，標準不確定度介於(10 - 17.7) μg 之間，相對標準不確定度約為 30% 以下，因此，以 30% 做為表層質量不確定度之目標。</p>
<p>3. 去學習 Know-How，似乎學得不錯，有必要進一步探討各細節的 Know-Why，以確保整體量測技術之自信</p>	<p>謝謝委員指教，所學之技術 know-how 包含真空至大氣質量導引與表層質量量測技術，將實際應用於 NML 新質量系統上，從實作過程中建立團隊對整體量測技術自信，過程中亦將與 PTB 專家保持聯繫進行研討。</p>
B 委員:	
<p>1. 本計畫須執行分項一:原級矽晶球質量標準建置及分項二:矽晶球表面質量量測系統技術建立，2 個分項均依規畫進度執行中。</p>	<p>謝謝委員肯定，本計畫將會依預定進度完成計畫目標。</p>
<p>2. 經費運用情形，第 17 頁顯示總支用數</p>	<p>謝謝委員提醒。期中報告中 p.17 總支用數</p>

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
<p>為 21,886 千元，第 20、21 頁顯示合計為 52,821 千元，執行率為 274%，應有誤值，請修正。</p>	<p>金額之計算方式為實支數+暫付款，不含保留數，故與會計報表(p.20、p.21)之顯示合計金額不同。將於修正版之期中報告中，加備註說明計算方式。</p>
<p>3. 分項一:原級矽晶球質量標準建置，計畫執行內容包含質量比較儀與矽晶球清洗實驗室環境建置，該建置工程已完成採購，正施工中。而矽晶球清洗標準流程建置，已產出技術文件。此外也完成原級矽晶球質量標準技術之學習與訓練。</p>	<p>謝謝委員肯定，分項一將會依預定進度完成計畫目標。</p>
<p>4. 分項二:矽晶球表面質量量測系統技術建立，目前已完成為期三個月期間赴德國 PTB 新質量客座研習，學習矽晶球表層質量量測與定量方法，而在矽晶球表層質量量測系統設計與實驗室環境空間規畫設計，已完成整合式 XRF XPS 表層質量量測系統設計，並按經費分配規畫完成相關模組之採購，本分項持續推動中。</p>	<p>謝謝委員肯定，分項二將會依預定進度完成計畫目標。</p>
<p>5. 本計畫實際執行內容均已達查核點規劃進度。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
<p>6. 本計畫規劃之績效指標，俟下半年度才能達規劃指標。</p>	<p>謝謝委員提醒，本計畫相關 KPI 均已規劃進行中，將於下半年完成各項績效指標。</p>
<p>7. 本計畫藉由辦理國際單位制(SI)新計量標準說明會，達技術擴散之效益。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
C 委員:	
<p>1. 本計畫上半年經費執行率已達全年預算的 67%，進度超前，但若與上半年分配預算相比，執行率卻高達 274%，超前甚多，值得肯定。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
<p>2. 本計畫分為新 SI 質量量測實驗室環境建置與量測系統技術建置與開發兩個分項同時進行，並分別派員赴德國 PTB 與英國 NPL 研習關技術，以引進國內，建立我國自主的量測技術。相關分項計畫均依原訂規劃時程進行，表現良好。</p>	<p>謝謝委員肯定，本計畫將會依預定進度完成計畫目標。</p>

