



102年度奈米國家型計畫執行報告

奈米技術計量標準計畫（5/6）

（第5年度）

全程計畫：自 98 年 1 月至 103 年 12 月止

本年度計畫：自 102 年 1 月至 102 年 12 月止

委託單位：經濟部標準檢驗局

執行單位：工業技術研究院

中華民國 102 年 12 月

【期末報告摘要資料】

科資中心編號				
計畫中文名稱	奈米技術計量標準計畫			
主管機關	經濟部標準檢驗局	計畫編號	102-1403-05-辛-09	
執行機構	財團法人工業技術研究院	審議編號	102-1403-05-辛-09	
年度	102	全程期間	98.01-103.12	
本期經費	24,900仟元			
執行單位出資	0%			
經濟部標準檢驗局	委託(補助) 100%			
執行進度		預定進度	實際進度	落後比率(比較)
	當年	100%	100%	0%
	全程	75%	75%	0%
經費支用		預定支用經費	實際支用經費	支用比率
	當年	24,900仟元	24,900仟元	100.0%
	全程	235,737仟元	210,126仟元	89.1%
中文關鍵詞	奈米計量、奈米粒子、奈米薄膜計量、X 光量測技術、奈米標準			
英文關鍵詞	Nanometrology, Nanoparticle, Thin Film Metrology, X-Ray Technology, Nanotechnology Standard			
研究人員	中文姓名		英文姓名	
	傅尉恩		Wei-En Fu	
	何信佳		Hsin-Chia Ho	
	劉惠中		Huay-Chung Liou	
	姚斌誠		Bin-Cheng Yao	
研究成果中文摘要	<p>1. 奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項：</p> <p>(1) 奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質 完成市面上常見奈米氧化鋅蒐集與分析比較。完成奈米氧化鋅參考物質評估與各種物理與化學特性分析。標準粒徑為40 nm，其樣品粒徑分佈CV值為12.5 %。並依據ISO GUIDE 34，進行生產管理、量測驗證與品質文件建立，未來樣品將可供國內外比對的標的，以及供應二級實驗室校正與生物等實驗工作。</p> <p>(2) 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術 完成比表面積儀器建置、人員訓練以及建立BET量測方程式要因分析，包括壓力、體積、重量以及溫度等參數計算，與各參數校正追溯等工作。並與材化所等單位，進行各種吸附材與樣品測試與分析工作。</p> <p>(3) 奈米粒子/線功能性量測標準技術建立 完成Zeta電位分析儀之採購、安裝、樣品測試、驗收等流程，並完成</p>			

Zeta電位量測程序文件，可提供溶液粒子及平面樣品之Zeta電位測試。

2. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項：

(1) 多孔性材料薄膜厚度量測技術

完成X射線孔隙反射儀薄膜量測系統之評估及系統查驗，目前已可對外提供孔隙薄膜樣品校正服務。同時，參考ISO/IEC Guide 98-3:2008，針對各項不確定度來源進行分析及估算，建立薄膜孔徑量測之量測追溯性。系統校正與量測能力整理如下：

- 校正服務項目：SiOCH 孔隙薄膜標準片（膜厚：2 nm ~ 200 nm）
- 受測量範圍：標稱孔徑尺寸為 2.0 nm
- 擴充不確定度：0.3 nm
- 信賴水準：95 %
- 涵蓋因子： $k = 2$

3. 奈米國際量測與產品標準推動分項：

(1) IEC TC 113 WG3: 兩項標準案進行中

a) 一新工作提案計畫，編號及名稱 IEC 62607-4-4 「 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method」，剛獲同意成案(初步工作提案，PWI)。

b) 一技術規案(TS)計畫，編號及名稱 IEC/TS 62844 「 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products」，進行至委員會草案階段(CD)。

(2) 奈米標準諮議會(TNSC)：

a) 第一工作組(TWA1)進行兩件標準案：

1. 進行至出版階段：出版編號TNS003-2013 「奈米技術—詞彙—第三部分—碳奈米體」 (ISO/TS 80004-3:2010-Nanotechnologies-Vocabulary- Part 3 : Carbon nano-objects之中文草案)

2. 進行至諮詢階段(enquiry stage)：中文草案 ISO/TS 80004-1:2010 Nanotechnologies-Vocabulary-Part 1: core terms

b) 第二工作組(TWA2)進行一件標準案：

1. 進行至技術工作組草案(TD)：「奈米技術—薄膜材料壓痕測定法—奈米壓痕試驗機」

c) 第三工作組(TWA3)進行一件標準案：

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

d) 第四工作組(TWA4)進行一件標準案：

	<p>1.進行至技術工作組草案(TD)：「奈米技術—材料規格—規格化奈米體的準則」</p> <p>e)舉辦二場奈米標準諮議會(TNSC)會議、五場工作組(TWAs)會議</p> <p>(3)標準組織參與運作</p> <p>a)協調專家參加ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS國際奈米標準會議共9人次，參與約50項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。</p> <p>b) TC 229決議與ISO TC35/SC9建立內部聯盟，並指派ANF為外派聯盟代表，因此拓展(可指派)台灣專家參與TC35/SC9/WG2(風力發電機葉片鍍膜)工作組會議之標準草案討論。</p>
英文摘要	<p>1. Measurement Standards for Nanoparticle/Nanowire Sizes and Functional Properties :</p> <p>(1)The assessment of nano-Zinc Oxide reference material (RM) was achieved. The assessment included the analysis of variant physical and chemical properties. The nominal particle size is approximately 40 nm. The RMs' size distribution is 12.5 %. Based on ISO GUIDE 34, we completed the production management, verification of measurement and quality documents. These RMs will be available as the subject for the international comparsion. They also can be supplied for the calibration of secondary and testing laboratories, and for biological experiments.</p> <p>(2)Measurement Standards for Ambient Suspended Nanoparticles and Specific Surface Area:</p> <p>The instrument and measuring equation of BET system was established by CMS. The uncertainty factors of measurement results are considered and traced to SI units, including volum, temperature, pressure and etc..We also co-worked with other laboratory for the development of materials.</p> <p>(3)Nanoparticle/Nanowire Functional Properties Measurement Standards :</p> <p>Complete the procurement, installation and acceptance testings of the Zeta potential analyzer. The measurement procedure has also been established so that CMS can already provide test services for particle and surface Zeta potential measurements.</p> <p>2. Measurement Standards for Thin Film :</p> <p>(1) Thin Film Surface Geometric Metrology</p> <p>The evaluation and validation of the X-ray porosimetry measurement system had been completed in September, 2013. The uncertainty sources caused by measuring the porous thin films were considered and evaluated based on “ISO/IEC Guide 98-3:2008”. Currently the system provides</p>

calibration services for the SiOCH porous thin film materials with pore size around 2 nm. The detailed calibration and measurement capability are summarized below:

- Calibration Service : SiOCH Porous Thin Film Standards (Thickness: 2 nm ~ 200 nm)
- Measurand Range : Nominal pore size is 2.0 nm
- Expanded uncertainty : 0.3 nm
- The level of confidence : 95 %
- Coverage factor : $k = 2$

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

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

- a) A new work proposal, IEC 62607-4-4 「 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method 」 , has just been agreed to start (preliminary work item, PWI).
- b) A technical specification (TS) project, IEC / TS 62844 「 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products 」 , proceeded to the Committee Draft stage (CD).

(2) Taiwan Nano Standard Council (TNSC):

- a) Working Group 1(TWA1) has two standard projects :
 1. publication stage : Publication number TNS003-2013 「 Nano Technology - Vocabulary - Part III - carbon nano body 」 (traditional Chinese version of ISO / TS 80004-3:2010-Nanotechnologies- Vocabulary - Part 3: Carbon nano)
 2. enquiry stage: Cultural draft ISO / TS 80004-1:2010 Nanotechnologies -Vocabulary-Part 1: core terms
- b) Working Group 2 (TWA2) has one standard project :
 1. technical working group draft (TD) : 「 Nanotechnology - Determination of indentation film materials - nano-indentation test machine 」
- c) Working Group 3 (TWA3) has one standard project:
 1. working draft (WD) : 「 Nanotechnology - Liquid particle size measurement method - electron microscopy 」
- d) Working Group 4 (TWA4) has one standard project:
 1. technical working group draft (TD) : 「 Nanotechnology - Material specifications - nano indentation guidelines 」

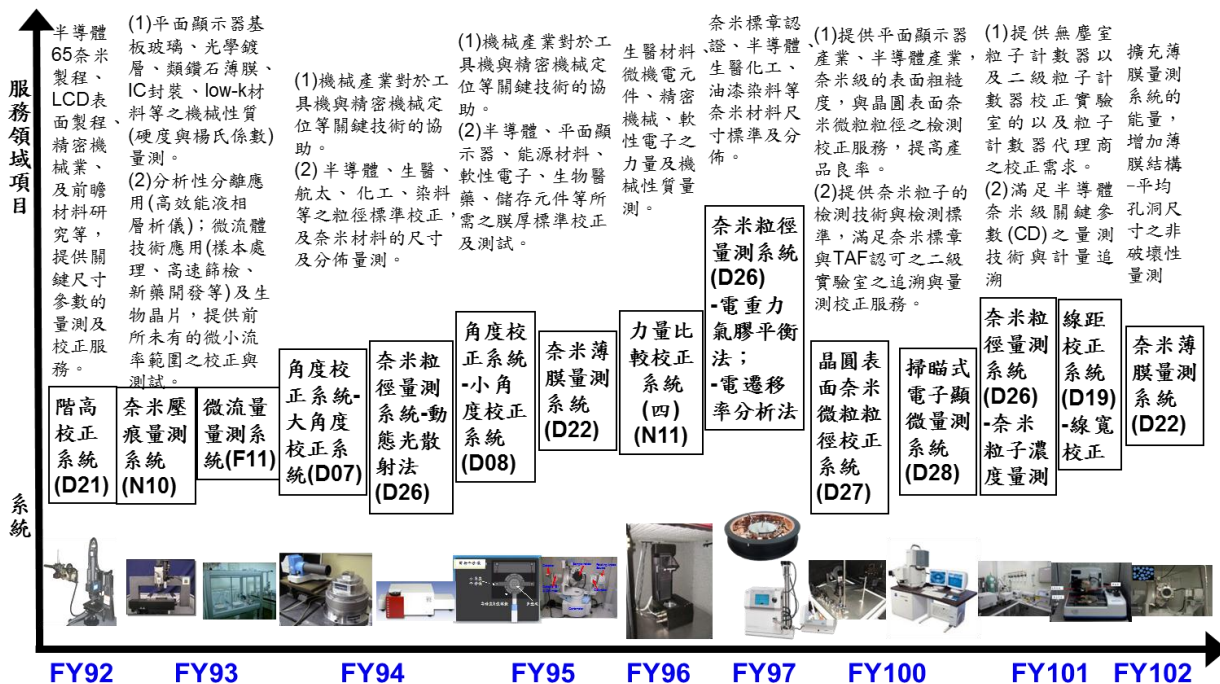
- e) two Taiwan Nano Standard Council (TNSC) meetings and five working groups (TWAs) meetings were held during 2013.
- (3) international standards organizations operation
- a) Coordination of experts to participate in ISO TC 229, IEC TC 113, VAMAS international nanotechnology standard meeting: 9 experts; participating about 50 draft standard projects.
- b) TC 229 resolution: to establish internal alliances with ISO TC35/SC9 and assign ANF representative as the outgoing liaison officer, expanding Taiwan's TC activities to TC35/SC9/WG2.

本計畫執行成果之實質影響與重要性：

(一)經濟效益

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

圖一 FY92-FY102 已建立之十一套國家標準系統



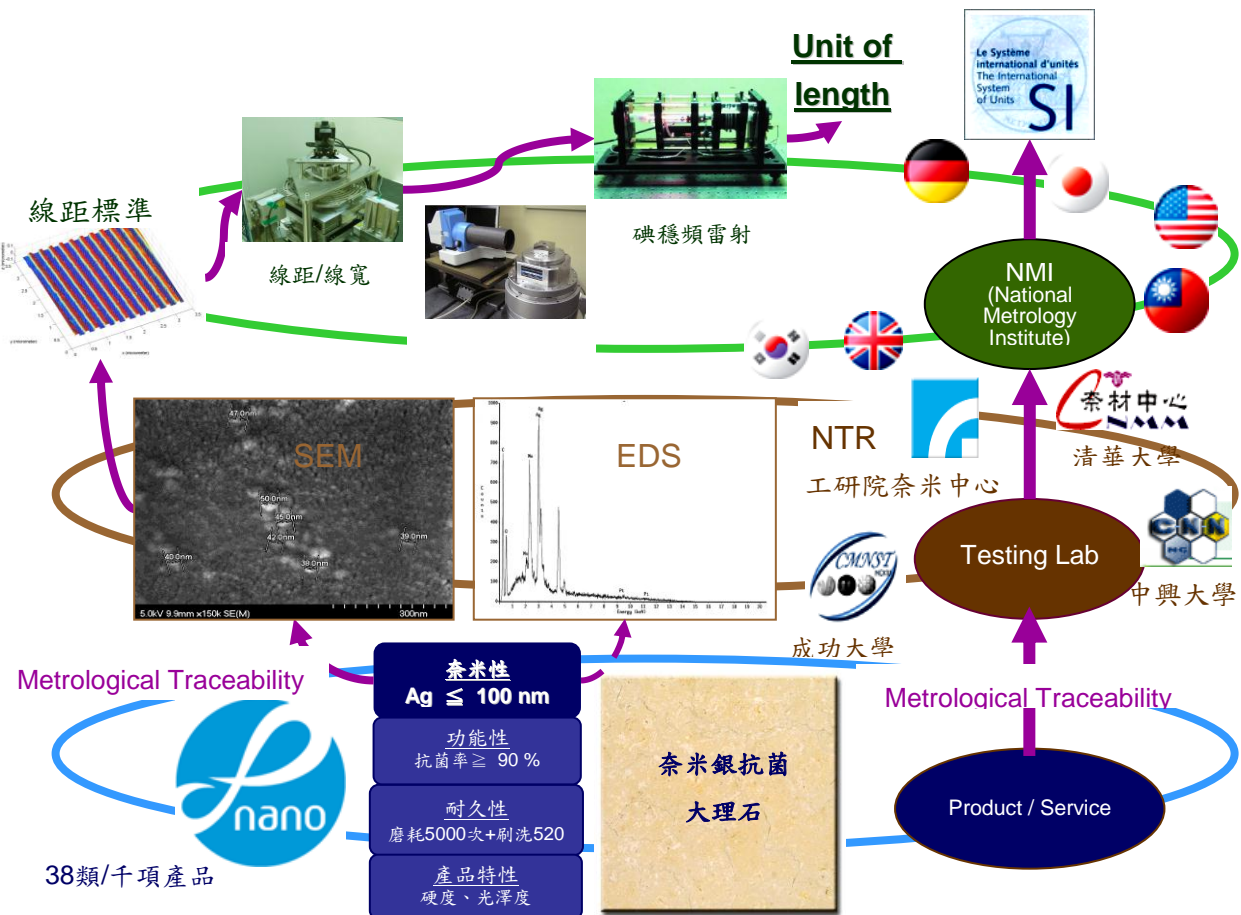
(1) 實例：階高(step-height)標準校正服務，協助半導體產業晶片製程設計、物料採購及生產製成品管。在薄膜(metal)、黃光及蝕刻三段製程中都會先檢測電性是否符合設計，若不在可接受範圍內，將再針對此處進行 step-height 檢測，因差異將影響元件或產品電性，造成產品如 CPU 速度不對(高度愈高電阻愈小)，每案客戶的設計規格中可容忍的誤差為

±10%。效益估算以台積電為例：100 年至 11 月營收為 NT387,679M/year；參考 BIPM (國際度量衡局) 的評估模式：一級校正服務之效益佔產值之 1%，據此估算服務此公司之貢獻度達 NT3,876.79M/year，若降低二個數量級(order)保守估算仍有 NT38M/year，而台積電 90 奈米、65 奈米、40 奈米製程佔營收之 62.5% (分別為 9%、27%、26.5%)，則估計本系統對該公司之貢獻度可達 NT24M/year。

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

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

圖二 協助推動奈米標章及建立完整標準追溯鏈



(二) 社會效益

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

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

(2)舉辦能力試驗：DLS(成功大學、中興大學、美梭公司)

2.協助政府權責機關，共同研擬奈米技術在安全問題與健康問題上之解決對策。

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

(三)國際影響：

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

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

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

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

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

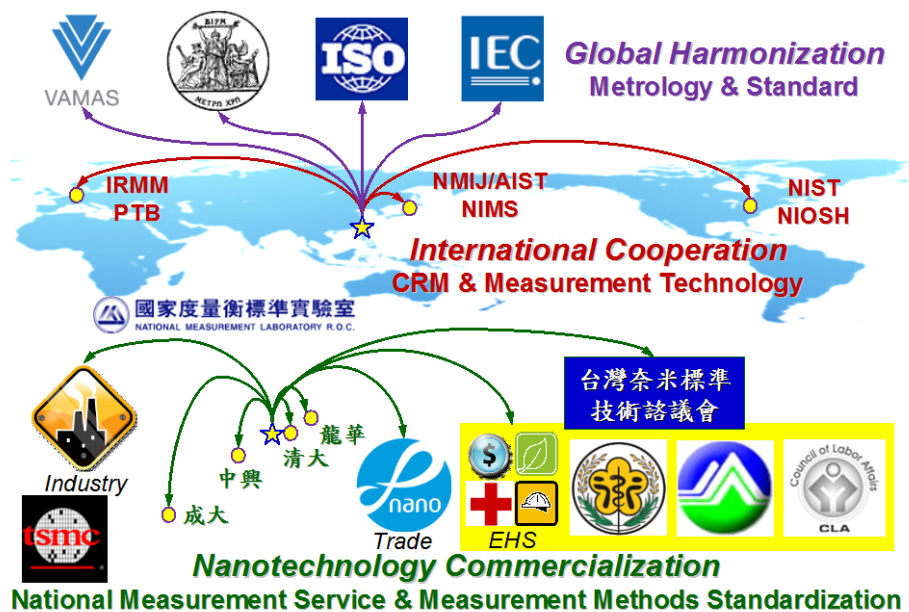
(5)實例五：99年接受 IRMM 委託，以 DLS 及 EM 量測二氧化矽奈米粒子 ERM-FD304 及 ERM-FD100。

(6)實例六：2010.11 APMP-TCL 與 WGMM 大會，決議由國家度量衡標準實驗室，擔任 2011-2013 國際奈米粒子比對(APMP TCL / WGMM Supplementary comparison on Nanoparticle Size)之 Pilot Lab、NMIJ 擔任 Co-pilot Lab。

2.透過國際合作共同解決全球之奈米 EHS 議題。

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

圖三 計畫之社會效益與國際影響



報告頁數	126
使用語言	中文
全文處理方式	可立即對外提供參考

報 告 內 容

目 錄

壹、年度活動紀要	1
貳、前言	5
參、計畫變更說明	5
肆、執行績效檢討	
一、與計畫符合情形	
(一)進度與計畫符合情形	6
(二)目標達成情形	7
(三)配合計畫與措施	12
二、資源運用情形	
(一)人力運用情形	13
(二)設備購置與利用情形	13
(三)經費運用情形	14
三、人力培訓情形	16
伍、成果說明與檢討	
一、奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫	25
二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫	54
三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫	71
四、成果與推廣	91
陸、結論與建議	99
附件	
附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單	103
附件二、新台幣壹百萬以上儀器設備清單	103
附件三、國外出差人員一覽表	104
附件四、專利成果統計一覽表	106
附件五、論文一覽表	107
附件六、研究報告一覽表	110
附件七、研討會/成果發表會/說明會一覽表	112
附件八、研究成果統計表	113
附件九、中英文對照表	114
附件十、參考文獻索引	116
附件十一、期末審查意見回覆	117

壹、年度活動紀要

茲就本年度計畫管理、技術與成果活動、人事與國際合作相關事務，紀事說明如下：

時 間	內 容
101.12.27	102年度「奈米技術計量標準計畫」議價，本計畫以新臺幣34,700千元整決標。
102.01.08	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 404 會議室召開奈米國家型科技計畫於 102 年部會協商暨 103 年跨部會額度協調會議。
102.01.08	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 710 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
102.01.16	耀群科技黃建業處長來訪，參觀氣膠濃度校正系統。
102.01.24	依議價金額 34,700 千元，完成計畫簽約。
102.01.30	台灣力昂科技邱睦文董事長一行 2 人，參觀氣膠濃度校正系統。
102.02.01	楊梅國中資優班一行 25 人來訪，參觀奈米檢測實驗室。
102.02.04	國家型計畫辦公室於國科會 2 樓第 11 會議室召開奈米國家型科技計畫「101 年期末績效評估審查會議」。
102.02.05	本計畫擴建之「奈米粒徑量測系統—奈米粒子濃度量測」及「線距校正系統—線寬校正」正式對外服務。
102.02.07	103年度「奈米國家型科技計畫—奈米技術計量標準計畫」綱要計畫書審查於標檢局第1會議室舉行。
102.02.21	台灣派克漢尼汾股份有限公司陳續文經理一行5人來訪，參觀氣膠濃度校正系統。
102.02.22	台灣大學高分子科學與工程學研究所徐善慧教授團隊一行2人來訪，參觀奈米檢測實驗室。
102.02.22	TSMC陳柏嘉副理一行14人來訪，參觀氣膠濃度校正系統。
102.03.20	配合立法院 102 年度預算審議結果，本計畫刪減 9,800 千元，計畫經費調整為 24,900 千元。

時 間	內 容
102.03.26	國家型計畫辦公室於交通大學基礎科學教學研究大樓 3F 353 會議室 召開 102 年度第二次部會協商會議。
102.04.08	國科會企劃處於科技大樓 19 樓 第 1908 會議室召開 102 年度奈米國家型科技計畫跨部會工作協調會(101 年度執行成果報告)。
102.04.13	奈米國家型科技計畫於交通大學電資大樓 1F 召開「國科會奈米科技前瞻應用主軸計畫」規劃座談會。
102.04.17	獲經標四字第 10200517750 號函同意辦理第 2 項出國變更事宜。
102.05.16	國科會於國科會 2 樓第 11 會議室召開 103 年度奈米國家型科技計畫綱要計畫初審暨 101 年度綱要計畫績效評估複評會議。
102.05.24	TSMC 楊淇銘部經理一行 2 人來訪，討論氣膠粒子分布量測事宜。
102.05.28	國家型計畫辦公室於台北國科會科技大樓 2F 第 4 會議室召開 102 年度第三次部會協商會議。
102.05.28	國家型計畫辦公室於台北國科會科技大樓 2F 第 2 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
102.06.13	獲經標四字第 10200534610 號函同意辦理第 8 項出國變更事宜。
102.06.17	於集思台大會議中心柏拉圖廳辦理 2013 奈米粒徑量測國際研討會，海內外數十位專家齊聚一堂分享各國近年奈米材料與粒子量測之寶貴成果，共有 39 家廠商 80 人參與盛會。
102.06.17	何信佳博士受標檢局「2013 International Workshop on Nanoparticle Size Measurement」之邀請，擔任國際研討會演講者。
102.06.21	Met & Props 2013 conference 成員一行 30 人來訪，參觀 SEM。
102.06.18	於台灣大學召開奈米諮議會第四工作組 102 年度第一次會議。
102.07.02	於工研院 16 館 223 會議室召開奈米諮議會第二工作組 102 年度第一次會議。
102.07.04	於台灣大學召開奈米諮議會第四工作組 102 年度第二次會議。
102.07.10	佳陞科技林煜駢副總一行 3 人來訪，參觀氣膠濃度校正系統。