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
<p>3. 赴德國 PTB 研習原級矽晶球質量標準系統與量測技術，計畫效益直接而明顯，應予以肯定。惟赴英國 NPL 研習聲學量測溫度與了解 NPL 發展的瓦特天平量測質量標準系統，與本計畫建立新質量標準的目的似乎沒有直接關係，或許計畫執行單位對此項的研習另有其他規畫，還請計畫團隊提出說明。</p>	<p>謝謝委員肯定。另關於赴英國 NPL 研習的部分，NML 除了質量外，尚有溫度、電流、物質量等三個量別也需進行新標準建置，雖本計畫之內容以新質量為主，但考量新溫度於聲學氣體溫度計技術之複雜度及困難度，且 NML 同仁無發展此技術經驗，急需於先赴英國 NPL 進行先期技術研習並在英國 NPL 專家指導下共同訂定擬於後續引進之聲學氣體溫度計技術內容、規格、時程等細節。因此，撥極少部分經費於本計畫供新溫度標準計畫同仁作為赴英國之差旅費用。請委員鑒知。</p>
<p>4. P.17，整體計畫進度表中所列經費總支用數與使用率，和 p.20 與 p.21 的經費數字相差甚大，請釐清。</p>	<p>謝謝委員提醒。期中報告中 p.17 總支用數金額之計算方式為實支數+暫付款，不含保留數，故與會計報表(p.20、p.21)之顯示合計金額不同。將於修正版之期中報告中，加備註說明計算方式。</p>
D 委員：	
<p>1. 計畫執行進度與原計畫無差異。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
<p>2. 計畫預算支用大致與原計畫無差異。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
<p>3. 本計畫係建立 X 光晶體密度法來實現新的公斤定義，包含購置高純度矽晶球，配合建置真空質量比較儀及矽晶球表面層分析儀等設備。上半年已完成新質量實驗室環境規格訂定與相關改善工程發包申請，及完成整合式 XRF XPS 表層質量量測系統設計並完成相關工程圖繪製，執行情形良好。</p>	<p>謝謝委員的肯定，本計畫將會依預定進度完成計畫目標。</p>
E 委員：	
<p>1. 本計畫各項查核點大致達成。</p>	<p>謝謝委員的肯定，本計畫將會依預定進度完成計畫目標。</p>
<p>2. 德國 PTB 文件係規範實驗室最終規格，有無規範施工工法。</p>	<p>謝謝委員意見，實驗室規格皆依據德國 PTB 質量實驗室之環境要求(德國 PTB 技術文件)與天平原廠要求之設計，對外牆為磚牆、無窗設計，空調氣流採用由上往下之沉降設計，實驗室環境溫濕度設計驗收標準分別為溫度(20 ± 0.3)°C 與相對濕度</p>

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
	(50 ± 10) %
3. 出國受訓專家，其操作是否有認證機制。	謝謝委員意見，本計畫之受訓人員出國前均需完成實驗室認證規範 ISO/ 17025 之訓練，並且於 PTB 客座完成後，PTB 也頒發受訓證明予同仁。
4. 各項設備採購請注意其進度。	謝謝委員的提醒，各項設備採購將會如期完成。

審查意見表

計畫名稱：國際基本單位 SI 新標準建置計畫-新質量標準建置(I)