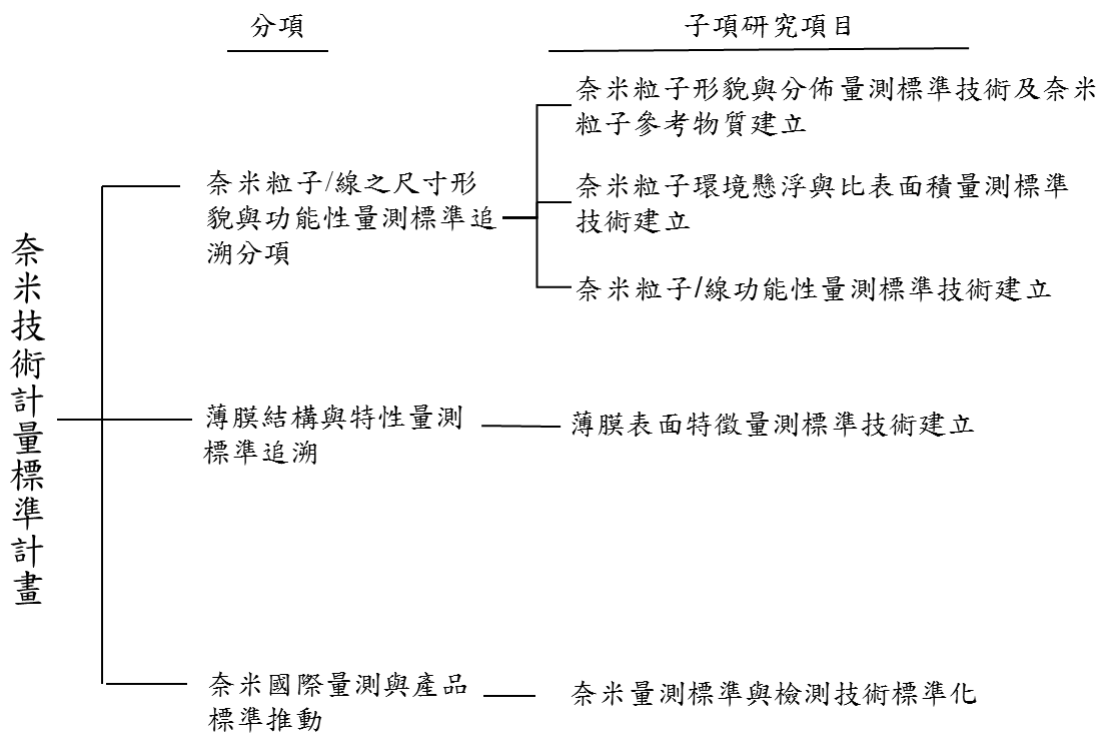
時 間	內 容
102.07.23	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 4F 404 室會議室召開 102 年度第四次部會協商會議。
102.07.23	國家型計畫辦公室於交通大學交映樓 7F 710 室會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
102.08.02	召開奈米標準技術諮議會(Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 102 年度第一次會議。
102.08.02	國家型計畫辦公室於國科會第 10 會議室召開「奈米結案前一年自評會議」。
102.08.22	清華大學化工系蔡德豪教授一行 3 人來訪，參觀氣膠濃度校正系統。
102.08.27	於台中世貿 204 會議室辦理「奈米薄膜量測技術研討會」、「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，計有學員 61 名(45 廠家)。
102.08.28	獲經標四字第 10200560790 號函同意計畫變更辦理增聘顧問事宜。
102.08.30	完成期中報告委員書審。
102.09.10	國家型計畫辦公室於國科會科技大樓 2F 第 13 會議室召開 102 年度第五次部會協商會議。
102.09.10	國家型計畫辦公室於國科會科技大樓 2F 第 2 會議室召開環境、健康、安全 (EHS) 研究跨部會協調會議。
102.09.10	於經濟部標準檢驗局第2會議室辦理奈米薄膜檢測標準技術論壇，計有產官學員代表18人與會。
102.09.11	何信佳博士受11th APMP/TCQM GAWG Workshop之邀請，擔任國際研討會演講者。
102.09.12	於工研院67館B01會議室召開系統查驗會議，完成「薄膜量測系統-多孔隙薄膜校正」查驗。
102.10.02-04	參與2013台灣奈米科技展，展出奈米粒徑量測標準、奈米薄膜計量標準及奈米量測標準。
102.10.03	103年度「奈米技術計量標準計畫」細部計畫書審查會議於標檢局第1會議室舉行。

時 間	內 容
102.10.08	於工研院16館223會議室召開奈米諮議會第一工作組102年度第一次會議。
102.10.18	於經濟部標準檢驗局第2會議室辦理奈米粒子檢測標準技術論壇，計有產官學研代表19人與會。
102.10.21	獲經標四字第10200574610號函同意本計畫辦理資本門流用變更。
102.10.21	何信佳博士受邀參加102年環境奈米科技論壇，以專家身分發表「奈米計量與標準在環境、健康和安全的發展趨勢」演講。
102.10.29	於國立成功大學自強校區儀器設備大樓奈微所會議室辦理「奈米薄膜量測技術研討會」、「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，計有學員68名(27廠家)。
102.12.11	召開奈米諮議會第二工作組與第三工作組102年度聯席會議
102.12.17	召開奈米標準技術諮議會(Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 102年度第二次會議。

貳、前言

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

本年度計畫架構如下：



參、計畫變更說明：(1)102年04月03日工研量字第1020004639號函，辦理第2項出國期限變更事宜，於102年4月17日獲經標四字第10200517750號函同意。(2)102年05月30日工研量字第1020007653號函，辦理第8項出國期限變更事宜，於102年6月13日獲經標四字第10200534610號函同意。(3)102年8月14日工研量字第1020011716號函，辦理計畫變更增聘顧問事宜，於102年8月28日獲經標四字第10200560790號函同意。(4)102年9月27日工研量字第1020013980號函，辦理本計畫資本門其他權利科目流用至軟體購置科目之變更，於102年10月21日獲經標四字第10200574610號函同意。

肆、執行績效檢討

一、與計畫符合情形

(一)進度與計畫符合情形

預定進度 —— 實際進度 ·····

進度 工作項目	102年												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
A. 奈米粒子／線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項 • 奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質建立 - 奈米粒子參考物質研製技術 • 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立 - 奈米粒子比表面積量測技術 • 奈米粒子／線功能性量測標準技術建立 - 奈米粒子表面電性量測技術			A1			A2			A3			A4	
	<hr style="border-top: 2px solid black;"/> <hr style="border-top: 2px dashed black;"/>												
							A5					A6	
	<hr style="border-top: 2px solid black;"/> <hr style="border-top: 2px dashed black;"/>												
				A7					A8				
	<hr style="border-top: 2px solid black;"/> <hr style="border-top: 2px dashed black;"/>												
	B. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項 • 薄膜表面特徵量測標準技術建立 - 多孔性材料薄膜厚度量測技術						B1		B2		B3		
		<hr style="border-top: 2px solid black;"/> <hr style="border-top: 2px dashed black;"/>											
C. 奈米國際量測與產品標準推動分項 • 奈米諮議會/秘書處運作 • 奈米量測標準與檢測技術標準化												C1	
	<hr style="border-top: 2px solid black;"/> <hr style="border-top: 2px dashed black;"/>												
							C2						C3
<hr style="border-top: 2px solid black;"/> <hr style="border-top: 2px dashed black;"/>													
進度百分比%	25 %		45 %			75 %			100 %				

(二)目標達成情形

1.奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
(1) 奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質建立			
粒子參考物質研製技術：奈米氧化鋅標準粒子：20 nm ~100 nm ， CV<15 %	完成奈米氧化鋅相關製作文獻與市面材料搜集。	<ul style="list-style-type: none"> 於 3 月完成國內外商用奈米氧化鋅蒐集與測試，並與台科大教授合作，研究標準粒子合成與分散技術。 	無
	完成奈米氧化鋅製程設計與初步測試。	<ul style="list-style-type: none"> 以 SEM、DLS 與 DMA 等儀器，進行奈米氧化鋅粒徑、團聚以及分散度的研究分析，並嘗試調整樣品製程與參數，以達最佳化之粒徑、分布與形貌等。於 6 月完成奈米氧化鋅製程設計與初步測試。 	無
	完成奈米氧化鋅製程參數與量測分析。	<ul style="list-style-type: none"> 於 9 月完成奈米氧化鋅製程參數與量測分析。設計最佳化合成時間與分散劑的參數調整，製作均勻且穩定分散之奈米氧化鋅溶液，並以 AFFFF (Asymmetric flow field flow fractionation, 不對稱流場場流分離技術)進行篩選，使粒子分布小於 15 %，平均粒徑 40 nm。 	無
	完成奈米氧化鋅均勻性與穩定度評估。	<ul style="list-style-type: none"> 進行奈米氧化鋅樣品分裝。依據 ISO GUIDE 34 完成長時間量測樣品穩定性以及分裝的均勻性等評估。產出相關研究報告，奈米粒徑標準參考物質生產作業指引與奈米氧化鋅參考物質特性分析與不確定評估報告等。 	無
	其他	<ul style="list-style-type: none"> 完成與食品藥物管理署合作研究，測試含奈米氧化鋅、二氧化鈦之乳液。 	
(2) 奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立			
奈米粒子比表面積量測系統建置，量測範圍 10 m ² /g 至 250 m ² /g；量測系統不確定度 ≤ 5 %。	完成奈米粒子比表面積量測之測試與校正。	<ul style="list-style-type: none"> 以氧化鋁標準粉體進行比表面積量測與測試。於 6 月完成溫度、體積與壓力計等儀器之校正，以及建立量測標準程序、相關操作人員訓練等工作。 	無
	完成奈米粒子比表	<ul style="list-style-type: none"> 建立 BET 量測方程式，參數包括溫 	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
	面積量測之不確定度方程式。	度、體積、重量與壓力等重要參數，並於 11 月完成要因分析與奈米粒子比表面積量測之不確定度方程式。	
	其他	• 參與 2013 台灣奈米科技展，完成系統介紹動畫與互動式遊戲之規劃與製作。	
(3)奈米粒子／線功能性量測標準技術建立			
Zeta potential 儀器規格訂定、採購與組裝，粒徑 \leq 10nm，電位量測範圍(-200~+200) mV。	完成 Zeta 電位分析儀之規格制定與採購規範。	• 以 polystyrene 為標準品，針對 4 個廠牌儀器進行量測能力評估及比對量測結果。於 4 月完成 Zeta 電位分析儀之規格制定與採購規範，並撰寫 Zeta 電位分析儀採購評估報告。	無
	完成 Zeta 電位分析儀驗收。	• 依據採購書內容要求之驗收項目進行標準品測試及驗收，於 9 月完成儀器粒子界面電位、平面樣品界面電位、粒徑及分子量等測試，完成儀器驗收。	無
	其他	• 撰寫 Zeta 電位量測程序，可對外提供測試服務。	

2. 薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
(1) 薄膜表面特徵量測標準技術建立			
由孔隙薄膜吸附(adsorption)/脫附(desorption)及遲滯曲線(hysteresis)，建立孔洞結構模型並理論計算孔隙百分比，可量得同片 Low-K 薄膜在不同氣體比例下的孔隙率 (0~30%)	完成多孔性材料薄膜厚度量測不確定度方程式及不確定度來源評估。	• 3 月完成系統量測評估程序規劃。 • 進行重複性與再現性的週期與次數評估。 • 於 5 月完成多孔性材料薄膜厚度量測不確定度方程式及不確定度來源評估，不確定度計算符合計畫目標 (<0.36 nm)。並將詳細內容記錄於 ICT 及 MSVP 文件中。	無
	完成米薄膜量測系統(D22)-多孔性材料薄膜厚度量測之	• 7 月完成米薄膜量測系統(D22)-多孔性材料薄膜厚度量測之 ICT 及 MSVP 撰寫。	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
飽和吸附時)。 Uncertainty 評估 (主要孔徑 pore size 量測範圍 2 nm±0.5 nm，不確定度 0.3 D，D: pore size)	ICT 及 MSVP。	<ul style="list-style-type: none"> 完成 ICT/MSVP 之文件審查，於 9 月 2 日上傳至技資系統。 	
	完成薄膜量測系統 (D22)-多孔性材料 薄膜厚度量測之查驗。	<ul style="list-style-type: none"> 於 9 月 12 日舉行系統查驗會議，審查結果為通過。 10 月完成薄膜量測系統(D22)查驗後之審查意見回覆與改進。 	無
	其他	<ul style="list-style-type: none"> 完成不確定度來源的儀器(MFC 及 Pressure gauge) 送校程序。 進行氣體流量系統的改良以調整氣流，減少腔體蓄壓。 提高系統量測穩定度，增加一流量球閥，減少 pump 抽氣速率(1000 cc/min)。 進行薄膜量測系統半自動化改良，於 11 月完成。 	

3. 奈米國際量測與產品標準推動分項

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
(1) 奈米諮議會/秘書處運作			
協助奈米諮議會及各標準工作組(TWA)的運作推動，並促進跨領域的標準組織間之合作和建立聯合工作計畫與制定互補的標準	完成舉辦諮議會及各工作組會議。	<ul style="list-style-type: none"> 舉辦二場奈米標準諮議會(TNSC) 會議 <ul style="list-style-type: none"> a) 8 月 2 日在工研院台北產業學院舉行 102 年第一次會議，重要結論：同意新增一份 TNSC 標準(名詞術語)；新增一份 TNSC 標準提案(奈米 EHS 管理)；TNSC 會議頻率原則改為 9 個月一次；兩岸奈米名詞術語的調和，可考慮使用兩岸檢測認證平台。 b) 12 月 17 日在工研院台北產業學院舉行 102 年第二次會議，重要結論：核備參加 ISO TC35/SC9 專家(工研院材化所專家)；確認辦理 2014 年兩岸奈米技術標準 	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
		<p>技術委員會研討會(與奈米展合併辦理); 確認各工作組新工作提案。</p> <ul style="list-style-type: none"> • 舉辦五場工作組(TWAs)會議。 <ul style="list-style-type: none"> a) 第一工作組(TWA1)進行兩件標準案: <ul style="list-style-type: none"> 1. 進行至出版階段: 出版編號 TNS003-2013「奈米技術—詞彙—第三部分— 碳奈米體」(ISO/TS 80004-3:2010—Nanotechnologies—Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects之中文化草案) 2. 進行至諮詢階段(enquiry stage): 中文化草案 ISO/TS 80004-1:2010 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1: core terms b) 第二工作組(TWA2)進行一件標準案: <ul style="list-style-type: none"> 1. 進行至技術工作組草案(TD): 「奈米技術—薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機」 c) 第三工作組(TWA3)進行一件標準案: <ul style="list-style-type: none"> 1. 進行至工作組草案(WD): 「奈米技術—液態粒子尺度測定法—電子顯微鏡」 d) 第四工作組(TWA4)進行一件標準案: <ul style="list-style-type: none"> 1. 進行至技術工作組草案 (TD): 「奈米技術—材料規格—規格化奈米體的準則」 	
(2)奈米量測標準與檢測技術標準化			
重點參加 ISO/IEC/VAMAS/ANF 之 TC 相關會議、參與	完成參加 ISO/IEC/VAMAS 之 TC 上半年相	• 參加 ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS 國際奈米標準會議共 3 人次, 參與標準草案的討論與意見陳	無

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
國際標準之制定、奈米相關國際標準文件資料之蒐集整理、更新國際奈米相關標準之發展資訊、徵詢國內對發展中提案意見、並依各個國際標準組織規定的流程對提案作意見陳述或修改提案內容。	關議題會議(2 人次)，國際標準議案討論。	述或修改提案內容。	
國際奈米相關標準之發展資訊、徵詢國內對發展中提案意見、並依各個國際標準組織規定的流程對提案作意見陳述或修改提案內容。	完成參加 ISO/IEC/VAMAS 之 TC 相關議題會議(3 人次)，國際標準議案討論、資料之蒐集、整理及相關網頁的維護。完成國內一件標準文件之委員會階段及一件 IEC 標準文件委員會階段 (committee stage) 並完成後續標準規劃工作。	<ul style="list-style-type: none"> • 參加 ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS 國際奈米標準會議共 2 人次，參與標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。 • 完成國內 2 件委員會階段之標準文件-「奈米技術—薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機」與「奈米技術—材料規格—規格化奈米體的準則」。 • 完成 1 件 IEC TC 113 WG3 委員會階段之標準文件-「技術規案(TS)計畫，編號及名稱 IEC/TS 62844 「 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products」，進行至委員會草案階段(CD)。 	無
	其他	<ul style="list-style-type: none"> • IEC TC 113 WG3: 一新工作提案計畫，編號及名稱 IEC 62607-4-4 「 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method」，剛獲同意成案(初步工作提案，PWI)。 • 協調專家參加 ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS 國際奈米標準會議共 11 人次，參與約 50 項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。 • TC 229 決議與 ISO TC35/SC9 建立內部聯盟，並指派 ANF 為外派聯 	

計畫目標	工作說明	實際執行內容	差異檢討
		盟代表，因此拓展(可指派)台灣專家參與 TC35/SC9/WG2(風力發電機葉片鍍膜)工作組會議之標準草案討論。	

(三).配合計畫與措施

單位：仟元

計畫名稱	合作單位	合作計畫內容	經費	執行情形	困難與改進情形
新型高靈敏橢偏儀系統設計於液晶參數/半導體薄膜之動態量測。	成功大學機械工程學系羅裕隆教授	<ol style="list-style-type: none"> 1.建立掃描式偏振量測系統，並整合偏振分析儀及數據處理模組。 2.將穆勒矩陣與史托克參數等整合在傳統橢圓偏光儀系統中，建立數據分析模型以解析複雜訊號。 3.建立光學模型，比較模擬及實際量測數據。 	350	<ol style="list-style-type: none"> 1.完成穆勒矩陣偏光儀之建置。 2.開發新演算法，可區分線性雙折射與線性雙衰減材料 3.成功模擬單模光纖參數，並經由實驗驗證。 4.成功分析複雜的光纖偏光儀系統的史托克參數。 5.實測 CMS 提供之 5 nm HfO₂ 樣品，量測結果顯示一致。 	無

二、資源運用情形

(一).人力運用情形

1.人力配置

主持人	分 項 計 畫 (名 稱 及 主 持 人)	預 計 人 年	實 際 人 年
計畫主持人：傅尉恩	(1).奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫主持人：何信佳	4.25	4.92
	(2).薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫主持人：劉惠中	3.79	3.41
	(3).奈米國際量測與產品標準推動分項計畫主持人：姚斌誠	1.25	1.26
		9.29	9.59

2.計畫人力

單位：人年

分類		職稱					學歷					合計
年度	狀況	研究員級以上	副研究員級	助理研究員級	研究助理員級	研究助理員級以下	博士	碩士	學士	專科	其他	
102	預計	5.47	3.82	-	-	-	3.83	4.00	1.08	0.38	-	9.29
	實際	5.39	4.20				3.71	4.91	0.61	0.36		9.59

註 1：本表採用工研院職級計算。

(二).設備購置與利用情形

見附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單。

(三).經費運用情形

1.歲出預算執行情形

單位：新台幣千元

會計科目	預算金額	佔預算%	決算金額	佔決算%	差異說明
(一)經常支出					
1.直接費用					
(1)直接薪資	11,546	46.4	11,546	46.4	
(2)管理費	2,886	11.6	2,886	11.6	
(3)其他直接費用	10,124	40.6	10,124	40.6	
2.公費	144	0.6	144	0.6	
經常支出小計	24,700	99.2	24,700	99.2	
(二)資本支出					
1.土地					
2.房屋建築及設備					
3.機械設備					
4.交通運輸設備					
5.資訊設備(軟體購置)	157	0.6	157	0.6	
6.雜項設備					
7.其他權利	43	0.2	43	0.2	
資本支出小計	200	0.8	200	0.8	
合計	24,900	100	24,900	100	

2.歲入繳庫情形

單位：新台幣元

科 目	本 年 度 預 算 數	本 年 度 實 際 數	差 異 說 明
財產收入	—		
不動產租金	—		
動產租金	—		
廢舊物資售價	—		
專利授權金	—	147,700	
權利金	—		
技術授權	—	272,667	
製程使用	—		
其他—專戶利息收入	—		
罰金罰鍰收入	—		
罰金罰鍰	—		
其他收入	—		
供應收入— 資料書刊費	—		
服務收入— 教育學術服務 技術服務	—		
審查費—	—		
業界合作廠商配合款	—		
收回以前年度歲出	—		
其他雜項	—		
合 計	—	420,367	

註 1：此表所列，為技轉簽約並實際收款後，上繳國庫的金額。

三、人力培訓情形

(一).國外出差

1. 參加 ISO TC 229 working group 2 上半年 meeting (姚斌誠資深研究員，102.03.02-102.03.10)

第十五屆 ISO/TC229 會議，3月4日至8日在墨西哥 Queretaro 舉行。共有約 150 名來自約 20 個國家的代表與會，會議由墨西哥標準認證所(IMNC)主辦。會議首先由 IMNC 首長及 ISO TC 229 主席 Simon Holland 致歡迎辭，並由墨西哥奈米技術發展會 Jesus Gonzales 介紹墨西哥奈米發展狀況。會議期間，主要參與 NLCG(nanotechnology liaison coordinating group)會議(代理 ANF liaison officer 工研院材化所蘇宗榮所長)及工作組 2 會議，審查 WG2 標準案及策略。NLCG 討論了 2 個比較重要議題，其一為認同以 ANF 專家為 TC229 聯盟代表參加 TC35 WG32 會議應符合 ISO 內規。經再與 TC35 溝通後，已獲 TC35 正式邀請參與 4 月份會議，推薦之專家標檢局一名，工研院材化所一名。另一個比較重要議題為 NLCG 主席及 TC229 主席對 NLCG 的產出並不滿意，認為並無達到當初目標：橫向聯結、加快標準發展，因此要求各代表提供任何改善之方法，並在下次會議實施。

本次參加之分組會議主要為 WG2(量測與特性分析)，主席為 NMIJ 副主任 Toshiyuki FUJIMOTO，大約有來自於 15 個國家的 35 個專家與 2 個聯盟組織代表參加聯合工作小組 2 (JWG2) 的討論，在 5 天的活動包括：(1) JWG2 策略會議 (2) 1 個 PG 的審查會議，(3) 2 個研究工作組會議(metrology/strategy, primary particle/TEM)。JWG2 共有 15 個計畫：11 個已出版、1 個取消、3 個制定中。另外有 6 個計畫申請成立中。其中一個防濕布料的新提案在其它 TC 軟拒絕後，到 TC229 WG4 及 WG2 報告後仍未被接受可提新提案，因為其量測較偏奈米功能性(接觸角)，較偏產品應用面，而 TC229 一直不想碰這一區塊，最後在我與幾位委員建議試行後，同意可提新提案，後續應觀察對奈米應用領域之發展之影響，另外同意加拿大 cellulose 量測方法可提新標準案，此案對林業奈米應用有助益，另外也同意法國可傳閱 VAMAS round robin 結果 “On-line/off-line techniques for characterizing size distribution of airborne nanoparticle population” 並提新標準案，此案對工作環境奈米監測有助益。

2. 參加 2013 International Conference on Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronic 國際研討會，發表國際論文(海報型式論文)。(何柏青研究員，102.03.24-102.03.30)

此次前往美國國家標準技術研究所(National Institute of Standards and Technology, NIST)，參加 2013 年奈米電子前瞻特性與計量研討會 (Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics, FCMN)，此為全世界半導體與奈米材料量測研究人員必定參加的盛會之一。在研討會正式開始之前，有幸可以先參

訪 NIST 實驗室，當中聽取了 CD-SAXS 之技術介紹及發展現況;此外參觀奈米科學與技術中心，在過程中主持人講解其奈米實驗室除有豐富且先進之操作設備外，也提及實驗室匯集了各地產學研之合作夥伴共同進行半導體製程與量測之研究。另外參觀 Atom Probe 實驗室，聽其主持人介紹其量測技術及試片製備，並了解到其可以作為材料 3D 化學計量之先進量測儀器。由此次參觀行程中發現，半導體 3D 計量已成為 NIST 現今發展主軸趨勢。而在正式會議流程部分，本薄膜團隊有發表論文並張貼其海報，題目為”利用 XRP 評估 Low-K 薄膜之孔徑大小”，與會專家對此研究題目多半表示認同，並給予未來研究之建議以增加研究架構之完整性。在會議演講部分，NIST 邀請一些半導體大廠如 Intel、IBM、SAMSUNG、SEMATECH 等研究人員及大學教授闡述最新成果與技術。主要針對半導體在尺寸持續微縮化之情況下，CMOS 元件發展趨勢及相對應遇到之問題，當現今材料特性已經到達物理特性上之侷限時，則必需藉由變更元件結構及尋找新材料兩方面著手，例如 3D 結構及石墨烯材料。亦指出其相對應電性、尺寸、材料及機械性質之計量為持續提昇技術品質與發展之重點，因為當元件結構已縮小至次奈米級範圍，意味著量測也必須有效地提昇至相對應尺度之精度以上。另外 in-line 及 in-situ 量測也為現今發展之重點。

從這次參訪 NIST 實驗室以及研討會可得知，3D IC 結構是現今半導體發展主流，這也代表必須要發展相對應之量測技術。此外，石墨烯在此次會議中亦被提出討論，且在跟與會者交流之間也了解到其為現今應用於半導體之熱門材料，其相關之論文每年也成倍數成長，可見其未來發展之重要性。故建議國家度量衡標準實驗室在前瞻計量方面，可以往石墨烯材料特性及 3D 計量方向發展，以跟國際發展趨勢接軌。

3. 參加 Nanoscale 2013 國際研討會發表國際論文(海報型式論文)，並且拜訪 PTB 在柏林部門 8.3 的實驗室。(何信佳研究員，102.04.22~102.05.01)

在巴黎舉行的 Nanoscale 2013 是合併第十屆的 Seminar on Quantitative Microscopy (QM)和第六屆 Seminar on Nanoscale Calibration Standards and Methods。其副標題是”Dimensional and related measurements in the micro- and nanometer range”。此次的會議另外舉辦一個衛星會議”SPM Standardization Symposium”在巴黎市的 Laboratoire national de metrologie et d’essais, LNE 舉辦。