106 年度 細審報告

期中報告

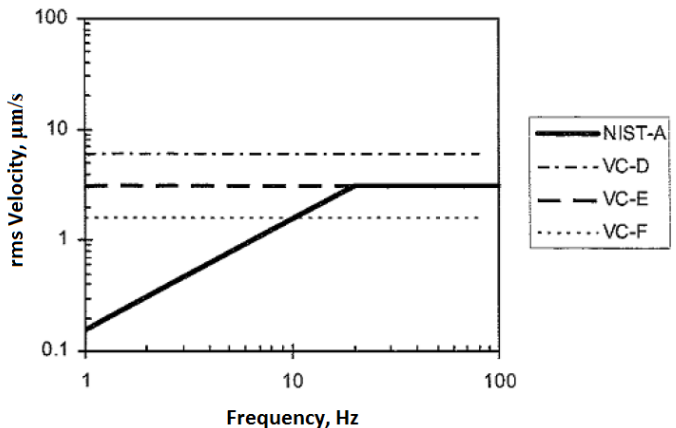
期末報告

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
A 委員：	
1. 四項 SI 新標準之建置計劃分散在五個計畫中執行，並且要在很短的時間內完成，實在不容易。執行單位的用心與努力，值得肯定。	謝謝委員肯定。
2. 新質量標準建置方面的執行進度與原計畫大致符合，除了 3 項採購的設備有待年底前到貨與驗收。	謝謝委員意見。新質量標準建置在五項 SI 新標準建置計畫中，一共購置 12 項關鍵設備，4 項 SI 新標準建置所購之儀器及相對應之計畫如審查意見表附件 1 所示。其中在本計畫(106 跨部會署科發基金-國際基本單位 SI 新標準建置計畫-新質量標準建置(I))中購置之設備為「高度純化矽 28 矽晶球原級質量標準」及「真空相容公斤質量比較儀」，兩項設備分別已於 11/02 及 12/03 完成所有驗收程序，規格皆符合計畫目標，請委員參考期末報告附件一、設備驗收報告(p.116 ~ 141)。
3. 新質量標準實驗室的环境有妥善設計與建置。Z 軸的振動值在 60Hz 略高，可能用於量測的加速規受到市電干擾，應該不會影響質量的比對。	謝謝委員意見。量測三塊花崗岩防震平台對週遭環境振動的改變，前後振幅無明顯差異，顯示量測過程將不受週遭震源的干擾；A、C 二塊花崗岩防震平台於 60 Hz 單點數值略高於 VC-E 規範界限 3.12 $\mu\text{m/s}$ ，判斷此雜訊來自供應電源訊號耦合之影響。雖於 60 Hz 振幅顯示較大，但追蹤搬遷至花崗岩 C 上之 ITRI-ONE 系統，其穩定性量測結果卻比搬遷前佳，即使此 60 Hz 量測之振幅訊號為真，亦不影響質量量測過程的穩定性。
4. 整體系統完成後有明確的不確定度可供評估。希望未來的國際比對亦有很好的成果。	謝謝委員肯定。新質量標準部分已規劃於 109 年參加兩項國際比對，確保量測系統之能力與全球量測能力一致。
5. 計畫執行績效良好，亦有妥善的後續規劃。	謝謝委員肯定。四項新標準系統之硬體建置將於 108 年 6 月以前完成，後續各系統將依規劃進行系統評估、查驗及國際比對等工作。
B 委員：	
1. 計畫執行進度與原計畫無差異	謝謝委員肯定。
2. 計畫預算支用比率，與原計畫大致無	謝謝委員肯定。

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
差異。	
<p>3. 計畫書表 4-2 中驗收規格“體積,相對標準不確定度$< 0.01 \text{ ppm}$”與實測值“0.0197 ppm”有差異,請說明為何判定屬“合格”?</p>	<p>謝謝委員意見。按 CCM Recommendation G1(2017),訂定質量相對標準不確定度之允收標準為 $\leq 5 \times 10^{-8}$,因此在 ITRI 與 PTB 雙方合約“Realization of the Mass Unit Kilogram”中,也依此訂定矽晶球質量之校正結果(表見證據 prima facie evidence)必須滿足$\leq 5 \times 10^{-8}$,做為允收與否之判定。若質量之校正結果(表見證據 prima facie evidence)其相對標準不確定度為 $\leq 5 \times 10^{-8}$,即為合格,代表各項次要參數(如莫耳分子量、表層質量、體積)符合質量相對標準不確定度之要求,亦屬合格。</p> <p>矽 28 矽晶球之驗收合格與否,以質量量測結果為主要依據,請參見如附件 2 詳細說明。</p>
<p>4. 計畫書第 69 頁(電子檔為 77 頁)中所載:不鏽鋼吸附效應法碼組第一組相對標準不確定度為 61.2%,不鏽鋼吸附效應法碼組第二組相對標準不確定度為 0.4%。請說明兩者差異相當大之原因。</p>	<p>謝謝委員意見。此兩組法碼量測後計算的不確定度皆為 $3.535 \times 10^{-6} \text{ mg/cm}^2$,由表 4-6 的量測數據中,第一組法碼組在真空與大氣中的質量差之差異不明顯;而第二組法碼組的質量差之差異十分顯著,因此造成兩組法碼組的相對不確定度相差極大。考慮此次量測為先大氣中量測,後在真空中量測,且兩組法碼進出真空與大氣的周期不同,使得法碼表面的質量吸附量不同,造成質量差值有明顯的差異。</p> <p>此吸附效應量測實驗主要是在驗證計畫團隊有能力分析數據,並與 PTB 專家確認產出結果之正確性,此量測結果並不會用於後續真空大氣質量導引。未來我們將此以自行購置之吸附效應法碼組,針對吸附效應法碼組的吸附速率作研究,瞭解吸附質量與時間的變化,以確定法碼組進出真空與大氣間的周期,降低法碼組的氣體吸附量之擾動。</p>
C 委員：	
<p>1. 本計畫須執行分項一：原級矽晶球質量標準建置及分項二：矽晶球表面質量量測系統技術建立,至 12 月止,本計畫共 6 個查核點,皆已如期完成計畫規劃,並符合設定之目標。</p>	<p>謝謝委員肯定。本計畫已如期完成計畫規劃,並符合設定之目標。</p>
<p>2. 本計畫經費規模為 7,880 萬元,旨在</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
<p>建立 X 光晶體密度法來實現新的公斤定義，包含購置高純度矽晶球，配合建置真空質量比較儀及矽晶球表面層分析儀等設備，確保我國質量標準追溯不受新定義實施的影響。計畫經費經常門動支率為 100%，資本門因受匯率波動為 99.5%，整體經費動支執行率已達 99.6%，經費支用情形妥適。</p>	
<p>3. 因應新質量標準所需之矽晶球表面質量量測系統建置完成後，執行單位 NML 後續應強化能力養成、國際比對以及國內推廣，藉以對國內產業提供校正與檢測服務。</p>	<p>謝謝委員肯定。新質量標準部分已規劃於 109 年參加兩項國際比對，確保量測系統之能力與全球量測能力一致。</p>
<p>4. 本計畫辦理國際單位制(SI)新計量標準說明會，三場說明會共有超過 250 位 NML 的送校客戶業者參與，藉由說明會的辦理，應可落實技術擴散之效益，提昇未來校正與檢測服務之績效。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
<p>5. 為因應 4 項 SI 基本單位定義之變革，保障國內產業生產設備、儀器準確度校正及追溯，提升 Made In Taiwan (MIT) 產品品質以確保國際競爭力，NML 分別以五項專案計畫完成 4 項計量標準，使我國計量標準符合 SI 新定義。本計畫為前述五項專案計畫之一，成果報告藉由整體 5 項專案計畫之推動時程及規劃目標說明，相較於過去本計畫之報告呈現方式，更加清楚顯示本計畫之計畫目標及其定位。</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>
<p>D 委員：</p>	
<p>1. 計畫執行單位為因應國際基本單位制(SI)的重新定義的即將實施，能夠主動積極爭取資源，進行儀器設備汰舊換新，以銜接國際度量衡未來發展趨勢，對我國國際計量主權的維</p>	<p>謝謝委員肯定。</p>