Nanoscale 的會議目的明確指出微米和奈米結構的準確量測在目前的研究和發展至關重要，在工業上製程控管和品質保證也扮演重要的角色。在大多數情況下，尤其是在奈米範圍內，三維的尺寸特性是進一步連結到物理特性的基礎。定量的量測依賴可靠和穩定的儀器、合適的測量程序以及校準和方法。奈米研討會的目的就是提供一個平台，供科學、工業研究人員和檢測人員在硬體和軟體的資訊交換。

此會議著重在儀器、工具、量測方法的改進和校正方法的研討。例如可重複使用之探針/樣品定位、改進探頭/探測器系統、量測結果線性化的方法、影像處理的方法、探針與樣品之相互作用、建立模型和數值模擬。會議重點相信也是計量人員、

科學研究、產業測試需求的方向。

Nanoscale 是奈米量測、計量領域一個重要的會議。此次會議著重在 SPM 技術對材料檢測技術。會議中一個重要趨勢是電子探針掃描技術(ESPM)將成為未來應用重點，雖然目前還看不出來它可以全定量獲得半導體材料的參雜比例及分布，但在電性半定量應用會是一個很好的工具。另外探針掃描技術的 ISO 制定還需長期觀察，此次會議中與會者對演講者的報告有許多的疑問，特別而這些疑問的背後或許代表的就是標準化困難度。值得一提的是 Prof. Lee 是個容易溝通的人，若我們對 ISO 的制定有疑問我相信可以直接與他溝通。三維影像是顯微技術的趨勢，SEM 因其方便性仍為半導體目前檢主軸。然其解析度約為 1 奈米，已不敷下一代需求，目前發展側重於模擬。因此 SEM 要持續在三維影像的發展有很大部分要依賴模擬。我們要持續觀察國際趨勢。

4. 參加 IEC TC 113 “Nanotechnology standardization for electrical and electronic products and systems” working group 3 2013 spring meeting (姚斌誠資深研究員，102.05.19-102.05.26)

IEC 技術委員會 TC 113“電氣和電子產品與系統之奈米技術標準化”於 2013 年 5 月 20 日至 24 日在德國柏林舉行了本年度工作小組三(WG3)第 1 次會議。這次會議由德國 DKE(Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE, 德國電工委員會)主辦，DKE 是德國 DIN(Deutsches Institut für Normung e.V., 德國標準化協會)與 VDE(Verband der Elektrotechnik, Elektronik und Informationstechnik, 德國電氣工程師協會) 共同成立之機構，但由 VDE 直接管理，DKE 專責於電子、電機、電信領域的技術標準發展工作，是區域標準歐洲電工委員會 (CENELEC) 與 ESTI 的參與者，國際標準的參與則是以國際電工委員會 (IEC) 與國際電信聯盟 (ITU) 為主，而 DIN 參與的區域標準組織是 CEN，國際標準則是 ISO。這是德國標準組織與大部分國家不同的地方：以兩個私立協會對應至 ISO 與 IEC 標準組織。DIN 自身業務營收占約 50% (包含了標準的販售與其他出版行為的收益)，企業專案占 25%，公部門的經費約占 15%，會員年費 10%，VDE 營收幾乎不含公部門經費，德國獨立標準組織運作方式可做為台灣發展類似組織之參考。

這次會議共來自美國、日本、德國、韓國、加拿大、中國...等國家約二十位代表參加，討論了 22 個標準化計畫，TC 113 TC chair 美國之 Greg Monty 是因車禍，未能親自與會，不過他以 Web 參加了幾段之會議，會議主要由 WG3 主席德國 Werner Bergholz 及 TC 113 TC 秘書 Norbert 主持。會議中姚博士的主要的活動有兩項：

第一項報告了 ANF(台灣)主導的編號為 IEC/TS 62844 ”Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products”之標準，標準案內容在開會前，與各國專家以 Web meeting 方式討論了四次，因此在會議中討論時，並無

太多之技術爭議，整篇草案討論後，會員同意此草案可為第一版之委員會草案(CD, committee draft)，並送至各會員國流通，徵詢意見，希望在下次會議前能討論徵詢意見之回覆及草案之修改，這是第一個國際奈米科技品質與風險管理之標準。

第二項報告了潛在新提案，有關鋰電池標準”Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part XXX Li-Ion battery thermal run away test”，這是與工研院材化所討論後，可能有產業需求之標準，主要是針對 Li-Ion battery 短路燃燒潛在危險之品質檢測法。這個報告引起諸多之討論，尤其日本代表不甚同意此案在 TC 113 討論，應在 TC 21A(鋰電池 TC，由日本人主導)，最後會議之結論是：應另舉行專家 Web meeting(由 ITRI host)討論此提案之 scope 及內容且達共識後，再決定是否進行正式之新工作提案(NWIP)，技術內容部分則建議應需專注於奈米材料、標題之鋰電池建議改為 Li-ion battery cell，以便與 TC 21A 之 scope 分隔，目前看來，最大之阻力在日本之意見，因日本產業在鋰電池標準 TC 上非常活躍，意見也非常多，因台灣無法在 TC 21A 提案，因此本案後續儘量朝共識方向修正，以利提案及後續作業。

IEC TC 113 與其它 TCs 的關聯性有增加趨勢，如 PV、printing electronics、battery、lighting 等，須有效結合其它計畫及專家或產業之資源，才能幫助台灣相關產業在 TC 113 推動標準案。

5. 參加 38th VAMAS Steering Committee (SC38) meetings (傅尉恩正研究員，102.05.20-102.05.26)

此行主要是代表奈米標準計畫國際標準分項，參與 38th VAMAS Steering Committee，並於會中報告我國於奈米、材料檢測標準發展近況，並討論 VAMAS 組織在標準制定之角色扮演。會議主要分成兩部分，第一部分是兩天的研討會，研討會基本上以融入當地特色為主的材料計量為主題。今年預定以 Manufacturing 和 selected TWA presentations 為主。第二部分是 38th VAMAS Steering Committee 正式會議，會中與會代表進行會務逐項討論，其中重要項目為 VAMAS By-Laws 的討論、VAMAS Strategic Plan、Liaison reports、Coordinator Report 等等。今年預期新增加 China，因此 China 會進行報告。而在 Coordinator Report 部分，多數 TWA 均有進度報告，內容值得我們參考，對於驗證我國在奈米標準技術發展上有極大助益。

藉由本次會議了解材料計量的未來趨勢，在 TWA 的報告中，可以發現各國在尺寸、奈米力學、生物、化學等領域的相關量測方法與標準制定。這樣的發展，值得我國國家實驗室注意，並應進行跨領域的合作。與重量級學者、專家同場發表，展現我國在奈米標準與檢測的前瞻研究成果，有助提升我國在奈米發展的國際地位。並藉由國際交流，促進國際合作，建立完整而堅強的聯盟關係。藉由此國際性學術研討會，讓國內產、官、學、研等各單位，了解國際奈米發展標準制定及相關發展，進而積極參與國際標準活動，加速量測技術國際同步發展。

6. 參加 2013 下半年 IEC TC 113 meeting (姚斌誠資深研究員，102.10.15-102.10.20)

IEC 技術委員會 TC 113“電氣和電子產品與系統之奈米技術標準化”，2013 年

10月16日至20日在印度新德里，舉行了本年度工作小組三(WG3)第2次會議。這次會議由印度 Indian National Committee of the IEC 及印度標準局 (BIS) 主辦，本次會議與 IEC 第 77 屆 IEC 大會一起舉行，共有 22 個 TC 會議在兩個禮拜時間內分別舉行。這次會議 TC 113 TC chair 美國之 Greg Monty 是因 UL 改組去職，因此辭去主席一職，未能親自與會，主席暫由 TC 113 助理秘書 Gerd Weking 擔任 acting chair，共有兩個工作組(WG3 及 WG7)八個分項的討論，八個分項分別為 Nano-enabled photo voltaics、Graphene、Organic and large area electronics、Nanomanufacturing、Carbon nanotube materials、Luminescent Nanomaterials、Nanoenabled energy storage、Vocabulary。會議中我的主要的活動：

第一項為報告了 ANF(台灣)主導的編號為 IEC/TS 62844 ”Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products”之標準，此標準案已進入委員會階段(CD)，九月收到各國意見回覆文件，共有三個 P 會員 40 個意見回覆，因此同意此案依意見回覆修改且專家群同意後，進行 TS 最後階段意見徵詢與投票 (CDV)，希望得到更多會員國之意見，CDV 如無太多爭議，本案即成為 IEC TS 標準案，不過專家一般考量以傾向讓標準案更完善，有更多人採用為準則，完成時間有可能拉長。第二項報告為潛在新提案，有關 STOBA 鋰電池標準，主要是針對 Li-Ion battery 短路燃燒潛在危險之品質檢測法，這個提案經過幾個月與 IEC TC 21A 的折衝，在更改 scope 及內容更改為不含 Li-ion battery 幾個字且註明此案不適用於安規後(以 performance or quality 取代)，獲得 TC 21A 同意與其 scope 不衝突，達共識後，IEC TC 113 同意成案，進入第 0 階段(PWI, potential working item)，標準案標號如下：62607-4-4: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method。

7. 參加 ISO TC 229 working group 2 上半年 meeting (姚斌誠資深研究員，102.11.9-102.11.18)

第十六屆 ISO/TC229 會議，11月10日至15日在巴西 Belo Horizonte 舉行。共有約 150 名來自約 20 個國家的代表與會，會議由巴西商務部、科學技術部、工業發展局及巴西標準協會(ABNT)主辦，ABNT 是巴西標準化的主管機構，是政府認可的非營利性社團組織。其主要業務是研究制定巴西標準，開展產品品質認證及其他與標準化相關的活動，代表國家參與國際/區域標準化活動，ABNT 下設 58 個標準化技術委員會。巴西奈米科技研究單位主要分布在南部，奈米網絡叫做 SisNANO (National System of Nanotechnology)。

會議期間，主要參與 NLCG(nanotechnology liaison coordinating group)會議(代理 ANF liaison officer 蘇宗榮所長)及工作組 2 會議，NLCG 會議建議 TC35/SC9/WG32 聯盟問題解決方法，TC229 秘書因此決定與 TC35/SC9/WG32 建立聯盟關係並指派工研院材化所所長為 TC229 對 TC35/SC92 之 liaison officer，因此後續便可指派專家

參與 TC35/SC9/ WG32 之會議，此項建議並列為 TC229 TC 會議之決議 (RESOLUTION 38/2013)。分組會議 WG2(量測與特性分析)，大約有來自於 15 個國家的 40 個專家與 3 個聯盟組織代表參加聯合工作小組 2 (JWG2) 的討論，由在 5 天的活動包括：(1) JWG2 策略會議 (2) 2 個 PG 的審查會議，(3) 2 個研究工作組會議(metrology/strategy, primary particle/TEM)。JWG2 共有 15 個計畫: 12 個已出版、1 個取消、2 個制定中。另外有 5 個計畫申請成立中。其中美國提出之新提案是有關 nanoparticle 之 SEM 量測(包含分佈量測)，與會專家同意進行新工作提案，此案與 TNSC 目前申請 CNS 案子幾乎相同，但申請 CNS 案子不包含 nanoparticle 分佈量測(只有大小量測)，因此 CNS 委員會建議加入分佈量測，因為美國新提案之故，為求兩案內容調和，將待內容確定後再接續 CNS 程序，另外也同意加拿大 cellulose 量測方法、韓國之 graphene 技術報告等可提新標準案，其它提案構想需再討論。

(二)國際合作研究

1. 美國 NIST 進行國際合作研究，研究 AFM 檢測奈米材料機械性質技術。(吳忠霖 研究員，102.08.13~102.11.18)

研習部門介紹：

NIST 奈米尺寸計量組(Nanoscale Metrology Group)研究員 Dr. John A. Dagata 帶領的團隊即是利用 AFM 作為主要的研究系統，用以分析奈米粒子的粒徑影像與粒子結構形貌的特性。

與計畫關連性：

在奈米計量標準計畫中「奈米檢測參數需求」的調查顯示，國內檢測實驗室、學界以及研究機構對奈米材料的量測參數依序以薄膜成分、形貌、厚度與結構為主。另外，ISO TC229 Technique Committee WG3 中亦將奈米粒子的粒徑分佈、形貌與表面積...等八大參數列為重要的量測參數。目前，單位內已擁有原子力顯微鏡量測技術，應用於半導體奈米尺寸(Critical Dimensions, CD)與形貌的量測。隨著半導體產業線寬的縮減以及生醫新興產業如藥物傳輸需求等，奈米尺寸的量測需求與日漸增。鑑於目前現有最大的奈米產品的中心市場為使用奈米粒子與奈米複合材料。NIST 亦針對原子力顯微鏡應用於軟性奈米粒子作為下一代的量測技術發展方向。而本次研習的方向奈米粒徑量測(Size measurement of nanoparticles by Atomic force microscope)，亦為國內奈米二期計畫所規劃之方向之一。研習的題目與內容，則分別在奈米二期計畫中粒子與薄膜標準量測技術分項規劃研究範圍內。

研習內容：

為了評估奈米粒子大小量測的不確定度，特別對於具有重要參考的聚苯乙烯(PSL)參考材料，表徵由樣品製備與成像引起的奈米粒子變形具有指標意義。奈米粒子的變形可能來自於如原子力顯微鏡探針壓痕、存在的水膜、粒子黏附於基材產生的附着力

變形及相聯間粒子交互作用等因素，影響量測粒子的大小與不確定度。這些證據已由近年如 J. Garnaes (2011)、I. Misumi 等人(2012)與單位內 B.-C. He 等人(2012)所發表的論文研究中提及。而本次與 NIST 研習合作藉由量測設計混合 NIST 標準 60 nm PSL 與 Au 奈米粒子得到調降電壓大小將造成量測的 PSL 奈米粒子高度值變低，獲得原子力顯微鏡量測過程中 Tapping mode 的設定電壓參數對奈米粒子高度量測值產生影響。實驗結果可以確認較硬的 Au 奈米粒子在受電壓調降影響下，其高度幾乎不產生變化，而 PSL 奈米粒子則有較大的高度降低趨勢；且變形量大小與奈米粒子顆粒大小有關(Size dependent)，60 nm PSL 奈米粒子中，越小顆的奈米粒子受量測電壓調降的影響越大(變形量明顯偏高)。所獲得的結果亦有助於後續研究釐清高分子黏彈材料奈米粒子的彈、塑性變形行為。研習成果，除精進有關奈米計量的量測技術及提高量測精準度外，亦可應用於奈米結構所衍生的功能性檢測，解決產業界生產製程所面臨的量測挑戰。

展現效益:

原子力顯微鏡(AFM)的優點在於可以量測奈米級尺寸的物體大小及建立三維的形貌量測補足電子顯微鏡(SEM)不足之處。加上近年來懸臂樑校正技術的發展，逐漸朝定量量測物理性質的發展方向。因此，奈米計畫量測技術分項，規劃奈米粒子的物性量測技術為未來循序漸進欲達成之目標。而美國 NIST 已發展奈米粒徑相關的量測技術，並利用 AFM 定量量測奈米粒子大小。由於奈米粒子多為隨機散佈於基材表面單顆或是多顆團聚的結構，如何掌控制程與均勻性的粒徑大小，需仰賴正確的精密量測。因此，在奈米粒子分析中粒徑、分佈、形貌、體積以及其他等參數佔有一定的重要性與必要性。而能準確掌握粒徑與形貌大小將更有助於相關新興產業的發展。另外，德國 PTB 在歐盟計量研究計畫中規畫由 2012 至 2015 年(進行追溯性奈米體機械性質量測技術(Traceable measurement of mechanical properties of nano-objects)，當中提及原子力顯微鏡的量測應用。可知利用原子力顯微鏡量測奈米性質技術逐漸受各國計量單位的重視。由於，NIST 目前亦與日本 NMIJ 進行奈米粒子的量測合作，而本年度計畫執行奈米粒子比對活動亦密切與日本 NMIJ 進行交流。透過此次 NIST 的研習機會，有助於強化三方的後續合作。

(三)國際技術交流

1. FY100~FY103主辦APMP奈米粒徑國際比對與國內實驗室間比對。

2010.11 APMP-TCL 與 WGMM 大會，決議由國家度量衡標準實驗室，擔任 2011-2012 國際奈米粒子比對(APMP TCL / WGMM Supplementary comparison on Nanoparticle Size)之 Pilot Lab、NMIJ 擔任 Co-pilot Lab。2013 年 4 月完成比對報告草案(DRAFT A)並於 2013 年 6 月於台北舉辦奈米粒徑國際研討會，會中邀請日本、韓國、澳洲、泰國以及中國等比對實驗室與專家，於會議第一日進行研討會，會議中亞

太地區各國家實驗室報告各國奈米量測技術之進程和發展之技術，提供奈米量測相關資訊予國內產官學研參考。國內報告則由工研院量測中心何信佳博士報告國家度量衡標準實驗室之技術發展，以及台大徐善慧教授報告奈米 EHS 議題在台灣及國際的發展趨勢。第二日則進行比對技術細節討論之閉門會議。會議中討論比對結果相關之技術細節，如儀器類別量測結果之比較，特別是比對值較為離群的 AFM、DLS 量測結果的數據分析等，會後結論由台灣及日本持續進行後續研究和分析比對結果，將於 11 月 APMP 與 CCL 會議上進行報告。



(四)教育推廣

1.國內研究生培訓：

- (1) 台灣大學光電所博士生劉育豪君粒子分項的奈米粒子掃描式電子顯微鏡研究(102 年 1 月- 102 年 6 月)：

以掃描式電子顯微技術進行奈米粒子及材料之量測。探討經計量量測尺寸之奈米銀，應用於具有電漿子吸收與破壞式干涉結構之低反射陰極結構並應用於有機發光二極體中。尺寸對電漿子吸收效率之影響，以及如何增進發光效率等之研究。

- (2) 台灣大學光電所博士生藍義信粒子分項的奈米粒子掃描式電子顯微鏡研究(102 年 8 月- 102 年 12 月)：

以掃描式電子顯微技術進行奈米有機發光材料及結構之量測。設計之奈米結構尺寸及形狀影響發光元件出光效率，不同週期結構，從基板中所導出光的頻率與效能不同，經由尺寸調變以控制出光顏色。此技術重點在於以奈米尺寸及形狀設計，提升發光效率及頻譜控制。

- (3) 中興大學材料工程所碩士生簡柏崧/宋品賢參與薄膜分項的薄膜應力及結構分析量測研究(102 年 1 月-102 年 12 月)：

使用 High-resolution 的 XRD(Rocking curve)進行薄膜基板的曲率(Substrate curvature)變化分析及 Psi stress 的薄膜應力量測檢測薄膜本身的殘留應力(Residual stress)。利用低掠角 X 光反射光譜儀進行膜厚度量測及膜層結構分析，另外也搭配氣體流量設備(Mass flow controller system)，觀察多孔性薄膜樣品於氣體吸附(adsorption)

時及脫附(desorption)後的光譜變化。藉由分析薄膜密度及厚度變化，求得薄膜孔隙率(Porosity)及孔徑尺寸(pore size)及其分佈圖(pore size distribution)。

- (4) 臺灣科技大學機械工程所碩士生黃星豪/溫禪儒參與薄膜分項的薄膜應力及結構分析量測研究(102年1月-102年12月)：

利用 X 光繞射圖譜對不同樣品進行晶面判定及晶格大小解析，利用低掠角 X 光反射光譜儀進行膜厚量測及膜層結構分析，另外也搭配氣體流量設備(Mass flow controller system)，藉由改變通入氣體比例，觀察多孔性薄膜樣品於氣體吸附(adsorption)時及脫附(desorption)後的光譜變化。由分析薄膜密度及厚度變化，求得孔徑尺寸(pore size)及其分佈圖(pore size distribution)、薄膜孔隙率(Porosity)等。

- (5) 中興精密工程研究所博士生鄭雅琪君參與薄膜分項的奈米拉伸系統環境腔體架設與動態力標準研究(102年1月-102年12月)：

聘請博士研究生鄭雅琪同學協助有關奈米拉伸系統的濕氣腔體架設。為提昇奈米拉伸量測系統的功能應用，完成加裝奈米拉伸系統的環境腔體裝置。另外，透過相關技術的延伸，委請其參與與弘達公司合作申請國科會補助案件的工作，實際的參與讓其瞭解系統的應用性，達成產學合作交流與培育相關技術人才。

- (6) 清大奈米與微系統研究所博士生溫榮弘君參與薄膜分項的協助奈米壓痕規範文件制訂與奈微機電量測研究(102年1月-102年12月)：

聘請博士研究生溫榮弘同學進行協助奈米壓痕草案規範文件制訂工作，強化研究生對於奈米計量的認知，利於學生畢業後將計量技術應用於產業界上。另外，亦請其協助有關利用奈米壓痕或原子力顯微鏡量測系統進行奈微機電元件的特性量測研究，藉以擴充量測系統的功能性應用。

伍、成果說明與檢討

一、奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項

【年度目標】

- (一) 奈米粒子參考物質研製技術：奈米氧化鋅標準粒子：20 nm ~100 nm ，CV<15 %。
- (二) 奈米粒子比表面積量測系統建置，量測範圍 10 m²/g 至 250 m²/g；量測系統不確定度 ≤ 5 %。
- (三) Zeta potential 儀器規格訂定、採購與組裝，粒徑 ≤ 10nm，電位量測範圍(-200~+200) mV。

【本年度執行成果】

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

這幾年來，由於奈米技術的發展與奈米材料被大量使用在日常生活用品，如化妝品、家電、服飾與藥物等。自然的，人們對這類產品的安全與對環境的影響等，出現了一些疑慮。美國威爾遜國際學者研究中心(Woodrow Wilson International Center for Scholars, WWIC)的新興奈米科技計畫(Project on Emerging Nanotechnologies, PEN)，調查全球 24 個國家將近 500 家公司的奈米相關產品數目，統計後發現在 2005 年有 54 件、2006 年有 356 件、2007 年有 580 件、2008 年 803 件、到 2009 年 8 月已增加為 1015 件，4 年來增加將近 18 倍。其中最常見被應用的奈米材料如奈米銀有 259 件、奈米碳有 82 件、奈米鋅 30 件、二氧化矽 35 件、二氧化鈦 50 件、及奈米金 27 件等。我國在 2003 年開始進行奈米國家型科技計畫，其中奈米技術產業化的重要工作項目之一，就是建立奈米標章(nanoMark)。從 2004 年開始實行到 2010 年 1 月統計為止，獲得奈米標章的廠商已達 24 家，共計有 467 項上市產品。目前開放申請項目共 23 項。2009 年工研院以我國塑膠與橡膠、紡織、樹脂塗料與顏料、金屬、建材、石化與特化、電器、電子、生醫、能源等產業廠家調查，統計奈米釉料、奈米竹炭、奈米磷酸鹽、CNT 與奈米碳酸鈣為目前應用產品銷售值較大的材料種類，其它依次為 Ag、顏料、TiO₂、SiO₂、ZnO 等。同時，國家奈米型計畫第二期計畫中之前瞻研究，”奈米物質的環境-健康-安全性研究”會議中決議奈米 TiO₂、SiO₂、ZnO 為國內應用最廣、環境-健康-安全最迫切需要標準物質的材料。國際標準組織 ISO(International Organization for Standardization)的奈米技術諮議會(TC 229)、OECD (Organization for Economic Co-operation and Development)及各國勞工安全衛生組織(如美國 National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH)都認為，奈米材料驗證參考物質對奈米技術的研究發展及環境安全衛生相關研究非常重要。國際上量測標準相關機構，如凡爾賽先進材料與標準計畫會議 VAMAS(Versailles Project on Advanced Materials and Standards)、歐盟參考物質與量測研究所 IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements)、美國國家標準實驗室 NIST(National Institute of Standard and Technology)等，開始製備各種不同奈米材料之驗證參考物質及舉辦國際間的比對活動。因此，為了以可靠與科學的方法，釐清奈米粒子的效

果，毒性，生態毒性和命運等問題，有代表性的奈米材料必需的，這是關係到的工業應用和商業應用，以及未來研究、與可能面臨的法規等公共議題。計劃於本年度研發奈米氧化鋅材料，作為標準參考物質，並進行驗證與評估工作，其驗證與分析。評估參考物質樣品的均勻性與穩定性等參數，主要採用追溯至原級標準的掃描式電子顯微鏡觀察合成後形狀與團聚現象，以感應耦合電漿發射光譜儀分析樣品中粒子濃度，以及分析界達電位、導電度與酸鹼度等。結果如表 1-1。

表 1-1. 奈米粒子參考物質分析

Material	Size (nm)	CV (%)	pH	導電度 ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	Zeta (mV)	ZnO 濃度(mg/cc)
ZnO-CS-40	43.3	12.5	7.68	74.7	15.1	0.2

本計畫為了發展粒子參考物質，比較各種尺寸與各種商用樣品，與台科大合作以及各種製程方法，進行分散技術研究合作。圖 1-1 為計畫蒐集之樣品與 DLS 進行分析比較之結果。



圖 1-1 a 為蒐集市面上各式氧化鋅

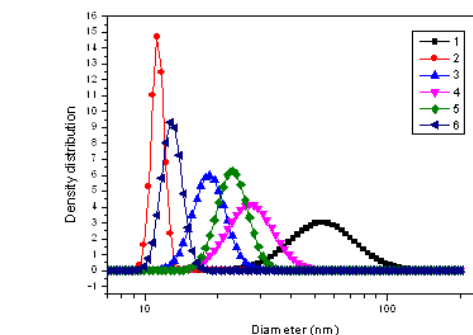


圖 1-1 b 氧化鋅 DLS 進行分析比較

計畫也與台科大進行合作與製作研究，嘗試自行合成樣品，試圖探討合成參數與分散劑添加之效果等，研究如何穩定溶液中的奈米粒子，表 1-2 為各批號參數製程參數，製作出之樣品分裝如圖 1-2 所示，並以 DLS 進行初步測試。圖 1-3 ~圖 1-6 為樣品進行添加分散劑與稀釋後，以 SEM 拍攝之結果比較。

表 1-2 不同批次與製程參數

ID	$[\text{Zn}(\text{OAc})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}(\text{M})$	$\text{NaOH}(\text{M})$	$T_{\text{bath}} (\text{°C})$	Time (h)
13031601	0.01	0.01	65	24
13031201	0.01	0.02	65	24
13031301	0.01	0.05	65	24
13031602	0.01	0.05	65	12
13031603	0.01	0.05	65	6
13031702	0.01	0.1	65	12
13031701	0.05	0.5	65	12

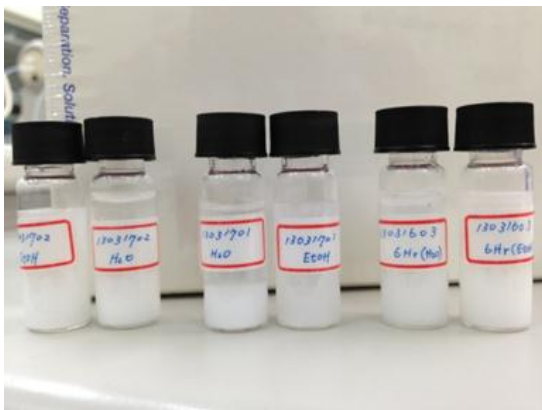


圖 1-2 a 批次與製程參數之樣品

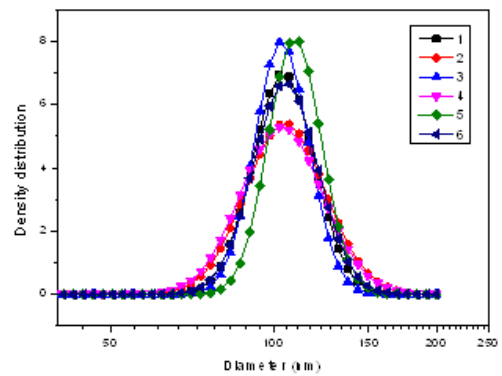


圖 1-2 b 不同批次與製程參數之 DLS 分析比較結果

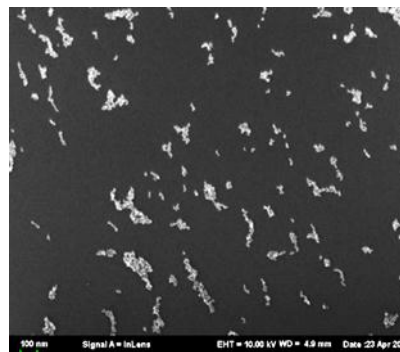
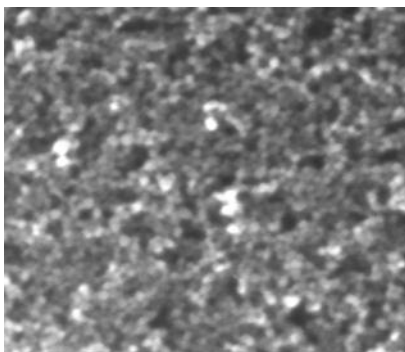


圖 1-3 SEM 量測批次 13031601 與不同稀釋比例之氧化鋅初步結果

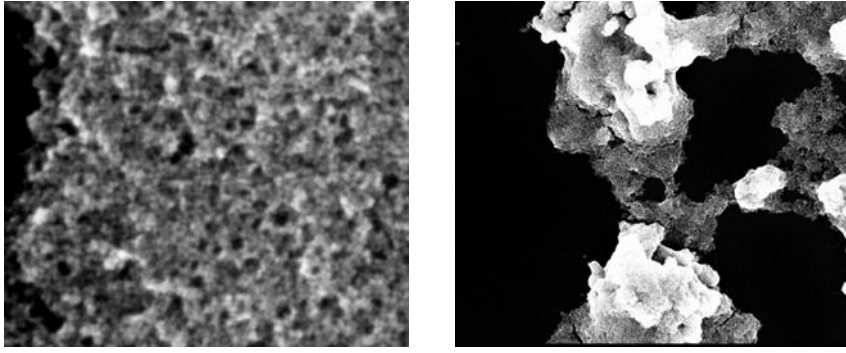


圖 1-4 SEM 量測批次 13031301 與不同稀釋比例之氧化鋅初步結果

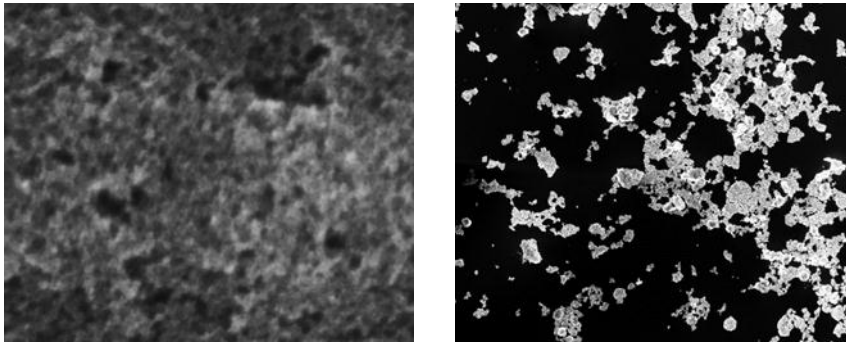


圖 1-5 SEM 量測批次 13031602 與不同稀釋比例之氧化鋅初步結果

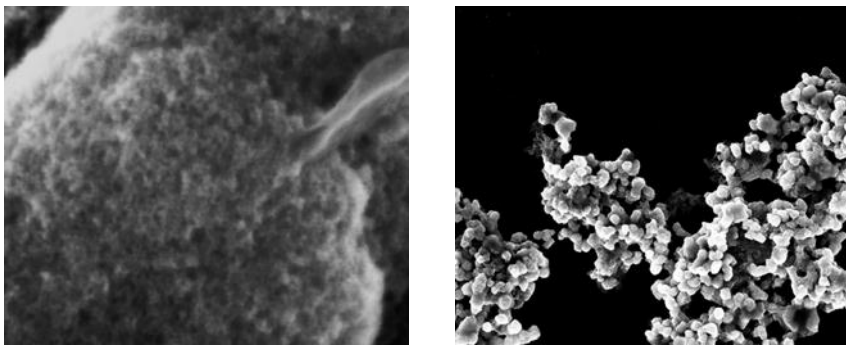


圖 1-6 SEM 量測批次 13031702 與不同稀釋比例之氧化鋅初步結果

計畫最後挑選分散性相對較佳之 40 奈米左右之樣品，其為水溶液分散。然而，根據前述初步的測試結果顯示，商用的樣品分散與均勻性仍顯不佳。因此，計畫為提升其分散性，添加分散劑(5-AA 分子)，並進行超音處理後，經過不對稱流場場流分析儀(AFFFF)的篩選，取出分散良好之粒子，作為標準參考物質。觀察本研究目前所開發出來的參考物質，奈米粒子形貌及奈米粒子的粒徑與特性等均非常良好。例如，以 SEM 觀察其外貌接近圓形且分散良好，並以微分電移動度分析法量得其分布，結果顯示樣本具有不錯的均勻性(圖 1-7)。最後，分析溶液酸鹼度與樣本成分與濃度等資料。其他參考物質的評估與驗證等工作，依據 ISO Guide 34 的建議[1-1]，進行長期穩定性與短期穩定性、均一性等測試工作等。最後，本研究之粒子，將會與其他單位進行合作，供應產官學研等各界等之需要。

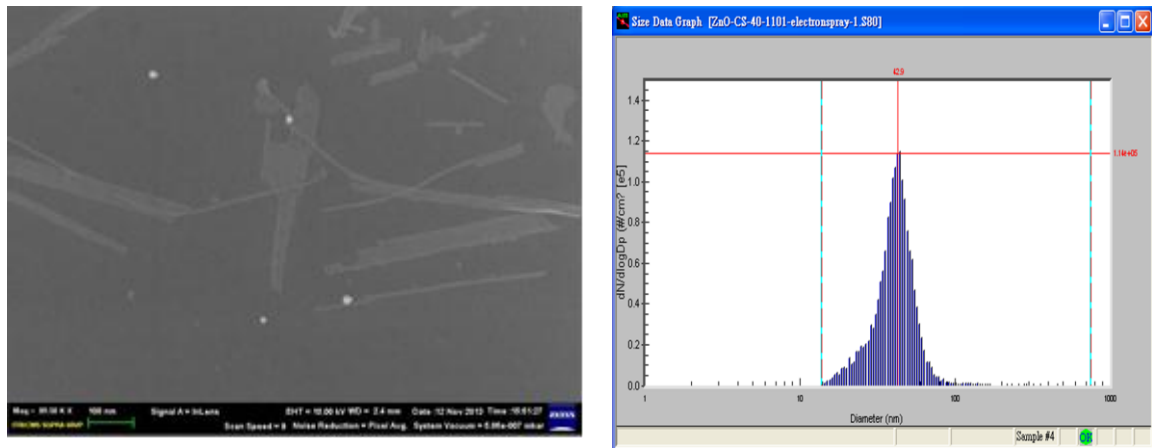


圖 1-7 SEM 量測奈米氧化鋅粒子形貌與微分電移動度分析法量得的分布

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

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

參考物質的生產程序如下圖 1-8，依據國家度量衡標準實驗室作業手冊所定訂。生產規劃內容包括生產管制、均勻性與穩定性測試、特性分析與特性值之標定等。

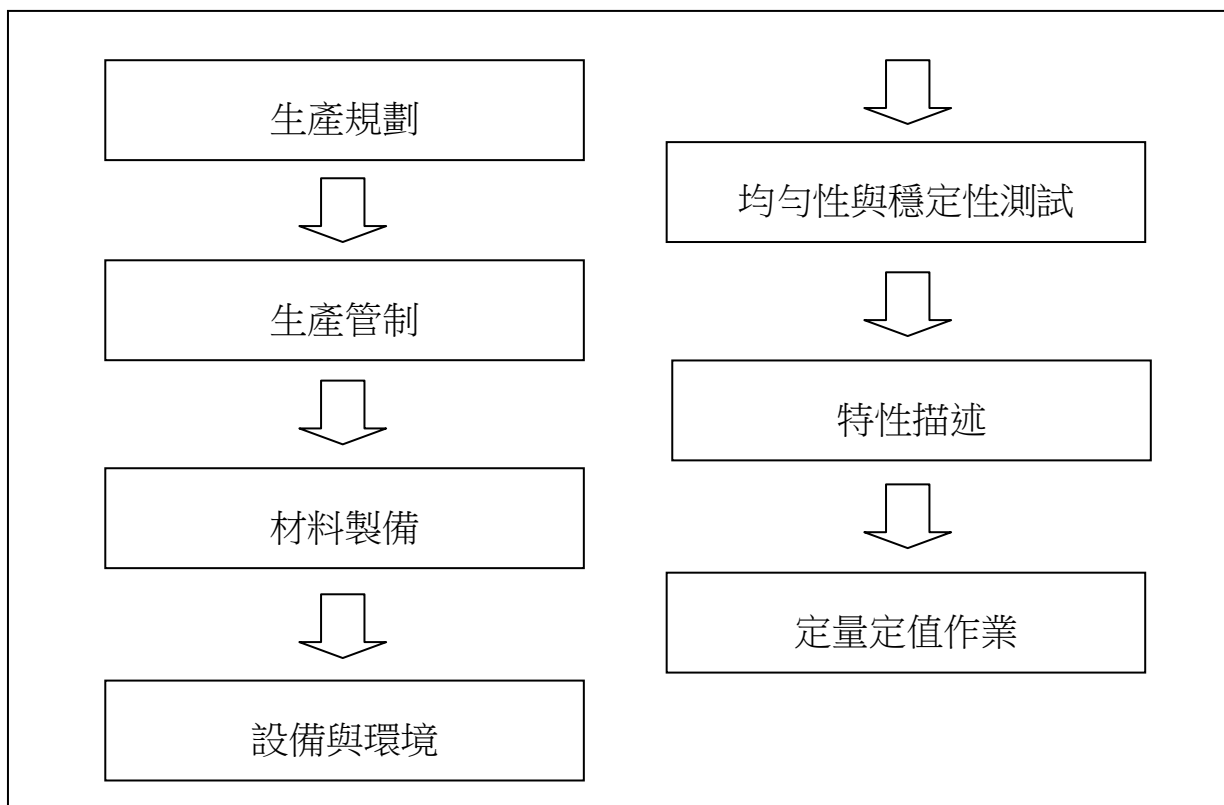


圖 1-8 參考物質生產流程

作為標準參考物質，均勻性是一個重要的指標之一。本研究先將同一批製程所產生的樣品分裝成數小瓶，並從中隨機抽出 5 瓶進行測試。最後，每一瓶進行短期重複量測 5 次，共有 5 瓶之量測結果，如圖 1-9 所示，為樣本以 DMA 量測之數據與分析結果。為了分析樣品的均勻度，本研究採用變異數分析法(Analysis of Variance, ANOVA) [1-2]，對量測數據進行分析與比較，瞭解瓶與瓶(Between bottles)或瓶內(within bottles)的差異。計算結果如表 1-3。其中，SS 分別為瓶內與瓶間的平方合(Sum of Squares)，DF 為兩者之自由度(Degree of Freedom)，MS 則表示瓶內(MSBottle)與瓶間(MSwitin)平均標準差(Mean Square)。在 95 % 信賴水準下，P 值計算結果大於 0.05，表示 ANOVA 分析顯示沒有顯著之差異，此樣本均勻性良好。

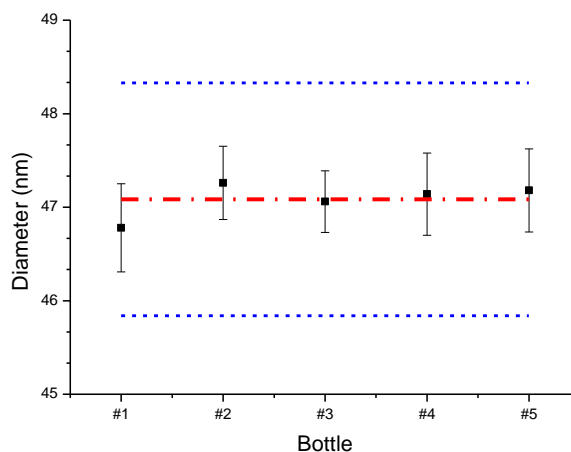


圖 1-9 均勻性評估數據與分佈

表 1-3 挑選五瓶進行 ANOVA 分析結果

ZnO-CS-40	DF	SS	MS	F	P
Model	4	0.6816	0.1704	0.97595	0.4427
Error	20	3.492	0.1746		
Total	24	4.1736			

(二) 奈米粒子比表面積量測系統建置，量測範圍 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $250 \text{ m}^2/\text{g}$ ；量測系統不確定度 $\leq 5\%$ 。

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

1. 團聚狀況
2. 成分
3. 粒徑與分佈
4. 純度與不純度
5. 形貌
6. 溶解度與不溶解度
7. 穩定度
8. 表面積
9. 表面化性
10. 表面帶電度

除了尺寸以外，比表面積也是定義奈米的參數之一。比表面積分析測試方法有多種，其中氣體吸附法因其測試原理的科學性，測試過程的可靠性，測試結果的一致性，在國內外各行各業中被廣泛使用，並逐漸取代了其它比表面積測試方法，成為公認的最權威測試方法。許多國際標準組織都已將氣體吸附法列為比表面積測試標準，如美國 ASTM 的 D3037，國際 ISO 標準組織的 ISO-9277。氣體吸附法測定比表面積原理，是依據氣體在固體表面的吸附特性，在一定的壓力下，被測樣品顆粒(吸附劑)表面在超低溫下對氣體分子(吸附質)具有可逆物理吸附作用，對應一定壓力存在確定的平衡吸附量。通過測定出該平衡吸附量，利用理論模型來等效求出被測樣品的比表面積，常見量測方法如

如圖 1-10。在比表面積研究和相關的比對資料報告中，由吸附量來計算比表面的理論很多，如朗格繆爾吸附理論、BET 吸附理論、統計吸附層厚度法吸附理論等。其中 BET 理論在比表面積計算方面在大多數情況下與實際值吻合較好，被比較廣泛的應用於比表面積測試[1-3]。通過 BET 理論計算得到的比表面積又叫 BET 比表面積。採用 BET 方法檢測出來的結果目前被公認是最為真實可靠的。另外分析程序上，早期有很多儀器只能做直接對比法的檢測，現在也被淘汰了。目前國際上比表面積測普遍採用多點 BET 法，國際上目前所制定出來的比表面積測定標準都是以 BET 測試方法為基礎，例如 ISO 9277:1995[1-4] 以及 ASTM C1274-00(2006)等。在比表面積量測標準技術方面，國內產學界雖已有多種儀器可進行奈米粒子之比表面積量測，但相關標準卻尚未開始發展，而美國已發展出氮氣吸附之 BET 法進行多孔性材料與比表面積之量測標準技術。

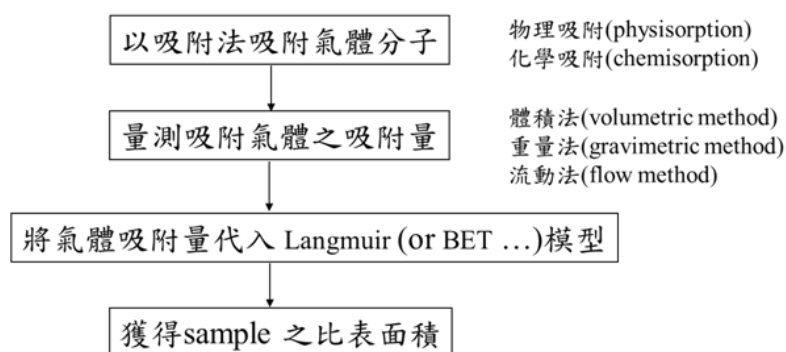


圖 1-10 常見樣品比表面積量測技術之說明

由於實際顆粒外表面的不規則性，嚴格來講，該方法測定的是吸附質分子所能到達的顆粒外表面和內部通孔總表面積之和。氮氣因其易獲得性和良好的可逆吸附特性，成為最常用的吸附質。通過這種方法測定的比表面積我們稱之為“等效”比表面積，所謂“等效”的概念是指：樣品的比表面積是通過其表面密排包覆（吸附）的氮氣分子數量和分子最大橫截面積來表徵。實際測定出氮氣分子在樣品表面平衡飽和吸附量（ V ），通過不同理論模型計算出單層飽和吸附量（ V_m ），進而得出分子個數，採用表面密排六方模型計算出氮氣分子等效最大橫截面積（ A_m ），即可求出被測樣品的比表面積。吸附材料與氣體吸附過程與示意如圖 1-11。

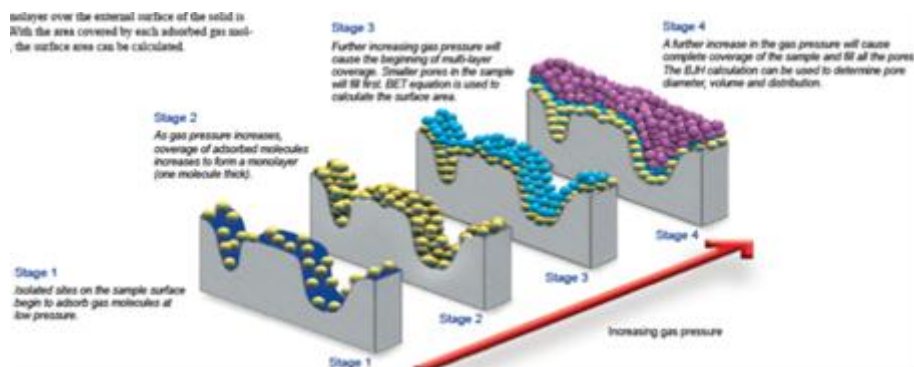


圖 1-11 吸附材料與氣體吸附過程與示意圖

奈米粒子比表面積量測技術架構，如圖 1-12 a，包括樣品槽，真空系統、平衡管、管路、閥件與壓力計等組件，本計畫今年完成儀器的架設與組裝，並進行測試，圖 1-12 b。

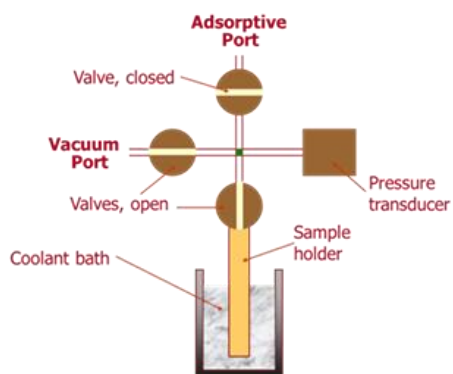


圖1-12 a比表面積量測系統架構圖，包括樣品管、抽真空系統以及相關閥件與氣體管路

圖 1-12 b BET量測系統架設與組裝

BET 理論計算是建立在 Brunauer、Emmett 和 Teller 三人從經典統計理論推導出的多分子層吸附公式基礎上，即著名的 BET 方程[1-5]:

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m k} + \frac{k-1}{V_m k} \frac{P}{P_0} \quad (1-1)$$

由上式可以看出，BET 方程建立了單層飽和吸附量 V_m 與多層吸附量 V 之間的關係， k 為特定溫度下氣體吸附熱及凝結熱之相關常數。BET 方程是建立在多層吸附的理論基礎之上，與許多物質的實際吸附過程更接近，因此測試結果可靠性更高。實際測試過程中，通常實測 3 至 5 組被測樣品在不同氣體分壓下多層吸附量 V ，以 P/P_0 為 X 軸， $P/V(P_0-P)$ 為 Y 軸，由 BET 方程做圖進行線性擬合，得到直線的斜率和截距，從而求得 V_m 值計算出被測樣品比表面積。實際測試時，當 P/P_0 取點在 0.05-0.35 範圍內時，BET 方程與實際吸附過程相吻合，圖形線性也很好，因此實際測試過程中選取此範圍內數據。由於選取了 3 至 5 組 P/P_0 進行測定，通常我們稱之為多點 BET。當被測樣品的吸附能力很強，直線的截距接近於零，可近似認為直線通過原點，此時可只測定一組 P/P_0 數據與原點相連求出比表面積，我們稱之為單點 BET。與多點 BET 相比，單點 BET 結果誤差會大一些。由標準氮氣吸/脫附等溫曲線，可獲得吸附材基本結構資訊。由於測量技術需具備能精確調節氣體分壓 P/P_0 的裝置，以實現不同 P/P_0 下吸附量測定。對於每一點 P/P_0 下 BET 吸脫附過程與直接對比法相近似，不同的是 BET 法需標定樣品實際吸附氣體量的體積大小，而直接對比法則不需要。此分析方法通常有容量法與重量法，容量法為測定已知量的氣體在吸附前後的差異，換算出氣體吸附量。因此，儀器的量測不確定度，主要有硬體的規格之外，溫度、氣體純度、容積與壓力的精確度以及樣本的形貌與缺陷等，都是重要的決定因素。