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明										
<p>持與國際接軌，有極為關鍵與正面的影響，值得嘉勉。</p>											
<p>2. 本計畫整體執行目的，擬引進四套新 SI 標準系統(質量公斤、溫度、電流、新物質)，並完成 33 項關鍵設備的建置，到目前為止，已引進兩套系統(質量與新物質)，另兩套將在明年建置完成，本年度經費使用均按原先規劃動支，相關系統的建置亦如期進行，績效卓著。</p>	<p>謝謝委員肯定。SI 新標準建置將於 108 年 6 月以前完成相關硬體建置，後續各系統也將進行系統評估、查驗及國際比對等工作，以確保量測系統之能力與全球量測能力一致。</p>										
<p>3. 本計畫執行結果，各項 KPI 指標亦達成原定目標值，後續規劃亦務實妥適，惟新 SI 各系統建置完成後所面臨的各項能力試驗、國際比對、與產學研各界合作、以及國內推廣等相關工作等，建議一併納入後續規劃，以便及早提供校正與檢測服務並與國際接軌。</p>	<p>謝謝委員肯定。為確保量測系統之能力與全球量測能力一致，系統建置後之相關系統查驗及國際比對工作皆已規劃，後續也會加強國內廣宣活動辦理，落實技術推廣擴散之效益。</p>										
<p>4. 目錄中所列項次與頁數和計畫書內容差異甚大，圖目錄中所列圖表編號之頁數亦與內容不符，請修正。</p>	<p>謝謝委員指正。電子檔與紙本結案報告之目錄頁次有所不同，審查後之更修版將進行修正。</p>										
<p>5. 新質量標準實驗室的振動測試方面，計畫中係以速度作為振動大小的量測參數，同時量測振動頻率在 100 Hz 以內，惟地震的震度則是以加速度(cm/s^2，單位為 gal)為單位，而地震引起的震動頻率可達 1 kHz 以上，因此若要了解因地震引起的震動對於新質量量測系統的影響，建議以加速度為參數的量測比對，同時量測頻率請增大到 kHz 以上，以了解地震對於 SI 新質量量測精確度方面的可能影響。</p>	<p>感謝委員指教。在振動測試方面，計畫團隊參考國際間國家計量標準實驗室之振動標準要求，參考規範內容是以 root-mean-square velocity 作為振動振幅單位，且頻率範圍最高僅要求至 100 Hz，如下表與下圖所示：</p> <table border="1" data-bbox="794 1534 1385 2027"> <thead> <tr> <th>Criterion</th> <th>Definition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>NIST-A</td> <td>0.025 μm between 1 and 20 Hz; 3.1 $\mu\text{m/s}$ between 20 and 100 Hz</td> </tr> <tr> <td>VC-D</td> <td>6.25 $\mu\text{m/s}$ between 1 and 80 Hz</td> </tr> <tr> <td>VC-E</td> <td>3.1 $\mu\text{m/s}$ between 1 and 80 Hz</td> </tr> <tr> <td>VC-F</td> <td>1.6 $\mu\text{m/s}$ (62.5 $\mu\text{in/s}$) between 1 and 80 Hz</td> </tr> </tbody> </table>	Criterion	Definition	NIST-A	0.025 μm between 1 and 20 Hz; 3.1 $\mu\text{m/s}$ between 20 and 100 Hz	VC-D	6.25 $\mu\text{m/s}$ between 1 and 80 Hz	VC-E	3.1 $\mu\text{m/s}$ between 1 and 80 Hz	VC-F	1.6 $\mu\text{m/s}$ (62.5 $\mu\text{in/s}$) between 1 and 80 Hz
Criterion	Definition										
NIST-A	0.025 μm between 1 and 20 Hz; 3.1 $\mu\text{m/s}$ between 20 and 100 Hz										
VC-D	6.25 $\mu\text{m/s}$ between 1 and 80 Hz										
VC-E	3.1 $\mu\text{m/s}$ between 1 and 80 Hz										
VC-F	1.6 $\mu\text{m/s}$ (62.5 $\mu\text{in/s}$) between 1 and 80 Hz										

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
	 <p>由於低頻振動難以隔離，再加上一般地表環境振動頻譜有隨頻率增加而減小的趨勢，所以 NIST-A 特別強調低頻振動規格，且將頻率上限由一般標準的 80 Hz 提升至 100 Hz，是上述標準中最為嚴格之振動標準。所以計畫團隊依據這些標準訂定頻率範圍與振幅頻譜單位。且由於質量比較儀不會在地震狀態下進行操作(或地震狀態下取得的數據將不會被採用)，所以高頻的響應量測並未納入考量。後續將規劃購置三軸加速度規，架設於質量比較儀之花崗岩平台，進行長期的振動數據擷取，觀察質量量測結果與振動數據之間的關聯性。</p>
<p>E 委員：</p>	
<p>1. 實驗室建置、矽晶球的清洗實驗及相關的操作程式已依規範完成及驗收，惟相關步驟是否需經國外單位重新認證</p>	<p>謝謝委員意見。NML 標準系統定期每五年皆有安排實驗室同儕評鑑與 TAF 認證，質量與相關量之標準系統將於 2020 年進行上述之評鑑與認證活動，將邀請各領域國際專家對相關標準系統之校正與量測能力進行整體檢視。</p>
<p>2. 真空中質量傳遞至大氣中砝碼，為解決砝碼穩定度問題，相關的吸附效應研究及規範始否已否已建立</p>	<p>謝謝委員意見。由於吸附效應是過去我們沒有研究的課題，相關的量測方式是主要是參考 PTB 與 NPL 的一些相關資料。其中，在 NPL Report Eng 50 這份報告中提供了較詳細的量測步驟，以及計算方式。目前已參考文獻並與 PTB 的專家討論產出一份技術文件「大氣-真空質量導引;建立新公斤追溯」(編號 073A70083)，未來將以此報告為基礎，依照目前實驗室的環境條件在作細部的修改。</p>
<p>3. 報告中連續三天對實驗室的量測結果尚可，但光復院區內部或附近</p>	<p>感謝委員意見。實測花崗岩防震平台對週遭環境振動的改變，不論有無人為走動，前後振幅無明顯差</p>