圖 1-13 為各吸附材料對氮氣之吸/脫附等溫曲線之比較圖。舉例來說，圖形顯示材料在溫度 77 下之氮氣吸/脫附曲線均呈現 S 型，屬於單層吸附飽和後在接續多層吸附行為，為典型吸附曲線分類中之第 II 型曲線。此型曲線之特徵在於吸附劑之孔隙大多分佈於中孔隙範圍，或比表面積為中、微孔隙之整體貢獻。其吸附行為在相對低壓 ($P/P_0 < 0.01$) 時於吸附劑表面先形成單層吸附層，因此吸附量較低，伴隨壓力漸升 ($0.1 < P/P_0 < 0.5$) 吸附質與吸附質間作用力之牽引將導致更多吸附層之堆疊，形成多層吸附並將較小孔洞逐漸填滿，當 $P/P_0 > 0.5 \sim 0.8$ 時於大孔洞內出現毛細冷凝作用，使吸附量急遽驟增。藉由氮氣吸附曲線之形式可有效推論吸附劑可能之孔洞形式與吸/脫附作用位址與阻力，如圖 1-14。觀察各吸附劑之氮氣吸/脫附等溫曲線後發現，沸石與矽膠之吸附與脫附曲線間幾乎重合，顯示樣品間沒有因大板塊連接所形成之狹窄孔隙，或顆粒狀結晶所形成內部扭曲、孔口小但內部寬廣之孔洞。因此氮氣分子在孔洞內部吸附，尤其脫附時之行走路徑較為通暢，沒有受到孔洞形狀與結構阻力而使吸/脫附曲線呈現重合狀態。氧化鋁之氮氣吸脫附曲線則於 $P/P_0 > 0.5$ 時出現顯之遲滯迴圈，為 IUPAC(International Union of Pure and Applied Chemistry)遲滯曲線第四型。推測此吸附劑係由類似盤狀粒子結晶堆疊組成，形成粒子間錯綜連結之狹窄孔隙，因此當氮氣在吸附程序中，需要有較長之平衡時間及較大之平衡壓力才可進入錯綜複雜之孔洞中，即氮氣分子所遭受之吸附劑立體結構障礙會影響其吸/脫附程序之動力與平衡特徵。當氮氣分子於高相對壓力冷凝於孔洞時，立體結構障礙在脫附程序中會更明顯的顯現出來，雖外界吸附質壓力降低，但孔洞內氮氣之動力行為仍受到障礙，因此需要較低之壓力才能脫附出來，而呈現與其他吸附劑迥然不同之遲滯迴圈特徵。吸附劑比表面積及孔隙大小分佈為吸附劑吸附能力之重要指標，當吸附劑表面積越大能提供更多之吸附位址供吸附質吸附，因此決定吸附量之大小。吸附值的相關參數，單層、多層及微孔洞面積大小，依序為矽膠>氧化鋁>沸石，由於表面積大小相差懸殊，可視為多孔洞、中等及少孔洞吸附劑之個別代表。利用氮氣吸附所得之數據計算孔徑大小分佈情形可得各吸附劑孔徑分佈。沸石與氧化鋁兩者之 $S_{\text{micro}}/S_{\text{BET}}$ 比例均較小，孔洞分佈大多介於 20~100Å 間，沸石主要以較大之開放性孔洞為主，而氧化鋁係因整體結構為粒狀結晶堆疊組成，因此缺少微孔洞結構，而其具有部分 100~1000Å 孔洞並與大量 20~100Å 孔洞連結，明顯符合前述其孔隙為孔口小但內部寬廣之推測，亦解釋了氧化鋁遲滯迴圈的形成原因。矽膠則具有多量中、微孔結構及 100~1000Å 之開放型孔洞，其氮氣吸脫附曲線沒有出現遲滯迴圈，主要係因微孔結構在單層吸附階段便被佔滿，隨後才以多層吸附逐漸堆疊填滿開放型孔洞部分，相較於氧化鋁需脫附小孔口內部廣大空間中冷凝之氮氣分子，矽膠在脫附時所受之阻力較小，因此並無出現遲滯現象。

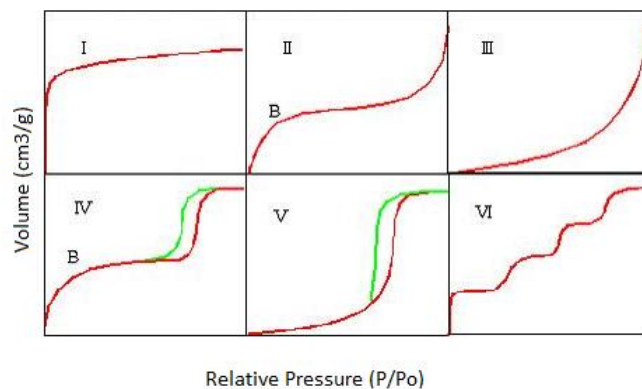


圖 1-13 比表面積等溫吸附與脫附曲線

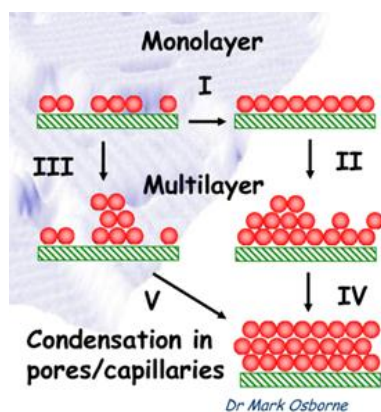


圖 1-14 吸附材與吸附氣體表面吸附行為

圖 1-15 為標準品氧化鋁以本系統進行實驗之等溫吸附曲線，其樣品為白色長柱，見圖例 1-16。最後分析原始數據與分壓數值與量測數值如圖 1-17，BET 比表面積數值結果為 $215.08 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

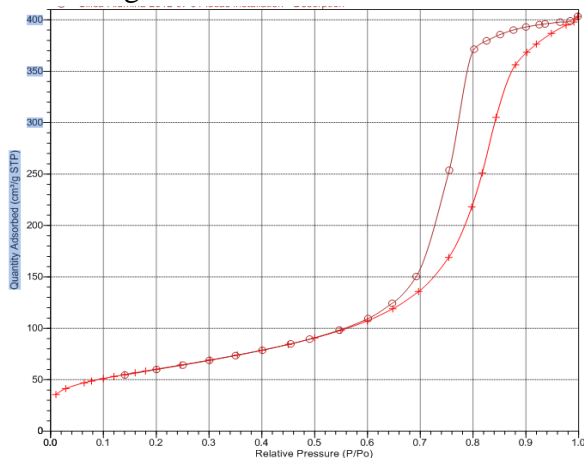


圖 1-15 氧化鋁樣本等溫吸附與脫附曲線



圖 1-16 以氧化鋁樣本進行實驗

Isotherm Tabular Report					BET Surface Area Report		
Relative Pressure (P/Po)	Absolute Pressure (mmHg)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	Elapsed Time (h:min)	Saturation Pressure (mmHg)			
				736.39111	BET Surface Area: 215.0580 ± 0.8900 m ² /g		
					Slope: 0.020088 ± 0.000083 g/cm ³ STP		
					Y-Intercept: 0.000154 ± 0.000014 g/cm ³ STP		
					C: 131.306254		
					Qm: 49.4023 cm ³ /g STP		
					Correlation Coefficient: 0.9999325		
					Molecular Cross-Sectional Area: 0.1620 nm ²		
					Relative Pressure (P/Po)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)	1/[Q(Po/P - 1)]
0.010090782	7.428719	35.6729	01:10		0.063540474	47.0512	0.001442
0.028603044	21.055738	41.4231	01:41		0.077544559	48.7477	0.001724
0.063540474	46.771957	47.0512	01:55		0.099990549	51.1609	0.002172
0.077544559	57.078297	48.7477	01:59		0.119985860	53.1152	0.002567
0.099990549	73.596870	51.1609	02:04		0.140049799	54.9813	0.002962
0.119985860	88.310265	53.1152	02:09		0.160094764	56.7751	0.003357
0.140049799	103.072861	54.9813	02:14		0.179870820	58.4977	0.003749
0.160094764	117.821228	56.7751	02:18		0.200435315	60.2685	0.004159
0.179870820	132.369476	58.4977	02:23		0.246244770	64.2210	0.005087
0.200435315	147.497940	60.2685	02:27		0.302320291	69.1904	0.006263
0.246244770	181.198914	64.2210	02:33				
0.302320291	222.450165	69.1904	02:39				
0.353616913	260.180847	74.0098	02:45				
0.400426332	294.603516	78.7517	02:52				
0.450267863	331.252563	84.3152	02:59				
0.500241919	367.991272	90.6400	03:07				
0.549858924	404.458527	98.0708	03:16				
			03:17	735.56127			
0.599713048	441.128754	107.2653	03:27				
0.647987339	476.641663	119.0088	03:39				
0.696754522	512.518433	135.8229	03:53				
0.753728838	554.438721	168.9668	04:22				
0.797624108	586.742065	218.0686	04:57				
0.817254537	601.194946	251.1570	05:27				
			05:28	735.62805			
0.843529361	620.420715	305.1177	06:00				
0.880189551	647.270142	356.2486	06:34				
0.901684369	663.014893	368.3544	06:52				
0.919982038	676.434143	376.4087	07:02				
0.948173039	697.122253	386.8447	07:13				
0.976145341	717.650940	394.8801	07:23				
0.990979990	728.534485	397.8693	07:29				
			07:30	735.16186			
0.998129210	733.786194	403.3823	07:41				
0.984253445	723.585205	399.0297	07:43				
0.964618551	709.150269	397.8113	07:47				
0.936215693	688.269470	396.0472	07:51				
0.925501299	680.392578	395.2412	07:54				
0.900167735	661.768188	393.0054	07:59				
0.876318314	644.234863	390.0971	08:05				
0.851236644	625.795593	385.6778	08:13				
0.825379723	606.786377	379.5619	08:22				
0.802038529	589.626587	371.4304	08:33				

圖 1-17 氧化鋁樣品測試數據，包含氣體分壓、飽和蒸汽壓數值、比表面積結果等

本年度已確認各項不確定度來源，及其與 SI 單位之關係，將於 FY103 完成系統評估。

(三) Zeta potential 儀器規格訂定、採購與組裝，粒徑 ≤ 10nm，電位量測範圍(-200~+200) mV。

本年度計畫依序完成 Zeta potential 儀器規格訂定、採購、組裝與測試，並已進行部分評估的前期研究。分述如下:1. 儀器廠商調查及樣品測試、2. 採購規範制定、3. 儀器安裝及驗收項目測試、4. 制定量測程序、5. 以參考物質進行測試、6. 量測方程。

1. 儀器廠商調查及樣品測試

進行 Zeta 電位分析儀評估- Zeta 電位分析儀製造商相當多，要如何從中選擇最合適的廠牌及型號，需要一定的評估及判定標準。ISO13099 規範提及的量測方法有光學及聲波兩種方法，各有相對應的儀器商製造出 zeta 電位分析儀。電泳散射光法與用來量測奈米粒徑的動態光法(Dynamic Light Scattering)在原理及光路設計上皆非常類似，因此目前市售儀器大都已將兩者整合在同一台儀器中，以增加儀器的量測能力。另外，根據光學方法設計的儀器還具有分析粒子形狀及分子量的功能，未來在分析蛋白質等生物樣品時，可對樣品特性有更深入瞭解。基於上述理由，本採購案主要針對利用電泳散射光法量測 zeta 電位的儀器製造商進行量測原理、儀器設計、數據分析等事項進行了解與評估，同時，因應標準系統的校正需求，儀器商對於未來不確定度評估時必要的元件拆裝事項也需有相當的配合度。在樣品部分，未來預計以溶液態奈米標準粒子來進行系統評估，

但因 zeta 電位的應用範圍極廣，除了溶液樣品外，固態樣品的分析需求也日益增加，因此，固態樣品的量測擴充性也為本採購案必要的規格之一。採購評估流程及判定標準如圖 1-18 所示。

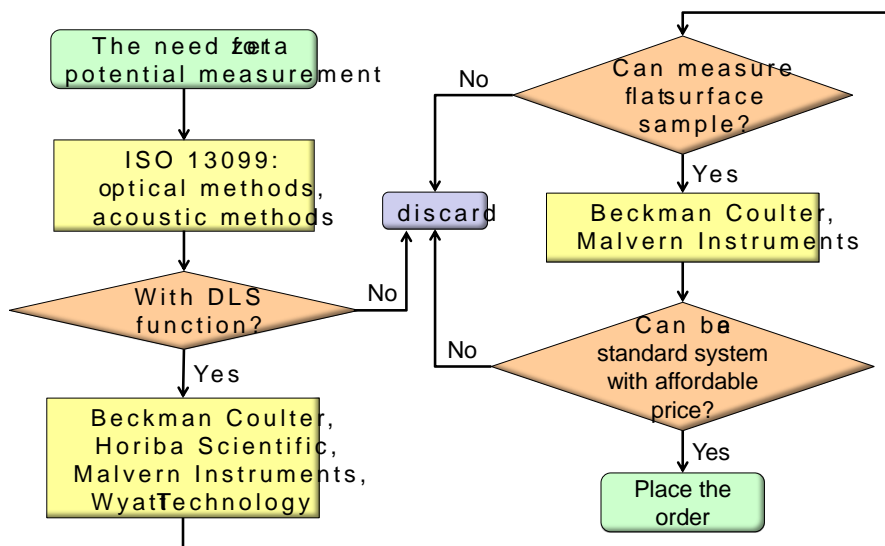


圖 1-18 採購評估流程圖

進行量測數據及規格比較 - Zeta 電位分析的影響因子可由如圖 1-19 之魚骨圖表示，可分為樣品特性、電泳光散射法相關參數設定、訊號偵測方式及數據處理等四類。除了樣品準備及前處理流程，其他項目皆與儀器的軟硬體設計及參數設定有關。因此，在評估儀器商時須針對各項目作深入了解與討論。

利用電泳光散射法量測 zeta 電位的儀器製造商主要有 Beckman Coulter、Horiba Scientific、Malvern Instruments、Wyatt Technology 等四家，量測原理及光路設計類似但細部參數各有不同。根據 zeta 電位計算公式，量測值由樣品的介電常數、黏滯係數、折射率、入射光波長、外加電場強度、以及散射角度等參數決定，而調頻器的頻率則會影響利用都卜勒法量測頻率偏移的解析度。表 1-4 列出各儀器商提供的 zeta 電位分析儀規格。

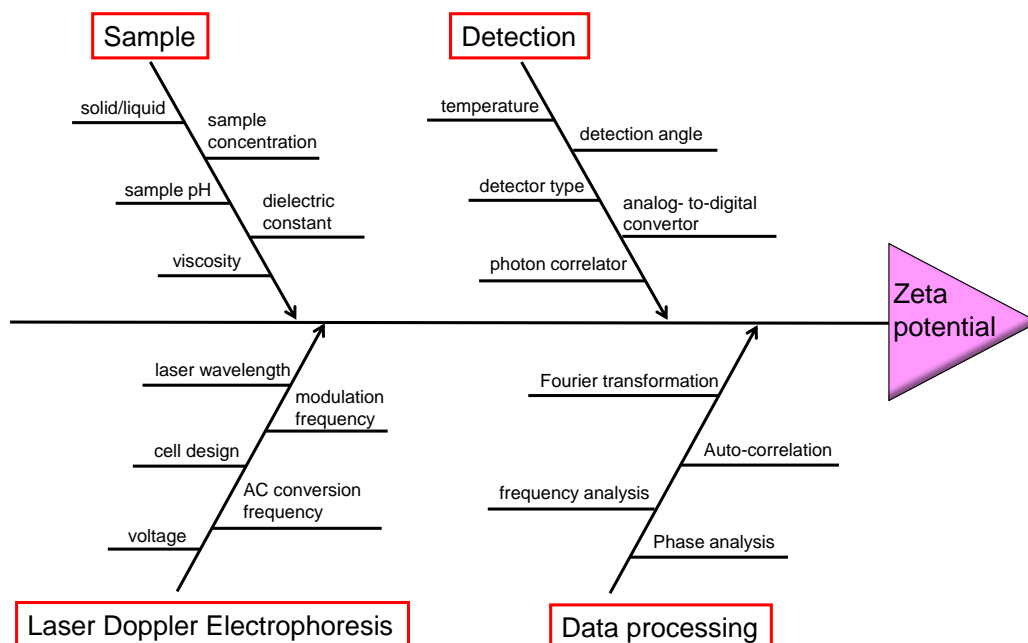


圖 1-19 Zeta 電位分析魚骨圖

表 1-4 Zeta 電位分析儀規格比較表

Items	Wyatt	Horiba	Beckman Coulter	Malvern
Model name	Mobius	SZ-100	Delsa Nano C	NanoSizer ZS
Headquarter	CA, USA	Japan	CA, USA	UK
on-site visit date	2013/2/27	2013/3/11	2013/0314	2013/0314
location	材化所67館	核能研究所	內湖,公司	內湖,公司
laser source type	DPSS	DPSS	semiconductor laser	HeNe
wavelength	532 nm	532 nm	658 nm	633 nm
power	50 mW	10 mW	30 mW	4 mW
modulator frequency	N/A	700 Hz	126 Hz	320 Hz
detector type	photodiode array x3RMT		APD	APD
detection angle size	multiple	90°, 173°	15°, 165°	13°, 173°
zeta potential	multiple	23.5	15°, 30°	13°
measuring range size	0.3 nm ~ 1 μm	0.3 nm ~ 8 μm	0.6 nm ~ 7 μm	0.3 nm ~ 10 μm
zeta potential	No practical limit	± 200mV	± 200mV	± 300mV
M.W.	< 5x10 ⁴ Da	10 ³ ~ 2x10 ⁷ Da	10 ³ ~ 10 ⁷ Da	10 ³ ~ 2x10 ⁷ Da
voltage	N/A	0 ~ 300V	0 ~ 300 V	0 ~ 150 V
temperature	4 ~ 70	1 ~ 70	5 ~ 90	0 ~ 90
concentration	up to 40%	0.1 mg/mL ~ 40%	10 ppm ~ 40%	up to 40%
min sample size	45 μL	12 μL	30 μL	12 μL
zeta potential	250 μL	216 μL	700 μL	750 μL
sample cell flat sample	N/A	N/A	1 cm(W) x 3 cm(L) x 45 mm(W) x 7 mm(L) x	
aqueous sample	flow cell	dip cell	flow cell	folded cell, dip cell
organic sample	flow cell	dip cell	flow cell	dip cell
solid/flat sample	N/A	N/A	flat surface cell	zeta surface cell
electrode	Pt coated electrode	carbon electrode	Pt coated electrode	Au electrode
AC frequency	10 Hz, 20 Hz	N/A	125, 250 Hz	250, 1000 Hz
focus position aqueous sample	center	center	5 points	cell center
organic sample	center	center	5 points	cell center
solid/flat sample	N/A	N/A	7 points	> 3 points
standard sample size	✓	✓	100 nm polystyrene	20 nm polystyrene
zeta potential	✓	✓	polystyrene standard	polystyrene standard
molecular weight	x	✓	✓	✓

其中，Wyatt 與 Horiba 使用 532 nm 雷射當作入射光源，Beckman Coulter 及 Malvern 則採用 658 nm 及 633 nm 等較長波段的入射光源。當散射粒子半徑遠小於入射光波長時，以相同的入射光強度照射樣品，入射光波長 λ 愈短，樣品的散射強度 I_0 愈強，散射光強度與入射光波長的關係式如下：

$$I_s \propto \frac{I_0}{\lambda^4} \quad (1-2)$$

使用短波長雷射當光源，可用較低的雷射功率及偵測器放大倍率而達到相同的訊噪比 (signal to noise ratio)。但短波長雷射較長波長雷射更有機會激發樣品而產生螢光，一旦偵測器收集到的訊號混有樣品本身發出的螢光，即無法分離出來自粒子散射光的貢獻，而無法獲得正確的都普勒頻率位移。使用較長波長的入射光源可減少螢光效應發生的機會，可避免量測失效的情況發生。因此，在量測元件的設計與參數選用上，應將散射光強度與螢光效應造成的影響一併納入考量。

在偵測器的選用上，Wyatt 利用 30 個光電二極體 (photodiode) 排成平行陣列 (array)，再將 30 個偵測器收集到的訊號平均以增加訊噪比，此方法與利用單一偵測器量測 30 次，再將數值平均的效果類似，但此設計可在短時間內完成多次訊號收集，可大幅降低對樣品的破壞程度，缺點是成本較高，偵測器間的平行度也尚待驗證。與光電倍增管 (Photomultiplier Tube, PMT) 相比，Avalanche Photodiode (APD) 具有高量子效率、高增益值、體積小、低工作電壓等優點，需要的外加電流也較小，不僅如此，APD 的響應速度快，動態範圍大，抵抗外部電磁干擾及強光損傷的能力也較 PMT 好。不過，APD 具有較高的暗電流 (dark current)，因此偵測極微弱的光訊號 (如數個光子) 的能力 PMT 比 APD 高了幾十倍；在 200 °C 以上等較為惡劣的偵測環境下，PMT 也具有較好的表現。在 500 nm ~ 650 nm 這個波段，基本上 APD 與 PMT 的表現差不多 [1-7]，但 PMT 的表現在 > 650 nm 的波段範圍會明顯差很多，不適合用在需要高感度的量測實驗上。本組欲建立的 zeta 電位量測系統，未來的操作溫度會控制在 4 °C ~ 90 °C 的範圍內，不會遇到較高溫的環境；同時，為了與雜訊有明顯區隔，光訊號強度也會控制在一定大小以上。因此，選用 APD 較選用 PMT 有較多優勢。

為了瞭解並比較不同廠牌型號的軟硬體設計及量測能力，於今年三月分別參訪了四間儀器商，並以相同的樣品在廠商端進行 zeta 電位及奈米粒徑分析。待測樣品為向 JSR 購買的聚苯乙烯 (polystyrene) 標準粒子 SC-0100-D [1-8]，粒徑大小為 100 nm ± 3 nm，樣品濃度為 1 %。以去離子水將母液稀釋 100 倍後分裝為四瓶，使四次實驗的樣品條件相同。量測參數及結果整理下

表 1-5：zeta 電位及奈米粒徑量測結果

Items		Wyatt	Horiba	Beckman Coulter	Malvern
Model name		Mobius	SZ-100	Delsa Nano C	NanoSizer ZS
on-site visit	date	2013/2/27	2013/3/11	2013/0314	2013/0314
	location	材化所67館	核能研究所	內湖, 公司	內湖, 公司
laser source	type	DPSS	DPSS	semiconductor laser	HeNe
	wavelength	532 nm	532 nm	658 nm	633 nm
	power	50 mW	10 mW	30 mW	4 mW
modulator	frequency	N/A	700 Hz	126 Hz	320 Hz
detector	type	photodiode x30	PMT	APD	APD
zeta potential	scattering angle	multiple	23.5°	15°	13°
	sample cell	flow cell	flow cell	flow cell	folded cell
	AC frequency	10 Hz	N/A	125 Hz	250 Hz
	waiting time	1 hr	30 min	30 min	30 min
	measuring result	-25.29 mV ± 0.94 mV	-68.1 mV ± 0.4 mV	-35.08 mV ± 0.49 mV	-37.83 mV ± 0.65 mV
size	scattering angle	multiple	173°	165°	173°
	sample cell	N/A	cubic cell	cubic cell	cubic cell
	measuring result	N/A	112.3 nm ± 0.3 nm	115.3 nm ± 0.3 nm	110.3 nm ± 0.2 nm

如表 1-5 所示，使用 Beckman Coulter 及 Malvern 的儀器量測到的 zeta 電位數值較為接近，利用 Horiba 的儀器所量測到的數值則與在其他三處所得之量測值有明顯偏差，與廠商反應後未有進一步說明。另外，在四款分析儀中，Beckman Coulter 及 Malvern 的型號具有支援固態樣品的量測(表 1-5)，因此在後續的評估中鎖定這兩間廠商進行更進一步的了解。

2. 採購規範制定

如前章節所述，本採購案欲購置 zeta 電位分析儀，需能量測溶液態及固態平面樣品之電位，同時也具有利用動態光法分析粒徑大小的功能，以及量測分子量之功能。詳細規格如表 1-6 及表 1-7。並訂定驗收標準整理如表 1-8。

表 1-6 產品軟、硬體規格及數量說明

規格說明		
1	量測功能	<ul style="list-style-type: none"> 具粒子界面電位(zeta potential)量測，平面樣品界面電位(zeta potential)量測，奈米粒徑(particle size)及分子量(MW)，4 種模式分析功能
2	量測樣品	<ul style="list-style-type: none"> 溶液態(水相及有機相)及固態樣品
3	光源	<ul style="list-style-type: none"> 雷射光源
4	溫度控制:	<ul style="list-style-type: none"> 電子自動溫控：至少包含 5 °C~ 90 °C 精確度：+/-0.1 °C 可自動升降溫進行粒徑及 zeta 電位對溫度變化分析
5	軟體功能	<ul style="list-style-type: none"> 軟體功能-通用：可監控雷射及電壓供應源之穩定性 軟體功能-zeta： <ol style="list-style-type: none"> 1) 可計算 zeta 電位及其分佈 2) 可計算電泳移動度及其分佈 3) 可計算都卜勒頻率與位移量 4) 可計算溶液導電度

規格說明		
		5) 可計算固體表面電位 <ul style="list-style-type: none"> ● 軟體功能-粒徑: 可計算粒徑分佈及多分散性指數 ● 軟體功能-分子量: 可計算平均分子量及繪製 Debye plot
6	樣品 cell	<ul style="list-style-type: none"> ● 平行電極標準 zeta cell (偵測光點位於兩電極間) ● 平面樣品 zeta cell ● 標準粒徑樣品室(quartz)
7	標準樣品	<ul style="list-style-type: none"> ● 粒徑標準品一組 ● zeta 電位標準液一組 ● 分子量標準校正品一組

表1-7產品應達成之功能、效率等說明

功能說明		
1	Zeta電位量測	
	量測原理	至少包含電泳光散射法
	量測範圍	至少涵蓋-200 mV ~ 200 mV 需同時包含水相及有機相溶液樣品之電位分析
	電泳移動度及導電度	需能同時分析電泳移動度及導電度
	分析數據	zeta 電位及其分佈 電泳移動度及其分佈
2	奈米粒徑分析	
	量測原理	動態光散射法
	量測角度	至少具大於及小於 90°各一
	量測粒徑範圍	至少涵蓋 0.6 nm ~ 6 μm 範圍
	濃度範圍	至少涵蓋 10 ppm ~ 20 wt% 範圍
數據分析	可作出粒徑分佈圖 粒子重量或體積比例之分析圖 粒子數目比例之分析圖	
3	分子量分析	
	量測範圍	至少包含 10,000~1,000,000dalton
	數據分析	平均分子量 Mw 及 Debye Plot

表 1-8 驗收標準

	項目	驗收方式
1	量測功能 <ul style="list-style-type: none"> ● 具粒子界面電位(Zeta Potential)量測，平面樣品界面電位(Zeta Potential)量測，奈米粒徑(Particle size)及分子量(MW)，4種模式分析功能 	粒徑 10 nm - 5μm 粒子、平面介面電位各範圍內各 2 種樣品測試 分子量 2 種樣品實測
2	量測樣品 <ul style="list-style-type: none"> ● 水相及有機溶劑等樣品 	樣品實測

	項目	驗收方式
3	光源 ● 雷射光源	點收
4	溫度控制: ● 電子自動溫控：至少包含 5~90℃： ● 低溫(5℃)、室溫(25℃)、高溫(80℃)樣品測試 ● 精確度： +/-0.1℃ ● 可自動升降溫進行粒徑及 Zeta 電位對溫度變化分析，並自動計算變性溫度(Melting point)	樣品實測
5	● 軟體功能-通用：可監控雷射及電壓供應源之穩定性 ● *軟體功能-zeta： 1)可計算 Zeta 電位及其分佈 2)可計算電泳移動度及其分佈 3)可計算都卜勒頻率與位移量 4)可計算溶液導電度 5)可計算固體表面電位 ● *軟體功能-粒徑：可計算粒徑分佈及多分散性指數 ● *軟體功能-分子量：可計算平均分子量及繪製 Debye plot	樣品實測
6	樣品 ● 平行電極標準 zeta cell (偵測位置於電極中間) *1 ● flat surface zeta potential cell *1 ● 標準粒徑樣品室 (quartz) *1	點收
7	標準樣品 ● 粒徑標準品一組 ● Zeta 電位標準液一組 ● 分子量標準校正一組	樣品實測數據與標準品證書誤差 3%以內

3 儀器安裝及驗收項目測試

得標之儀器為 Malvern Instrument 公司製造之 Zetasizer Nano ZS 分析儀，可量測溶液粒子及平面樣品之 Zeta 電位，同時也具有量測奈米粒徑及分子量功能。除了 Zeta 電位分析儀器主機、樣品槽、標準品、儀器操作及數據分析軟體等規格書上應有之軟硬體，也因應工安要求，在主儀器上加裝溫度過載保護裝置(圖 1-20)，以防止當儀器控制軟體有問題時，儀器持續加熱可能造成的危險。

驗收主要針對各量測功能進行測試，使用原廠提供之標準品及第二組測試樣品，針對粒徑、粒子溶液及平面樣品之 Zeta 電位、分子量等進行量測，另外也針對軟體的數據分析能力進行試驗，結果均符合採購規格。詳細結果整理如表 1-9。



圖 1-20 Zeta 電位分析儀及溫度過載保護裝置

表 1-9 驗收規格及測試檢驗結果對照一覽表

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)	備考 (附註說明)
*量測功能:具粒子界面電位量測功能	2 種界面電位樣品實測，須包含水相及有機相樣品各一	*Capillary cell: -水相樣品: $-42.1 \text{ mV} \pm 2.1 \text{ mV}$ -有機相樣品: $19.6 \text{ mV} \pm 0.9 \text{ mV}$ *Dip cell: -水相樣品: $-41.9 \text{ mV} \pm 1.4 \text{ mV}$ -有機相樣品: $17.6 \text{ mV} \pm 0.2 \text{ mV}$	- 水相樣品 : Malvern 標準品 - 有機相樣品 : Carbon in EtOH, 無校正值
*量測功能: 具平面樣品界面電位量測功能	2 種平面樣品實測	-Si wafer: $-44.4 \text{ mV} \pm 4.1 \text{ mV}$ -SiO ₂ film: $-30.7 \text{ mV} \pm 0.5 \text{ mV}$	平面樣品無校正值
*量測功能: 具奈米粒徑量測功能	2 種奈米粒徑樣品實測	-20 nm 樣品: $20.37 \text{ nm} \pm 0.30 \text{ nm}$ -60 nm 樣品: $64.15 \text{ nm} \sim 64.77 \text{ nm}$ -100 nm 樣品: $105.0 \text{ nm} \sim 105.6 \text{ nm}$	奈米粒徑樣品為 Thermo 標準品
*量測功能: 具分子量(MW)量測功能	2 種分子量樣品實測	-Malvern 標準品: $209 \text{ kD} \pm 9.93 \text{ kD}$ -自行配置樣品: $178 \text{ kD} \pm 7.51$	Malvern 標準品證書，自行配置樣品

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)	備考 (附註說明)
		kD	無證書
*光源: 雷射光源	點收	氦氖(HeNe)雷射 *1	現場點收
*溫度控制: 電子自動溫控, 至少包含5~90°C, 測試溫度: 低溫(5°C)、室溫(25°C)、高溫(80°C)	以軟體設定實驗溫度, 並在軟體上顯示即時溫度	- 5 °C: 平均溫度 5.00 °C - 25 °C: 平均溫度 24.96 °C - 80 °C: 平均溫度 80.00 °C (平均時間 120 秒)	
*軟體功能: 1) 可計算 Zeta 電位及其分佈 2) 可計算電泳移動度及其分佈 3) 可計算都卜勒頻率與位移量 4) 可計算溶液導電度 5) 可計算固體表面電位	至少一組樣品進行 zeta potential 測試及數據分析	*功能 1~4, 以 capillary cell 量測 Malvern 標準品為例: - 界面電位: -42.1 mV ± 2.1 mV - 電泳: -3.301 μm-cm/V-s ± 0.165 μm-cm/V-s - 都卜勒位移: 231Hz ± 2.08 Hz - 導電度: 0.321mS/cm ± 0.009 mS/cm *功能 5, 以 Si wafer 樣品為例: 平面電位量測值 -44.4 mV ± 4.1 mV	Malvern 標準品證書; 平面樣品無校正
*軟體功能: 可計算粒徑分佈及多分散性指數	至少一組樣品進行粒徑量測及數據分析	以 60 nm 樣品為例: - 粒徑 64.15 nm ~ 64.77 nm - 分散性指數 0.008 ~ 0.028	
*軟體功能-分子量: 可計算平均分子量及繪製 Debye plot	至少一組樣品進行分子量量測及數據分析	以 Malvern 標準品為例: - 分子量 209 kD ± 9.93 kD	
*樣品槽: 1) 平行電極標準 zeta cell (偵測位於電極中間)一個 2) flat surface zeta potential cell 一個 3) 標準粒徑樣品	點收	- Dip cell *1 組 - Surface cell *1 組 - Quartz cell *1 個	現場點收

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)	備考 (附註說明)
室(quartz)一個			
*標準樣品 1)粒徑標準品一組 2)Zeta 電位標準液一組 3)分子量標準校正一組	標準樣品點收，樣品實測數據與標準品證書誤差3%以內	*標準品及驗證值 (certified value): -粒徑標準品*1 組，57 nm ~ 65 nm -Zeta 電位標準品*1 組，-42.0 mV ± 4.2 mV -分子量標準品*1 個，215 kD *標準品量測值: -粒徑標準品: 64.15 nm ~ 64.77 nm -Zeta 電位標準品: -42.1 mV ± 2.1 mV(capillary cell) -41.9 mV ± 1.4 mV(Dip cell) -分子量標準品: 209 kD ± 9.93 kD 量測值與驗證值誤差皆小於3%	
*免費軟體更新至少一年	點收保證書	免費軟體更新保證書 *1	現場點收
*教育訓練文件	點收教育訓練簡報電子檔	教育訓練簡報電子檔 *1	現場點收
*中文或英文操作手冊一份	點收	操作手冊 *1	現場點收

4. 制定量測程序

參考原廠提供之操作手冊及實際操作測試結果，將樣品配製方式、樣品槽清洗流程、量測參數設定、數據處理、量測結束後之清潔及廢棄物處理等程序撰寫成「Zeta 電位量測程序」文件。測試項目規格如表 1-10，測試範圍包含溶液及平面樣品。

表 1-10 測試項目規格表

測試項目	測試樣品規格說明	量測方法
Zeta 電位	1.溶液樣品: 粒徑介於 5 nm 至 50 μm 註: 粒子樣品濃度需小於 40 % w/v 2.平面樣品: 尺寸小於 4 mm (長) x 7 mm (寬) x 1.5 mm (厚度)	電泳光散射法

5. 以參考物質進行測試

因應國家型奈米計畫之 EHS 會議中要求，完成計畫產出之 6 種聚苯乙烯(Polystyrene Latex)奈米粒子、4 種金屬及 1 種氧化物奈米粒子參考物質之 Zeta 電位值量測，量測數值整理如表 1-11。

表 1-11 奈米參考物質之 Zeta 電位

Material	Model name	Zeta potential
polystyrene sphere 100 nm	CMS-PS-100	-15.1 mV
polystyrene sphere 200 nm	CMS-PS-200	- 59.1 mV
polystyrene sphere 250 nm	CMS-PS-250	- 48.9 mV
polystyrene sphere 300 nm	CMS-PS-300	- 15.8 mV
polystyrene sphere 450 nm	CMS-PS-450	- 60.1 mV
polystyrene sphere 500 nm	CMS-PS-500	- 54.4 mV
Silver nanoparticle 20 nm	CMS_S20C	- 36.3 mV
Silver nanoparticle 60 nm	CMS_S60C	- 45.2 mV
Silver nanoparticle 70 nm	CMS_S70C	- 50.8 mV
Gold nanoparticle 10 nm	Gold colloid	-17.6 mV
Silicon dioxide	ERM - FD304	- 48 mV

6. 量測方程

為建置標準系統，國家型奈米計畫預計於 FY103 年完成 Zeta 電位量測標準系統之建立與不確定度評估，今年度於完成系統驗收後，已進行前期研究。根據儀器量測原理確認量測方程式如下：

$$\zeta = \frac{3\eta\Delta\omega\lambda}{8\pi n\epsilon E \sin(\theta/2)} f(\kappa a) \quad (1-3)$$

方程式中， ζ 為 zeta 電位； η 為溶液的黏滯係數； $\Delta\omega$ 為光頻率的都卜勒位移量； λ 為入射光波長； n 為樣品的折射率； ϵ 為溶液的介電常數； E 為外加電場強度； θ 為入射光與散射光夾角； κ 為 Debye-Hückel 參數[1-9]，為電雙層厚度的倒數； $f(\kappa a)$ 為 Henry 函數[1-10]，

數值範圍介於 $f(\kappa\alpha)_{\kappa\alpha \rightarrow 0} = 1$ 及 $f(\kappa\alpha)_{\kappa\alpha \rightarrow \infty} = 3/2$ 之間。目前已開始針對各項量測參數進行不確定度初期評估，確認評估項目及採用的評估方法。

【技術創新】

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

由於市面上以及自行研究與配置之樣品，都有分佈過大的情況。因此，為了提升樣品的均勻性，計畫採用了不對稱流場場流分析儀進行分篩的動作。不對稱流場場流分析儀是近來所發展的分離技術，由於其快速分離、非破壞性等特性，且對於許多特定的分子和生化高分子聚合物均有良好分離效果，是目前少數能分離奈米尺寸樣品的技術之一，示意圖如 1-21。場流分離 (Field-Flow Fractionation, FFF) 是類似層析分離技術 (chromatography-like separation technique) 家族成員之一，第一次理論提出者為 1960 年代的 Giddings，其後逐漸發展出流動式 (flow, FFFF)，沉降式 (sedimentation, SdFFF)，加熱式 (thermal, ThFFF)，電流式 (electrical, ElFFF)，重力式 (gravitational, GrFFF)，其中又包括不對稱場流分離 (Asymmetric Flow Field-Flow Fractionation, aFFF)。分流薄層分離槽主要是呈扁帶狀 (ribbonlike)，由沒有填充物的薄層片 (通常 <0.5 毫米) 所組成，所以有時被稱為單相的層析技術 (one phase chromatography)，在出口或在入口和出口處都裝置分流片 (splitter)，一個以上之出口分流片在理論上雖然可。典型的分流薄層分離槽有一個入口和一個出口分流片。其功能敘述於下：通常樣品由其中一入口被注入分流薄層分離槽。而載體 (carrier) 從另一入口以較大流速進入，當二條流體相遇，樣品進樣水流被壓縮成薄層流體 (thin laminate) 使樣品在開始分離前侷限在一小區域，以達到較高解析的分離。入口分流片讓二入口流體平和順利的合併在一起，出口分流片使被分離的樣品能平和順利的收集在不同的出口，不再被混合。在橫跨分離槽流體的垂直方向上外加一個適當的場 (作用力) (driving force) 或梯度，使樣品中各成分選擇性地在流軸垂直方向 (側向位置) 做不同程度的移動進而由不同的出口收集而達到分離的目的。

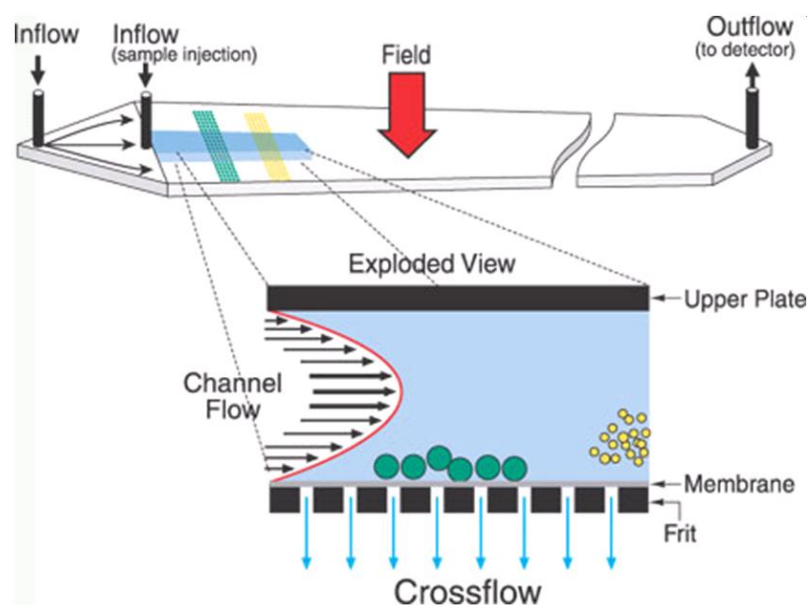


圖 1-21 不對稱場流分離示意圖[1-6]

本計畫採用的儀器為 Eclipse™ AF4，參數設定如下表，分離結果如圖 1-22。粒子尺寸與分流時間相關，分流的本樣則以動態光散法定尺寸值。

表 1-12 AFFF 儀器量測參數設定

流動相	樣品注射量	樣品濃度	分析溫度	Membrane	流速
200 ppm NaN ₃	50 uL	2 mg/ml	25 °C	10 kD	1 ml / min

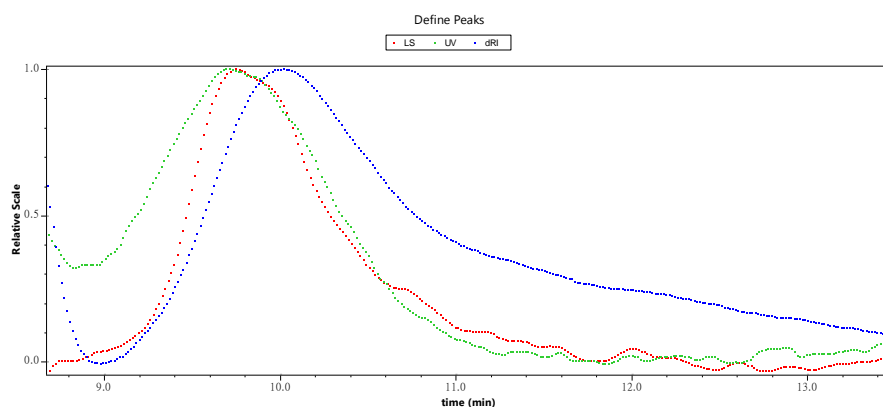


圖 1-22 場流分離結果與取樣時間

(二) 奈米粒子比表面積量測系統建置，量測範圍 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $250 \text{ m}^2/\text{g}$ ；量測系統不確定度 $\leq 5\%$ 。

本計畫技術創新點，採用 BET 體積測定法，並對標準體積進行校正與追溯。比表面積量測方法包括連續流動法、體積測定法及重量法、直接對比法等，而本計畫所採用之方法，相較於其他量測方法，主要可藉由壓力計與已知之體積等參數進行校正，藉由這些參數的量測，系統將可以實現 SI 單位的追溯，作為國內表面積量測系統的原級系統。一般來說，比表面積測試方法有兩種分類。一是根據測定樣品吸附氣體量法的不同，可分為：連續流動法、容量法及重量法，重量法現在基本上很少被採用；再者是根據計算比表面積理論方法不同可分為：直接對比法比表面積分析測定、Langmuir 法比表面積分析測定和 BET 法比表面積分析測定等。同時這兩種分類標準又有著一定的聯系，直接對比法只能採用連續流動法來測定吸附氣體量的多少，而 BET 法既可以採用連續流動法，也可以採用容量法來測定吸附氣體量一般採用流動法來進行 BET 測定，測量系統需具備能精確調節氣體分壓 P/P₀ 的裝置，以實現不同 P/P₀ 下吸附量測定。對於每一點 P/P₀ 下 BET 吸脫附過程與直接對比法相近似，不同的是 BET 法需標定樣品實際吸附氣體量的體積大小，而直接對比法則不需要。此分析方法通常有容量法與重量法，容量法為測定已知量的氣體在吸附前後的差異，換算出氣體吸附量，重量法為測定樣品吸附前後的重量差。兩者皆需要高真空與脫氣處理。本計畫技術創新點，採用 BET 體積測定法，對標準體積以水為質量及體積之轉換介質，進行質量之校正與追溯，達到體積之校正與追溯。相較於其他量測方法，主要可藉由壓力計與已知之體積等參數進行校正，藉由這些參數

的量測，系統將可以實現 SI 單位的追溯，作為國內表面積量測系統的原級系統。因此，本計劃所採用之方法的量測不確定度，主要有硬體的規格之外，真空腔的體積、溫度、氣體純度與壓力的精確度以及樣本的形貌與缺陷等，都是重要的決定因素。因此，計畫的創新點在於評估各種不確定度源，建立可追溯至 SI 單位之系統，以提供國內標準追溯源，圖 1-23 為本計劃建置之追溯關係圖與相關量測參數。

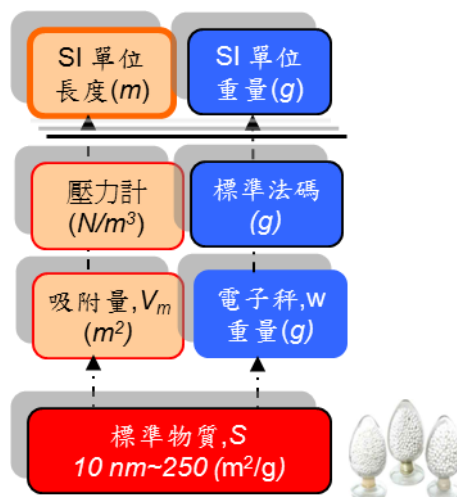


圖 1-23 系統追溯圖

(三) Zeta potential 儀器規格訂定、採購與組裝，粒徑 $\leq 10\text{nm}$ ，電位量測範圍 $(-200\sim+200)$ mV。

改造購自原廠之樣品槽，將樣品槽電極之電壓來源訊號導出，再利用校正過的電表進行電壓、電流及 AC 反轉頻率量測，可與儀器軟體讀值比較、評估來自電壓源的不確定度。電壓量測架設如圖 1-24。



圖 1-24 電壓量測架設圖

【突破之瓶頸】

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

懸浮於水溶液的氧化鋅粒子，不論在微米或奈米等級都有團聚的問題需要被克服，

而加入 5-AA 分子之後, ZnO 粒子容易凝聚的現象進行改善。將時間控制在 3 小時不過, 經由實驗中可以看出如果在反應之後直接加入 5-AA 分子至反應器中, 可以發現 5-AA 分子的溶解度並不高。因此, 嘗試著將 5-AA 分子先以微量的去離子水進行溶解之後, 再加入一定量的乙醇進行分散。發現這樣 5-AA 分子可完全溶解。另外, 加入反應器以前, 5-AA 的乙醇水溶液, 先預熱到 65 °C 後才加入, 結果顯示, 以此方式進行的 ZnO 奈米粒子的懸浮性良好, 擺置約數個星期都沒有明顯的沉澱生成, 大幅提升穩定性此外。進行一個對照組的實驗, 僅加入預熱等同 5-AA 乙醇的水溶液, 則生成的 ZnO 粒子會產生大量的沉澱, 其比較結果如圖 1-25 a 所示, 圖中右手邊三瓶為經處理之樣品, 明顯較左一瓶澄清, 其顯示分散效果顯著。長時間穩定度分析與管制圖結果如圖 1-25 b 所示。



圖 1-25 a 分散劑加入的時機與反應時間的不同, 可明顯看出澄清狀況不同

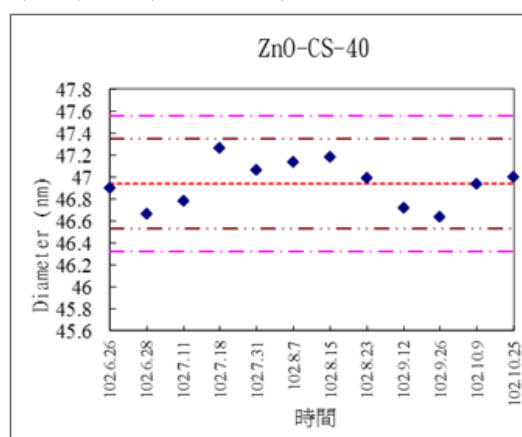


圖 1-25 b 長時間穩定度管制圖

(二) 奈米粒子比表面積量測系統建置, 量測範圍 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 至 $250 \text{ m}^2/\text{g}$; 量測系統不確定度 $\leq 5\%$ 。

由於儀器管路與感測器等, 皆安裝於儀器內部, 且不方便拆裝與更動。因此, 計劃藉由事先交由國家標準實驗室, 量測體積標準件、溫度計與標準壓力計等方法, 再透過間接比對與傳遞的方式, 利用外部接點與接管之方式, 間接進行儀器內部管路與感應器之校正。此方法, 使系統之體積、壓力與溫度等, 克服追溯鏈的傳遞瓶頸, 實現 SI 單位的追溯目的, 成為國內比表面積量測系統的原級系統。

(三) Zeta potential 儀器規格訂定、採購與組裝, 粒徑 $\leq 10 \text{ nm}$, 電位量測範圍(-200~+200) mV。

商用儀器之樣品槽與樣品座供電電極間無縫隙, 插入樣品槽後無法量測電源之訊號, 利用自行改造之樣品槽將電壓源導出, 即可使用數位電表進行對電壓源進行精準量測。搭配數據擷取軟體, 可將電表量測讀值紀錄於電腦, 以進行各項統計運算。

【待改善之處】

(一) 奈米粒子參考物質研製技術

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

(二) 奈米粒子比表面積量測系統建置。

比表面積測定使用壓汞法，氣體吸附法，和重量的方法。這些方法都具有相同的限制，它們僅可用於分析乾粉。然而，絕大多數產品，無論是在最後的狀態，或在某一生產階段，粒子常被分散在液體中。雖然乾粉的分析方法適合用來測試乾粉原料，但就無法不能提供顆粒被分散在液體中時之資料與數據等。到目前為止，這還沒有其他可以估算表面積粒徑測量或以吸附等溫線或滴定法測量。未來可規劃採用量測粒子在水溶液與特定磁場下之行為，推算粒子表面大小。粒子在液體中的表面接觸特性與塊材不同，也就是在磁場的變化下反應也不同，利用分析粒子核磁共振的收斂時間與加權計算，可直接取得表面積數值。未來計劃將此技術與 BET 方法等進行比較，未來將可提供業界校正與量測需要，未來可做為標準方法，並提供業界，如化妝品、藥品、生物樣品以及半導體原料等量測服務。