綜合意見理由說明	委辦單位回復說明
<p>的施工或活動，對於實驗室是否有影響</p>	<p>異，表示各頻率振動不會造成傳來不同的震動干擾，而影響質量量測過程的穩定性，且振幅變化符合 VC-E 振動標準，雖於，60 Hz 振幅顯示較大，但追蹤搬遷至花崗岩 C 上之 ITRI-ONE 系統，其穩定性量測結果卻比搬遷前佳，即使此 60 Hz 量測之振幅訊號為真，亦不影響質量量測過程的穩定性。因此，新質量標準實驗室環境建置成果，可提供矽晶球質量量測一個穩定的量測環境，以達到 NML 新公斤質量量測標準的建立。</p>
<p>4. XRF 數據擬合，其軟體建置係以 PTB 提供之 XRF 數據量測結果，--最後以我們的軟體擬合後再與 PTB 核對(p97)，請補充說明過程，另外其準確度判讀及軟體修改有無協助單位</p>	<p>謝謝委員意見。XRF 之數據擬合模型建置係由 PTB 開發此方法之專家 Dr. Michael Kolbe 以及 Dr. Matthias Mueller 初步提供參考文獻，其中包含制動輻射曲線以及拉曼共振散射兩背景值之建立，以及 XRF 量測結果如何以高斯分布擬合 Si K_{α} 與 O K_{α} 之積分強度進而取得 Si/O ratio，由於每個擬合步驟牽涉參數眾多，故在建立背景值的參考與曲線擬合結果皆逐步向 PTB 之專家核對與討論所帶入參數與計算結果之正確性，以確保我們的 XRF 擬合結果與 PTB 一致。</p> <p>矽晶球表層若有 CO₂ 吸附，則可根據矽晶球表層光電子量測頻譜(C 1s)進行定量；但由 PTB 近期的量測結果，並無觀測到碳氧化物之鍵結能量，主因可能是矽晶球量測前皆會以標準程序進行清洗，且量測過程皆於真空環境中進行，使得矽晶球表面之 CO₂ 之得以脫附。在螢光光譜量測期間，所有之閥門與視窗皆為關閉狀態，外界雜光不易進入位於腔體內之螢光偵測器(SDD)，後續將觀察日光燈開啟或關閉對螢光頻譜之影響。</p>
<p>5. 本案係建置新的度量衡標準，事關重大，本計畫基於經費及政府計畫之出國慣例，出國受訓種子人員過少，建議未來能改善此現象。</p>	<p>謝謝委員建議。4 項 SI 新標準建置在 5 項專案計畫中共規劃 9 趟次之客座研習(106 跨部會科發 2 項、107NML2 項、107 第二預備金 2 項、107 經濟部科發 3 項)，每趟次時間約 1~3 個月，分別赴德國 PTB、日本 NMIJ 及英國 NPL 等實驗室學習 SI 新標準建置之相關技術。後續計畫在出國人員受訓部分也會再參考委員意見，妥善規劃，完整學習他國技術經驗，以利我國相關技術能量建置。</p>