(三) 奈米粒子表面電位量測系統建置。

目前國際間尚無 Zeta 電位標準參考物質[1-11]，無法利用參考物質量測值判定系統的穩定性，需尋找其他方法以確認系統光路之對準程度及系統穩定度，或自行開發合適的查核樣品

【後續工作構想及重點】

(一) 奈米粒子參考物質建立及驗證方法：

根據 OECD((Organisation for Economic Co-operation and Development))與 ISO 的規

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

(二) 奈米粒子比表面積量測系統建置

計畫後續將於 FY103 所建立奈米粒子比表面積量測系統建置及不確定度評估，並進行儀器穩定度評估等，並開放對外校正服務。期望因而建立起跨範疇之統一標準和溝通語言，強化我國相關奈米技術應用在產業技術的發展。比表面積是判斷催化劑、吸附劑及其他多孔物質如石棉、礦棉、矽藻土及粘土類礦物工業利用的重要指標之一。石棉比表面積的大小，對它的熱學性質、吸附能力、化學穩定性、開棉程度等均有明顯的影響。固體有一定的幾何外形，借通常的儀器和計算可求得其表面積。但粉末或多孔性物質表面積的測定較困難，它們不僅具有不規則的外表面，還有複雜的內表面。通常稱每單位公克之固體所佔有的總表面積為該物質的比表面積(Specific Surface Area)。多孔物比表面積的測量，無論在科研還是工業生產中都具有十分重要的意義。一般比表面積大、活性大的多孔物，吸附能力強。以環境衛生與安全(Enviroment, Health and Safty, EHS)評估與環境暴露的研究者的角度來看，比表面積是接續粒徑大小另外一項重要的參數。在歐盟以及 ISO 等相關組織，已經開始討論，光定義奈米物質為 100 nm 以下是否充足之議題，主要是由於團聚以及樣本的形貌不規則等因素。因此，特定比表面積(60 m²/g)是否需要被列入，目前有許多研究投入，實驗不同的粒子材料特性再哪一個比表面積條件下，出現物理或化學的顯著改變，已經是國際上相當新穎且重要的研究之一，因為這關乎未來法規的訂定以及安全檢驗的標準規範等，因此，國內在這方面的標準也必須被建立，目前國內相關單位，如 TFDA，已經著手評估比表面積參數，做為檢驗與量測食品中的奈米成分的依據。另外，國內目前的比表面積儀器已經相當普遍，例如台灣大學、逢甲大學、台北科大、工業技術研究院與產業界等。儀器的代理商也有全華以及科榮等，主要服務的產業例如塗料業、紡織業、石化業、電子業以及新興太陽能電池等，皆有很大的使用量。

(三) 奈米粒子表面電位量測系統建置

於 FY103 年度完成奈米粒子表面電位量測系統建置及不確定度評估，同時也發展出穩定的查核樣品以監控量測系統之穩定度。目前規劃以 100 nm 聚苯乙烯球作為查核樣品，需尋找適當之樣品濃度、pH 值等，此外，也需尋找適當的樣品保存條件以延長查核驗的使用期限。預計使用自製查核樣品進行 Zeta 電位量測系統之重複性測試。

二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

【年度目標】

(一) 孔隙薄膜樣品參數量測標準系統建立及不確定度評估：

完成 X 射線孔隙反射儀薄膜量測系統中各參數之不確定度評估，並參考 ISO/IEC Guide 98-3:2008，分析各不確定度來源及擴充不確定度，制訂出本量測系統的校正與量測能力。同時，完成系統查驗，開始對外校正及測試服務。

由孔隙薄膜吸附(adsorption) / 脫附(desorption) 及遲滯曲線(hysteresis)，建立孔洞結構模型並理論計算孔隙百分比，可量得同片 Low-K 薄膜在不同氣體比例下的孔隙率 (0~30%飽和吸附時)。

Uncertainty 評估 (主要孔徑 pore size 量測範圍 $2\text{ nm}\pm 0.5\text{ nm}$ ，不確定度 $0.3 D$ ， D : pore size)

【本年度成果】

(一) 孔隙薄膜樣品參數量測標準系統建立

1.系統簡介

X 射線孔隙反射儀使用氣體吸附/脫附薄膜孔隙結構的原理，進行掠角反射量測。X 射線孔隙反射儀薄膜量測系統基本元件則包括一氣體流量設備 (MFC)、抽氣幫浦、快速退火裝置、X 射線源、高精度測角器、光束平行準直器、及偵測器。本章節將進一步解釋系統設備、量測原理及量測系統之追溯。

1.1 量測系統設備

由於待校薄膜為奈米等級，而一般空氣中的懸浮微粒多為微米等級，為確保樣本不受大氣中懸浮微粒以及人體毛髮中散落的影響，本校正在無塵室中進行。要進入無塵室則必須先穿戴好網帽、口罩、無塵衣帽、無塵室專用鞋以及用完即丟的塑膠手套，然後通過空氣洗淨室將無塵衣上附著的微粒以空氣流洗淨，才可進入薄膜校正實驗室。

X 射線孔隙反射儀薄膜量測系統包括掠角 X 射線反射儀、氣體流量控制系統、快速加熱器、抽氣幫浦及孔隙薄膜測試片 (孔徑尺寸標稱值 2 nm)，其詳細資料如廠牌、型號、序號等列於表 2-1。其中掠角 X 射線反射儀又可細分為 X 光管、高壓電源供應器、測角儀系統 (Cradle/ Anton Paar goniometer)、光學模組、偵測器 (Xe 比例計數器) 及操作軟體等，整體結構如圖 2-1 所示。量測儀器置放於隔離罩中，防止輻射外洩，並且安全門可感應 Shutter 開關，當停止量測掃瞄時，Shutter 立即關閉以擋住 X-ray Source，此時才可開門置換試片或更改光學元件設置。

掠角 X 射線反射儀是利用外加電壓產生陰極高速電子 (Accelerating electron) 撞擊陽極銅靶產生軔致輻射 (Bremsstrahlung effect)，此連續光譜亦具有陰極金屬材料被激發內部電子產生的特定波長 (Characteristic K line)。銅靶在受到撞擊時會產生高熱，因此必須藉由冷卻水降溫，以保護 X 光管。本量測儀器所使用的冷卻水為廠務水，每次使用此儀器，必須先觀察冷卻水流量是否介於 4.5 kg 至 5 kg ，如流量不足時，需檢視是否廠務水有

雜質阻塞水管，或儀器電磁閥損耗，應避免強行開機使用。

輻射安全之注意事項，請參照“實用游離輻射防護 B [2-1]”及“薄膜量測系統校正程序-X 射線儀 [2-2]”。

表 2-1 校正系統儀具規格一覽表

儀器名稱	廠牌	型號	序號	數量	規格	備註
X 射線反射儀	PANalytical	X'PERT PRO	DY220 1	1 台	特徵輻射波長：CuK α 0.154 nm	儀器
快速加熱器	Anton Paar	TCU-200	--	1 台	大氣加熱：1000 °C	儀器
氣體流量控制器	Protec	PC-540	--	1 台	氣體流量：500 sccm	儀器
SiOCH 孔隙薄膜	MSED	PM-1	2200A	1 片	孔徑尺寸：2 nm	查核件

1.2 量測系統示意圖

本 X 射線孔隙反射儀量測架構如圖 2-1 所示。利用原有的 X 射線反射儀原理配合密閉腔體通以不同的氣體比例，薄膜中的孔洞將產生吸附及脫附氣體的物理機制變化，氣體比例越增加則整體薄膜密度越大，藉由量測薄膜密度 (Critical angle) 的差異可以進一步計算孔徑尺寸 [2-5~2-7]。

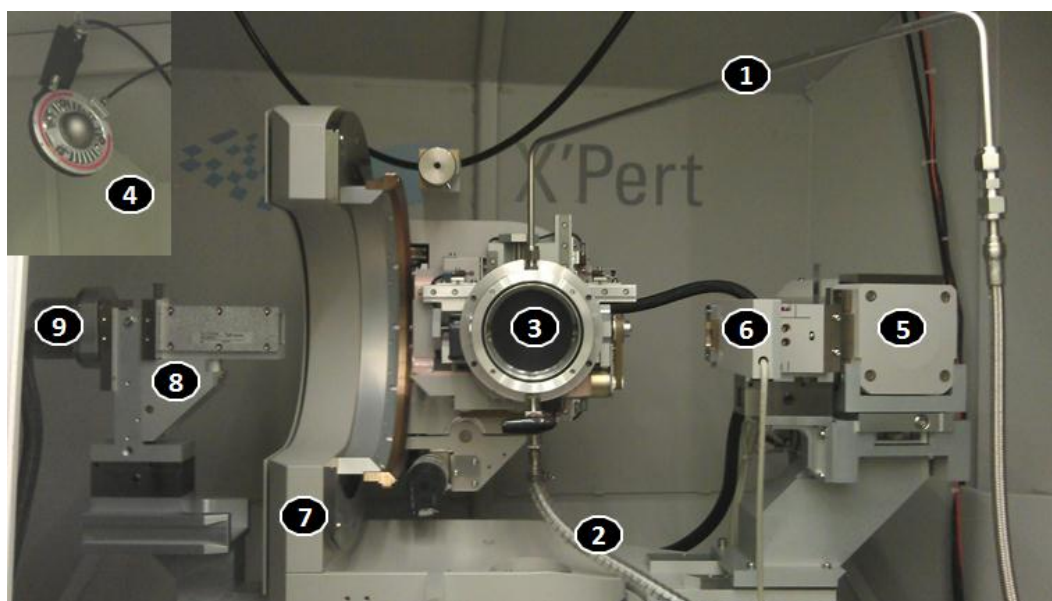


圖 2-1 X 射線孔隙反射儀量測架構示意圖

- (1). 組裝氣體流量設備 (MFC)；外接 N₂ 氣體做 Carrier Gas
- (2). 加裝抽氣乾式幫浦
- (3). 可密閉式且具有 Kapton-window 之 chamber (減少對 X-ray 吸收)
- (4). 快速加熱裝置 (DHS 1100, Anton Paar)

- (5).X 光源管 (X-ray Tube)
- (6).Mirror (with Monochromator)
- (7).高精度測角器 (High Resolution Goniometer)
- (8).光束平行準直器 (Parallel Plate Collimator)
- (9).偵測器 (Detector)

1.3 量測原理

量測原理為通入有機氣體甲苯，控制與空氣混和的氣體比例，薄膜中的孔洞將做吸附及脫附氣體的物理機制，甲苯氣體比例越增加則整體薄膜密度越大，量測分析薄膜密度 (Critical angle) 的差異，其原理如方程式 (2.1.1) 及 (2.1.2) 所示，其中 ρ_{vac} (空氣中的薄膜密度)、 ρ_{vap} (混和氣體中的薄膜密度) 為量測所得， $\rho_{toluene}$ (溶劑質量密度) 為已知，以方程式 (2.1.1) 及 (2.1.2) 即可計算出 ϕ (孔隙率, %) 及 ρ_{film} (薄膜本體的平均密度)。薄膜飽和吸收時與空氣中未吸收時的差異可得到一孔隙率 (Porosity)：

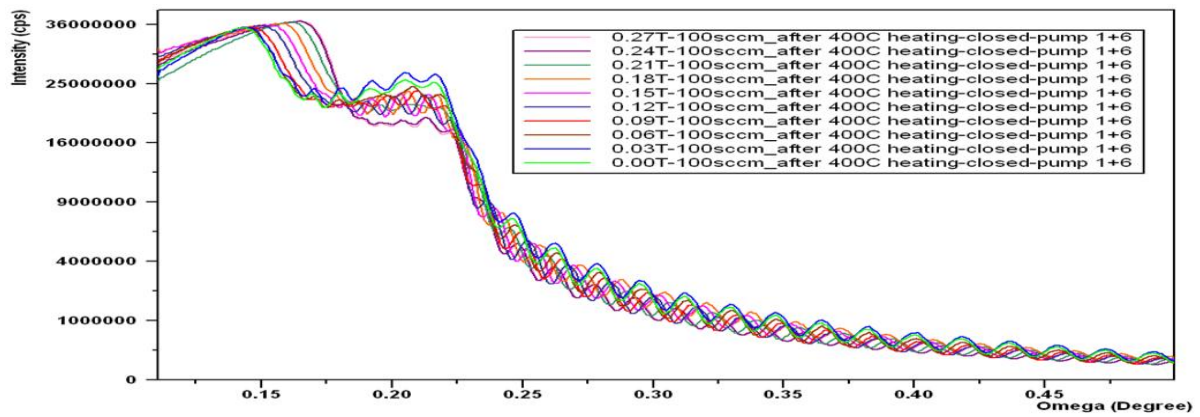
$$\rho_{vac} = \rho_{film}(1 - \phi) \quad (2.1.1)$$

$$\rho_{vap} = \rho_{film}(1 - \phi) + \rho_{toluene}\phi \quad (2.1.2)$$

薄膜吸附氣體的過程中，不同氣體比例至飽和吸附時的薄膜密度數值 (約 6~10 點) 曲線，以高斯函數 (Gauss function) 對此薄膜密度曲線做函數擬合 (Curve fitting)，再經過 Kelvin's equation 轉換氣體比例，以孔徑尺寸表示，即得孔徑尺寸分佈圖 (Pore size distribution)。

對於多孔性薄膜而言，藉由量測多孔性薄膜分別在不同混和氣體比例之薄膜質量密度變化 (由 XRR 量測的 Critical angle 來決定，圖 2-2 (a) 吸附曲線及 (b) 脫附曲線，分別在不同的甲苯氣體比例下進行)，可分析孔洞尺寸達 2 nm 以下。將量測數據以 XRR 商用分析軟體分析個別氣體比例下的薄膜密度，圖 2-3 可以看出，隨著甲苯氣體比例越高，薄膜整體密度也越高，同時將氣體脫附實驗與當次的氣體吸附實驗比較，針對試片 #1 顯示無明顯遲滯現象 (Hysteresis loop)，表示此多孔性薄膜具有獨立孔洞分佈的奈米孔洞結構。

(a)



(b)

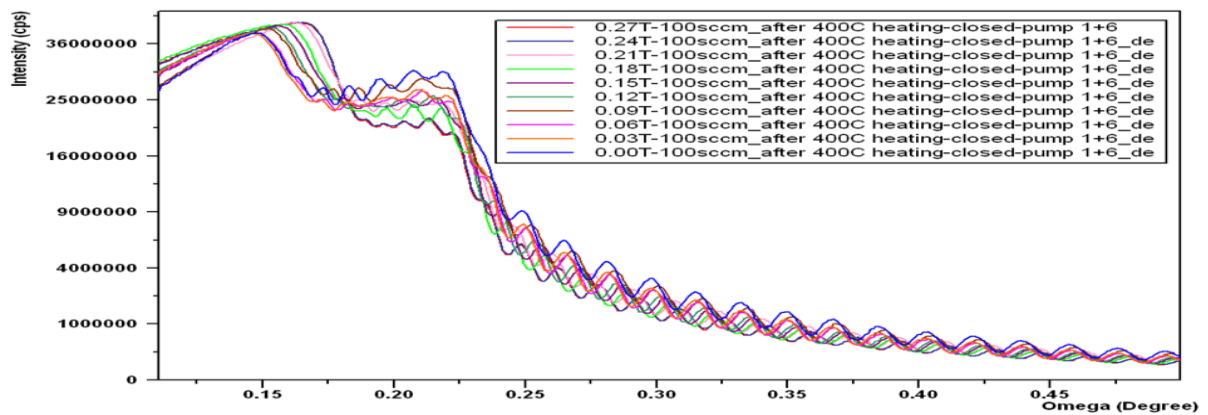


圖 2-2 多孔性薄膜的氣體吸附曲線 (a) 及氣體脫附曲線 (b)

註：混和甲苯氣體比例由 0 % 到 27 % ，薄膜即達到飽和吸附狀態

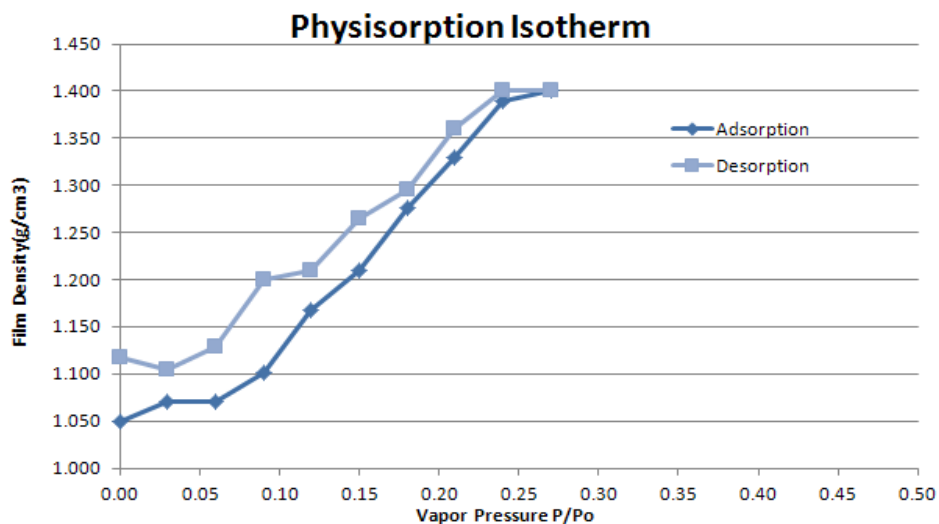


圖 2-3 多孔性薄膜吸附/脫附氣體曲線造成的遲滯現象 (Hysteresis loop)

註：圖中顯示此薄膜為均勻分佈的獨立孔洞

將個別氣體比例 (x 軸) 下的一連串薄膜密度值 (y 軸) 做高斯函數 (Gauss function) 曲線模擬分析 (Curve fitting)，並配合 Kelvin's equation (3)，一大氣壓與實驗恆溫狀態下，

將氣體比例 (p/p_o) 以孔徑大小 (r_c) 轉換，如下所示：

$$r_c = \frac{2V_m\gamma}{RT} \frac{1}{\ln(p/p_o)} \quad (2.1.3)$$

$$PV = nRT \quad (2.1.4)$$

式 (2.1.3): V_m 為 Molar volume (m³/mol)、 γ 為 Surface tension (N/m)、 R 為 Gas constant (N·m/mol·K)、 T 為 Absolute temperature (K) 及 p/p_o 為氣體分壓比例。式 (2.1.4): V 為 Chamber capacity (m³)、 p 為 Pressure (N/m²)、 n 為 Gas moles (mol)，由於一大氣壓、腔體體積固定與實驗室恆溫狀態下， $p \propto n$ ，因此原式 (2.1.3) 的氣體分壓可表示成氣體莫耳數比，即氣體流量比例。

X-ray Porosimetry 使用較小流量 (共 1000 sccm) MFC 重複實驗 (先以 400 °C 加熱試片，以去除殘留溶劑)，完成 Alignment procedure 後，逐步調升甲苯氣體比例 (3% ~ 5%)，每次改變甲苯氣體比例時，需通氣約 2 min 使腔體內的氣體比例達到平衡 (從頭到尾，連接 pump 的閥門保持開啟，持續抽氣)。實驗結果 (Reflectivity curve) 顯示通入 24% ~ 30% 甲苯即薄膜飽和吸附狀態，此時的孔隙率 (Porosity) 約為 38% ~ 40%；另外，若進行薄膜脫附氣體實驗，與吸附氣體曲線則可形成一遲滯曲線 (Hysteresis loop, 圖 2-3)，越小則表示多孔性薄膜的孔洞多為獨立分佈，再者，孔徑尺寸的高斯函數分佈主峰在 1.2 nm (Diameter)，因此本查核片為奈米孔洞獨立分佈之薄膜 (Nano-size distributed pores)。

本量測方程式主要依據 Kelvin's equation 式 (2.1.3) 所示，主要的不確定度來源之一即 p/p_o ，又根據式 (2.1.4) 的物理意義，當一大氣壓且一絕對溫度下，固定氣體通量的腔體中可觀察到壓力 p 與氣體莫耳數 n 成正比，因此分壓比亦可簡單表示為通入氣體的比例。通氣比例的不同將造成薄膜內部吸附的甲苯氣體分子數目不同，因此亦與 X-ray 量得的薄膜質量密度有關，連續變化的薄膜密度隨甲苯氣體比例增加而增加，此累加至薄膜飽和吸附的曲線可假設為高斯函數的倒置，因此將薄膜密度隨氣體比例的變化以高斯函數式 (2.1.5) 或方程式 (2.1.6) 表示，為第一個輔助方程式。

$$y = y_o + \left(\frac{A}{w\sqrt{\pi/2}}\right) \times \exp\left((-2) \times \left(\frac{p/p_o}{w}\right)^2\right) \quad (2.1.5)$$

$$p/p_o = \sqrt{\frac{w^2}{2} \times \ln\left(\frac{w\sqrt{\pi/2}}{A} (y - y_o)\right)} \quad (2.1.6)$$

其中 r_c 為 Pore size (nm)、 V_m 為 Molar volume (m³/mol)、 γ 為 Surface tension (N/m)、 R 為 Gas constant (N·m/mol·K)、 T 為 Absolute temperature (K)；高斯函數方程式 (Gauss function) 根據曲線擬合 (Curve fitting) 求得的四個參數分別表示之物理意義如下：寬度 w 與積分面積 A 由氣體吸附速率決定 (Hysteresis loop)、 y_o 為薄膜飽和吸附時的薄膜密度 (g/cm³)、 x_c 為腔體通氣前的甲苯/空氣氣體比例 (一大氣壓空氣， $x_c=0$)，高斯函數對應的參數如圖 2-4 所示。

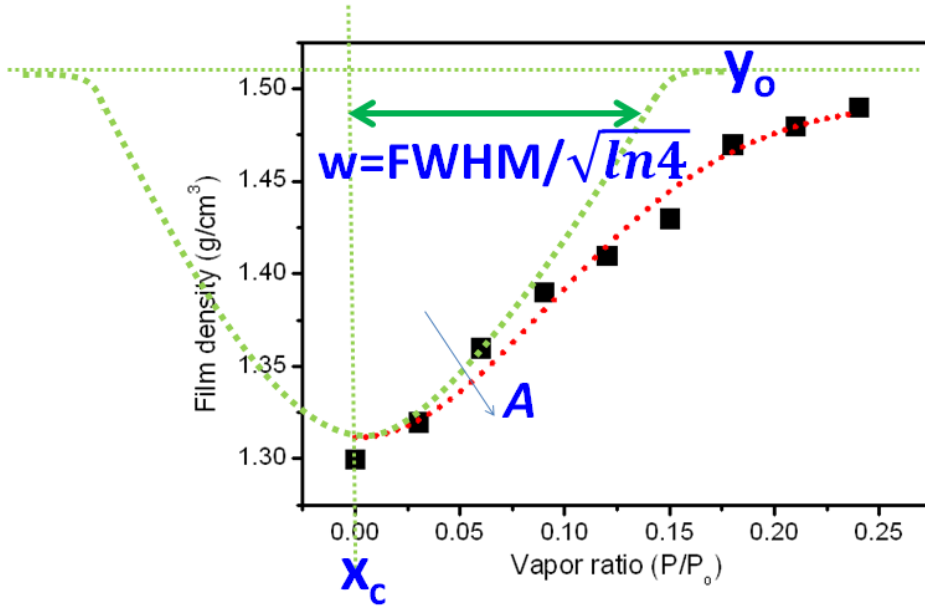


圖 2-4 高斯函數方程式根據曲線擬合得到的四個參數 (w 、 A 、 y_0 及 x_c) 之相對應圖形位置

利用 X 射線孔隙反射儀量測多孔性薄膜時，藉由薄膜上下二介面的反射干涉訊號強度以及相對於 X 光入射角的關係，薄膜質量密度與偵測 X 光電子密度的基本原理可由 (2.1.7) 至 (2.1.9) 式轉換，當 X 射線進入物體表面時，於非常小角度 (掠角) 時產生全反射，此臨界角的物理意義即表示薄膜的電子密度：

$$n = 1 - \delta - i\beta = \cos(\theta_c) \cong 1 - \frac{\theta_c^2}{2} \quad (2.1.7)$$

$$\delta = \frac{e^2 n_e}{2\epsilon_0 m (2\pi)^2} \lambda^2 = \frac{r_0 \lambda^2}{2\pi} \times n_e \quad (2.1.8)$$

$$\theta_c = \sqrt{2\delta} = \sqrt{\frac{r_0 \lambda^2}{\pi} \rho_e} \quad (2.1.9)$$

其中， n 是折射率， δ 是能量發散 (Dispersion)， β 是能量吸收 (Absorption)。當頻率遠大於原子的共振頻率， δ 可以式 (8) 表示。假設零能量吸收 (Absorption free) $\beta = 0$ ，且空氣折射率為 $n_{air} = 1$ ，薄膜折射率為 $n = 1 - \delta$ 。以 XRR 軟體分析，經最小平方法分析，則薄膜電子密度亦可由 (2.1.10) 式轉換成薄膜質量密度 y ，將式 (2.1.10) 代入式 (2.1.9)，可得到薄膜質量密度與 X 光角度及波長的關係，如式 (2.1.11) 所示，為第二個輔助方程式：

$$y = \rho_e \sum \frac{A_i}{n_i Z_i N_a} \quad (2.1.10)$$

$$y = \frac{\pi \theta^2}{r_0 \lambda N_a} \sum \frac{A_i}{n_i Z_i} \quad (2.1.11)$$