附件 1、SI 新標準建置相關計畫之 33 項關鍵設備採購清單

計畫名稱	系統	設備名稱	備註 (截至 12/18)
106NML (106.9~106.12) 金額：4000 萬	質量	矽晶球表面光電子頻譜分析儀(含 XFlash 矽漂移偵測器)	已完成驗收
	溫度	氣體分析儀	
		溫度定點	
106 年跨部會署科 發基金計畫 (執行期間- 107.2~107.12) 計畫金額：7880 萬	質量	高度純化矽 28 矽晶球原級質量標準	已完成驗收
		真空相容質量比較儀	已完成驗收
107NML (執行期間- 107.1~107.12) 金額：4362.7 萬	質量	超高真空系統	已交貨 (驗收中)
		超高真空相容五軸矽晶球調整座	已交貨 (驗收中)
		吸附效應參考法碼組	已交貨 (驗收中)
	溫度	準球型聲學共振腔	已交貨 (驗收中)
107 第二預備金(執 行期間- 107.7~107.12) 107 第二預備金 (執行期間- 107.7~107.12) 金額：2 億 6065.5 萬	質量	一公斤質量比較儀全自動量測系統	已交貨 (驗收中)
		一百克質量比較儀全自動量測系統	已交貨 (驗收中)
		十克質量比較儀全自動量測系統	已交貨 (驗收中)
		靜態膨脹真空原級標準系統	已交貨 (驗收中)
		新質量實驗室空調系統 (原實驗室環境溫濕度改善)	已完成驗收
	溫度	熱電偶高溫校正系統設備	已交貨 (驗收中)
		輻射超高溫校正系統設備	已交貨 (驗收中)
	電流	免液氦量化霍爾電阻系統	已交貨 (驗收中)
		高精度多通道高阻電橋	
精密標準電阻器及其恆溫儲存槽			

計畫名稱	系統	設備名稱	備註 (截至 12/18)
		精密電阻校正器	已完成驗收
	物質 量	多接收器感應耦合電漿質譜	已交貨 (驗收中)
		同位素比例量測設備	已交貨 (驗收中)
		高解析感應耦合電漿質譜	已交貨 (驗收中)
		新物質無塵實驗室(原高潔淨度環境 設施)	已交貨 (驗收中)
		新物質實驗室空調系統(原實驗室恆 溫恆濕環境建置)	已交貨 (驗收中)
		新物質實驗室全自動滅火系統(原實 驗室消防設施建置)	已交貨 (驗收中)
107 經濟部科發 (執行期間- 107.7.26~108.6.30) 金額：9099.4 萬	質量	矽晶球表層質量分析儀(III)	完成訂購 2019/6/21 交貨
	溫度	聲學氣體溫度計設備	已先於 4 月 24 日與 NPL 完成 簽約 (可能需延長計 畫執行時程) 2019/7/24 交貨
		氣體分析儀(II)	完成訂購 2019/12/21 交貨
		溫度定點裝備(II)	完成訂購 2019/2/15 交貨
		精密電阻電橋	完成訂購 2019/2/15 交貨
		輻射超高溫校正系統設備(I)	完成訂購 2019/4/30 交貨
	電流	大電流電阻電橋	已交貨 (驗收中)

附件 2、高純度化矽 28 矽晶球原級質量標準

根據 CIPM CCM 所發行之“Mise en pratique for the definition of the kilogram in the SI”(網址為 <https://www.bipm.org/utis/en/pdf/si-mep/MeP-kg-2018.pdf>)，在新公斤定義實施後，質量的追溯鍊下圖所示，在質量標準方面主要分為原級質量標準(Primary mass standard)與二級質量標準(Secondary mass standard)，由原級方法所校正之質量標準稱為原級質量標準，與原級質量標準經質量比較所得之質量標準稱之為二級質量標準。按照此追溯鍊，原級質量標準之標準不確定度必須小於二級質量標準之標準不確定度。

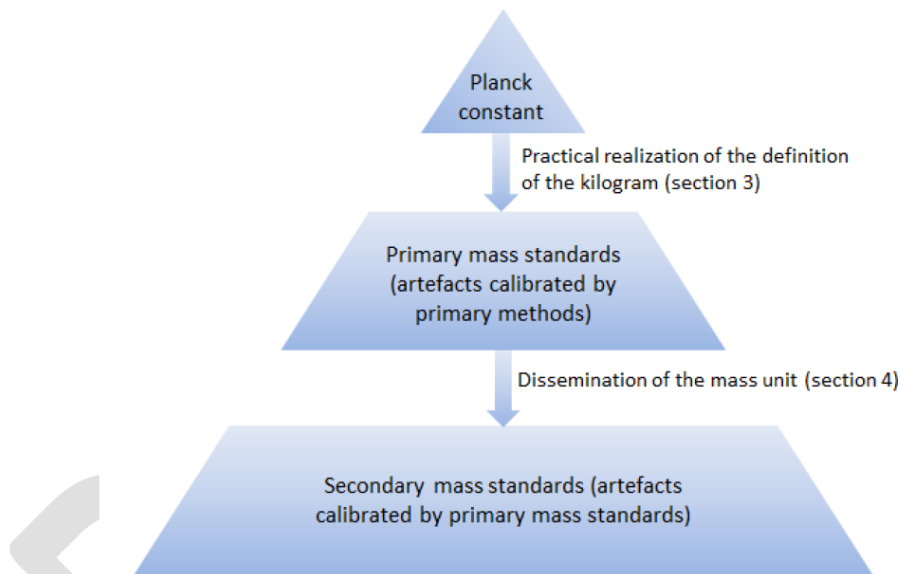


Figure 1. Illustration of the traceability chain from the definition of the kilogram. The unit of the Planck constant being $\text{kg m}^2 \text{s}^{-1}$, the units second and metre are needed to derive a primary mass standard from the Planck constant.

圖、新公斤定義實施行後之質量追溯鍊

為符合 CIPM CCM 所發行之“Mise en pratique for the definition of the kilogram in the SI”，與在新公斤定義實施後，質量之校正追溯不確定度需求，因此，在 ITRI 與 PTB 之合作協定 (“Realization of the Mass Unit Kilogram”) 中，合作重點為使用 XRCD 法實現質量單位公斤，PTB 也需完成以下兩顆矽晶球之交付：

- **矽 28 矽晶球(^{28}Si sphere)一顆**

做為後續以 XRCD 法實現之原級質量標準。

矽 28 矽晶球規格訂定方面，除合作協定所載之包含同位素純度、不圓度等各項參數規格外，也明定矽 28 矽晶球質量之校正結果為各項參數允收與否之表見證據(prima facie evidence)。

- **二級矽晶球質量標準(one natural secondary Si sphere) 一顆**

做為後續以 XRCD 法實現之二級質量標準。

允收標準為質量擴充不確定度小於等於 50 微克，即相對擴充不確定度小於等於 5×10^{-8} 。

為滿足新公斤定義實施後，上述追溯鍊中原級質量標準與二級質量標準的位階關係，矽 28 矽晶球之質量相對標準不確定度需優於二級矽晶球質量標準之規格要求，亦即質量擴充不確定度($k = 2$)小於等於 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})，才能符合新公斤定義實行後之質量追溯要求。因此，矽 28 矽晶球(^{28}Si sphere)之質量相對標準不確定度的允收標準，必須滿足 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})。因此，依此矽 28 矽晶球(^{28}Si sphere)之表見證據(*prima facie* evidence)結果(亦即交付矽晶球之質量校正結果)是否滿足質量擴充不確定度小於等於 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})，做為各項參數允收與否之最終判定。

再者，與 IAC 2016 的 XRCD 實現結果相較(Metrologia 53, 2016, A19)，ITRI 所獲得之矽 28 矽晶球，除滿足質量擴充不確定度小於等於 50 微克(或質量相對標準不確定度需小於等於 2.5×10^{-8})的要求外，在主要不確定度來源項皆優於該篇論文結果，請見下表。

不確定度來源	相對標準不確定度 IAC 2016 / 10^{-9}	相對標準不確定度 ITRI 矽 28 矽晶球 / 10^{-9}
莫耳分子量	5	1.5
表層質量	13	8.9
球體體積	20	19.7

附註：CIPM CCM Recommendation G1(2017)文件為質量校正領域對新公斤定義原級實現方法的共識要求，原級實現方法所達成之質量相對標準不確定度需滿足 $\leq 5 \times 10^{-8}$ 。