其中， p_e 為薄膜電子密度 (e^-/cm^3)、 y 為薄膜質量密度 (g/cm^3)、 θ 為繞射光角度 ($^\circ$)、 N_a 為 Avogadro's number、 $n_i Z_i$ 為總原子數、 A_i 為原子質量 (g)、 Q_c 為波數、 λ 為 X 光波長 (m)、 r_o 為電子雲軌域半徑 (m)。

綜合所述，薄膜質量密度隨甲苯氣體比例增加亦增加，因此以高斯函數方程式進行薄膜密度曲線擬合，如式 (2.1.5) 所示，接著將兩兩函數相減 (表示為 $(y_{n+1}-y_n)$)，即表示個別氣體比例 (變數 p/p_o) 下的薄膜甲苯吸附量 (Toluene uptake, g/cm^3)，配合 Kelvin's equation (2.1.3) 做氣體比例與孔徑尺寸的轉換，因此函數 $(y_{n+1}-y_n)$ 轉換為各氣體比例下的孔徑尺寸分佈 (Pore size distribution)，如圖 2-5 所示。

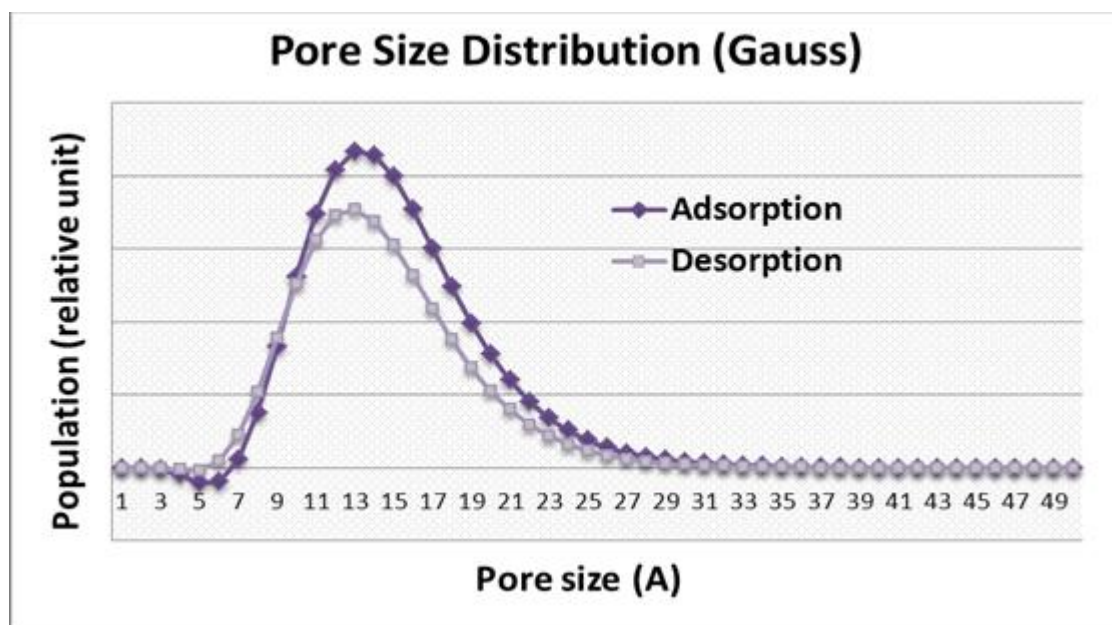


圖 2-5 孔徑尺寸分佈圖 (Pore size distribution)

註：分別以吸附和脫附曲線做高斯函數擬合得到孔徑尺寸分佈圖

1.4 量測系統追溯圖

X 射線孔隙反射儀之追溯同 X 射線反射儀薄膜量測系統之不確定度的傳遞，其路徑如圖 2-6 所示。國家標準實驗室使用 X 射線反射儀薄膜量測系統配合氣體流量控制系統，提供客戶或業界使用之孔隙薄膜測試片校正追溯服務。X 射線反射儀薄膜量測系統之追溯可依量測原理，角度部份追溯至 SI units 的角度標準。X 射線反射儀波長之追溯，以量測 NIST SRM1990 Ruby sample 之量測結果來做不確定度的評估 [2-5]。

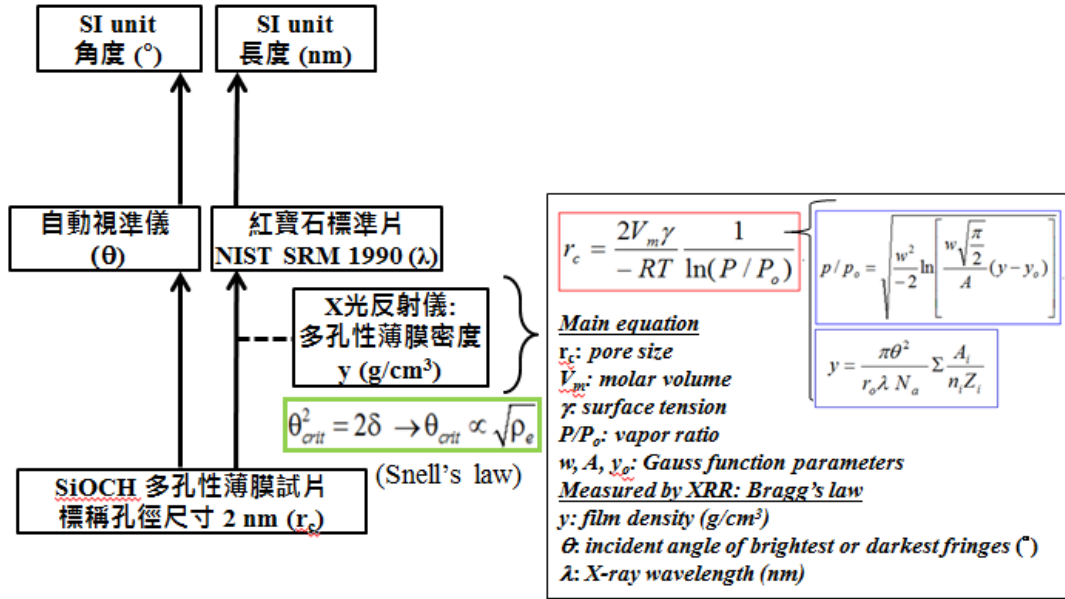


圖 2-6 以 X 射線孔隙反射儀量測薄膜孔徑尺寸之追溯圖

(二) 不確定度評估

2. 不確定度分析程序

2.1 建立量測數學模式

本 X 射線孔隙反射儀量測系統之主要量測方程式可表示如下：

$$r_c = \frac{2V_m \gamma}{-RT \ln(P/P_o)} \quad (2.2.1)$$

此外，由於利用 X 射線孔隙反射儀量測多孔性薄膜時，是藉由量得的薄膜電子密度轉換成薄膜質量密度，間接轉換成孔徑尺寸，因此包含兩個輔助方程式，表示如下：

$$p/p_o = \sqrt{\frac{w^2}{2} \ln \left[\frac{w \sqrt{\frac{\pi}{2}}}{A} (y - y_o) \right]} \quad (2.2.2)$$

$$y = \frac{\pi \theta^2}{r_o \lambda N_a} \sum \frac{A_i}{n_i Z_i} \quad (2.2.3)$$

考慮量測過程中因重複性誤差所造成的修正量 Δd_r ，由於重複性誤差是隨機產生， Δd_r 之期望值為 0，故實際上不以 Δd_r 進行孔隙尺寸量測結果數據之修正，也就是假設 Δd_r 為 0。但重複性誤差卻會導致量測結果的不確定度，為了合理估計此因素所造成之不確定度，將主要量測方程式 (2.1.1) 改寫成式 (2.2.4)，以適當表達影響不確定度之重要參數。

$$r_c = \frac{2V_m\gamma}{-RT} \frac{1}{\ln(P/P_o)} + \Delta d_r \quad (2.2.4)$$

主要量測方程式 (2.2.4) 綜合兩個輔助方程式 (2.2.2) 及 (2.2.3)，可知量測方程式的參數包括 λ 、 θ 、 p/p_o 及 Δd_r ，假設參數間互相獨立。依據國際標準組織 (ISO) 所發行的 ISO/IEC Guide 98-3:2008，組合標準不確定度 $u_c(r_c)$ 可由式 (2.2.5) 得出。

$$\begin{aligned} u_c^2(r_c) &= \sum_{i=1}^6 \left(\frac{\partial r_c}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i) \\ &= \left(\frac{\partial r_c}{\partial \lambda}\right)^2 u^2(\lambda) + \left(\frac{\partial r_c}{\partial \theta}\right)^2 u^2(\theta) \\ &\quad + \left(\frac{\partial r_c}{\partial \frac{P}{p_o}}\right)^2 u^2\left(\frac{P}{p_o}\right) + \left(\frac{\partial r_c}{\partial \Delta d_r}\right)^2 u^2(\Delta d_r) \end{aligned} \quad (2.2.5)$$

其中，

$$\frac{\partial r_c}{\partial \lambda} = \left(\frac{\partial y}{\partial \lambda}\right) \times \left(\frac{\partial \frac{P}{p_o}}{\partial y}\right) \times \left(\frac{\partial r_c}{\partial \frac{P}{p_o}}\right) \quad (2.2.6)$$

$$\frac{\partial r_c}{\partial \theta} = \left(\frac{\partial y}{\partial \theta}\right) \times \left(\frac{\partial \frac{P}{p_o}}{\partial y}\right) \times \left(\frac{\partial r_c}{\partial \frac{P}{p_o}}\right) \quad (2.2.7)$$

$$\frac{\partial r_c}{\partial \frac{P}{p_o}} = \frac{2V_m\gamma}{RT} \left(\ln\left(\frac{P}{p_o}\right) \right)^{-2} \left(\frac{1}{P/p_o} \right) \quad (2.2.8)$$

$$\frac{\partial r_c}{\partial \Delta d_r} = 1 \quad (2.2.9)$$

式 (2.2.5) 中 $u_c(r_c)$ 為孔徑大小 (r_c) 之組合標準不確定度， $u(\lambda)$ 為 X 射線波長 (λ) 之標準不確定度， $u(\theta)$ 為繞射光角度 (θ) 之標準不確定度， $u(p/p_o)$ 為氣體比例 (p/p_o) 之標準不確定度， $u(\Delta d_r)$ 為重複性誤差修正量之標準不確定度。式 (2.2.6) 至式 (2.2.9) 為計算靈敏係數時得到的微分方程式，於評估不確定度因子時，將分別帶入微分值，即得到靈敏係數。

2.2 各項要因分析

依據主要量測分析方程式和輔助方程式做不確定度分析，X 射線波長、繞射光角度及氣體比例等為直接影響量測之重要因子，其中，繞射光角度之不確定度來源為測角儀系統之樣本支撐角度與偵測器角度。此外，待校件與人員操作等均會影響量測系統的不確定度及精確性，此部分的誤差係隨機產生，以重複進行校正來評估此類型誤差可能造成的不確定度。X 射線孔隙反射儀薄膜量測系統之不確定度主要因素將一一分析如下：

2.2.1 X射線波長 (λ) 之標準不確定度， $u(\lambda)$

X 射線波長是經由銅靶激發 [2-6]，激發的波長分布如圖 2-7， K_α 特徵理論位置的波長為 0.1541 nm。我們藉由量測 NIST SRM 1990 得到 K_α 的峰值角度位置如圖 2-8，實際量測結果如表 2-2，和 NIST 相對應之峰值角度位置比較，來評估 X 射線波長的變異。其比較方程式為式 (2.2.10)，

$$\frac{\lambda_{CMS}}{\lambda_{NIST}} = \frac{\cos(\theta_{CMS})}{\cos(\theta_{NIST})} \quad (2.2.10)$$

由於量測結果得知我們的 K_α 波長為 0.1537 nm，和 NIST 的 K_α 波長差為 $\Delta\lambda = 0.000372$ nm，假設呈矩形分布，標準不確定度 $u(\lambda)$ 為 $\frac{3.72 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 2.15 \times 10^{-4}$ nm。

由量測方程式 (2.2.3)，討論其標準不確定度 $u(\lambda)$ 及靈敏係數。由式 (2.2.3) 對波長的變異

微分 $\frac{\partial y}{\partial \lambda} = -\frac{\pi\theta^2}{r_o N_a \lambda^2} \sum \frac{A_i}{n_i Z_i}$ ，代入 $\lambda = 1.537 \times 10^{-8}$ cm、 $\theta = 1.2^\circ$ 、 $r_o = 2.82 \times 10^{-15}$ m 及

$N_a = 6.02 \times 10^{23}$ ，則 $\frac{\partial y}{\partial \lambda}$ 為 65.70 g/cm⁴；再由式 (2.2.2) 對 y 薄膜密度的變異微分

$$\frac{\partial \left(\frac{p}{p_o}\right)}{\partial y} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{w^2}{2}} \left(\ln \frac{w \sqrt{\frac{\pi}{2}}}{A} (y - y_o) \right)^{-\frac{1}{2}} \frac{1}{(y - y_o)}$$

，代入薄膜甲苯吸附量最大時 (Toluene uptakemax) 及薄膜飽和吸附時的密度，分別為 $y = 1.45$ g/cm³ 及 $y_o = 1.52$ g/cm³ 與高斯分佈常數 $w = 0.17$ 、 $A = -0.05$ (由氣體吸附速率決定 (Hysteresis loop)) 與 $x_c = 0$ (大氣量測下，

腔體通氣前的甲苯/空氣氣體比例)，則 $\frac{\partial \left(\frac{p}{p_o}\right)}{\partial y}$ 為 0.78 cm³/g；最後以主要量測方程式 (2.2.4)

對薄膜密度的變異微分 $\frac{\partial r_c}{\partial \left(\frac{p}{p_o}\right)} = \frac{2v_m \gamma}{RT} \left(\ln \left(\frac{p}{p_o} \right) \right)^{-2} \left(\frac{1}{\frac{p}{p_o}} \right)$ ，代入薄膜甲苯吸附量最多時

(Toluene uptakemax) 對應的氣體比例及其他氣體常數，分別為 $\frac{p}{p_o} = 0.11$ (薄膜甲苯吸附量

最大時)、 $v_m = 1.065 \times 10^{-4}$ m³/mole (甲苯氣體的 Molar volume)、 $\gamma = 0.0284$ N/m (甲苯溶劑的 Surface tension)、 $R = 8.314$ J/(mole·K) (Gas constant)、 $T = 296$ K (Absolute

temperature), 則 $\frac{\partial r_c}{\partial \left(\frac{P}{P_o}\right)}$ 為 4.59×10^{-7} cm。綜合三項微分方程:即

$$\frac{\partial y}{\partial \lambda} \times \frac{\partial \left(\frac{P}{P_o}\right)}{\partial y} \times \frac{\partial r_c}{\partial \left(\frac{P}{P_o}\right)} = \frac{\partial r_c}{\partial \lambda} = 2.35 \times 10^{-5}$$

，所以得到靈敏係數為 2.35×10^{-5} 。本項之不確定

度是取自與 NIST K_{α} 波長之差異，估計其相對不確定性為 10%，則可得自由度 $\nu(\lambda)$ 為 50。

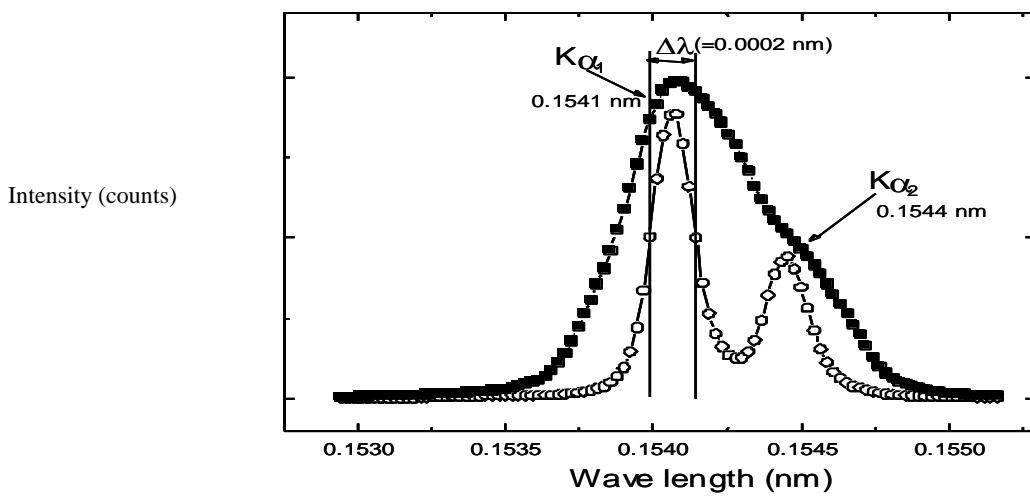


圖 2-7 X 射線頻譜分析

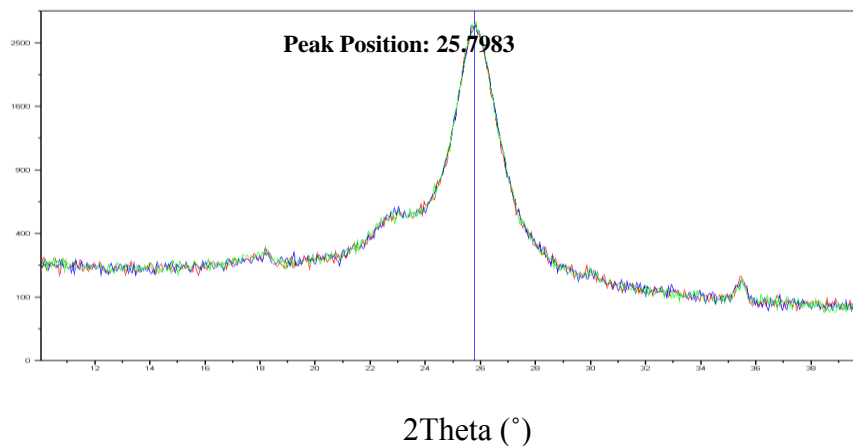


圖 2-8 NIST SRM 1990 量測結果

表 2-2 K_a 的峰值角度位置實測

日期	07-11-29	07-11-30-1	07-11-30-2	07-11-30-3	07-12-4		
1	25.7983	25.8383	25.7683	25.7583	25.7683		
2	25.7983	25.8583	25.7783	25.7683	25.7783		
3	25.7983	25.8683	25.7683	25.7583	25.7783	Average(°)	Std(°)
平均值(°)	25.7983	25.8550	25.7716	25.7616	25.7750	25.8550	0.03752
標準差(°)	0.0000	0.01528	0.0058	0.0058	0.0058		

2.2.2 繞射光角度 (θ) 之標準不確定度, $u(\theta)$

繞射光角度 (θ) 之不確定度係來自於測角儀系統之樣本支撐角度 (ω) 與偵測器角度 ($2\theta_i$)。繞射光角度 (θ) 之標準不確定度 $u(\theta)$ 可由 $u(\theta) = \sqrt{u^2(\omega) + u^2(2\theta_i)}$ 計算得出。

(i) 樣本支撐角度 (ω) 之標準不確定度, $u(\omega)$

樣本支撐角度校正 (ω) 的不確定度, 是由角度測試報告而得, 報告編號 10207C00876。根據工研院量測中心長度研究室所發行的測試報告 10207C00876, ω 的量測擴充不確定度為 0.0009° , 其涵蓋因子為 2.00, 自由度為 60。所以, $u(\omega) = 0.00045^\circ$ 。

(ii) 偵測器角度 ($2\theta_i$) 之標準不確定度, $u(2\theta_i)$

偵測器角度校正 ($2\theta_i$) 的不確定度, 亦由角度測試報告而得, 報告編號 10207C00876。根據工研院量測中心長度研究室所發行的測試報告 10207C00876, $2\theta_i$ 的量測擴充不確定度為 0.0005° , 其涵蓋因子為 2.00, 自由度為 60。所以, $u(2\theta_i) = 0.00025^\circ$ 。

綜上所述, 可計算出繞射光角度 (θ) 之標準不確定度 $u(\theta)$,

$$u(\theta) = \sqrt{u^2(\omega) + u^2(2\theta_i)} = 0.000515^\circ。 \text{ 自由度為 } \nu(\theta) = \frac{u^4(\theta)}{\frac{u^4(\omega)}{\nu(\omega)} + \frac{u^4(2\theta_i)}{\nu(2\theta_i)}} = 93。$$

由量測方程式 (14) 討論標準不確定度 $u(\theta)$ 的靈敏係數。由式 (2.2.3) 對角度的變異微分 $\frac{\partial y}{\partial \theta} = -\frac{2\pi\theta}{r_o N_a \lambda} \sum \frac{A_i}{n_i Z_i}$, 代入 $\lambda = 1.537 \times 10^{-8}$ cm、 $\theta = 1.2^\circ$ 、 $r_o = 2.82 \times 10^{-15}$ m 及 $N_a = 6.02 \times 10^{23}$, 則 $\frac{\partial y}{\partial \theta}$ 為 5.91×10^{-3} g/(°·cm³); 再由式 (2.2.2) 對 y 薄膜密度的變異微分

$$\frac{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)}{\partial y} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{w^2}{2}} \left(\ln \frac{w \sqrt{\frac{\pi}{2}}}{A} (y - y_o) \right)^{-\frac{1}{2}} \frac{1}{(y - y_o)}, \text{ 代入薄膜甲苯吸附量最大時 (Toluene}$$

uptakemax) 及飽和吸附時的密度，分別為 $y=1.45 \text{ g/cm}^3$ 及 $y_o=1.52 \text{ g/cm}^3$ 與高斯分佈常數 $w=0.17$ 、 $A=-0.05$ (由氣體吸附速率決定 (Hysteresis loop)) 與 $x_c=0$ (一大氣壓量測下，腔

體通氣前的甲苯/空氣氣體比例)，則 $\frac{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)}{\partial y}$ 為 $0.78 \text{ cm}^3/\text{g}$ ；最後以主要量測方程式 (2.2.4)

$$\text{對薄膜密度的變異微分 } \frac{\partial x_c}{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)} = \frac{2v_m \gamma}{RT} \left(\ln\left(\frac{p}{p_o}\right) \right)^{-2} \left(\frac{1}{p/p_o} \right), \text{ 代入薄膜甲苯吸附量最多時}$$

(Toluene uptakemax) 對應的氣體比例及其他氣體常數，分別為 $\frac{p}{p_o}=0.11$ (薄膜甲苯吸附量

最大時)、 $v_m=1.065 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{mole}$ (甲苯氣體的 Molar volume)、 $\gamma=0.0284 \text{ N/m}$ (甲苯溶劑的 Surface tension)、 $R=-8.314 \text{ J}/(\text{mole} \cdot \text{K})$ (Gas constant)、 $T=296 \text{ K}$ (Absolute

temperature)，則 $\frac{\partial x_c}{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)}$ 為 $4.59 \times 10^{-7} \text{ cm}$ 。綜合三項微分方程式：即

$$\frac{\partial y}{\partial \theta} \times \frac{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)}{\partial y} \times \frac{\partial x_c}{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)} = \frac{\partial x_c}{\partial \theta} = 2.12 \times 10^{-9} \text{ cm}/^\circ = 0.0212 \text{ nm}/^\circ, \text{ 得到靈敏係數為 } 0.0212 \text{ nm}/^\circ。$$

2.2.3 氣體比例 (p/p_o) 之標準不確定度， $u(p/p_o)$

通氣時氣體比例的不確定度，是由熱質量式流量計校正報告而得，報告編號 F130194 及 F1301945 (兩支氣體流量計)。孔隙薄膜的量測環境為一密閉腔體內，因此通入氣體比例會對量測不確定度造成一定影響。以主要量測方程式 (2.2.4) 對薄膜密度的變異微分

$$\frac{\partial x_c}{\partial\left(\frac{p}{p_o}\right)} = \frac{2v_m \gamma}{RT} \left(\ln\left(\frac{p}{p_o}\right) \right)^{-2} \left(\frac{1}{p/p_o} \right), \text{ 代入薄膜甲苯吸附量最多時 (Toluene uptakemax) 對}$$

應的氣體比例及其他氣體常數，分別為 $\frac{p}{p_o}=0.11$ (薄膜甲苯吸附量最大時)、 $v_m=$

$1.065 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{mole}$ (甲苯氣體的 Molar volume)、 $\gamma=0.0284 \text{ N/m}$ (甲苯溶劑的 Surface

tension)、 $R=-8.314 \text{ J}/(\text{mole} \cdot \text{K})$ (Gas constant)、 $T=296 \text{ K}$ (Absolute temperature)，則 $\frac{\partial x_c}{\partial(p/p_o)}$

為 $4.5866 \times 10^{-7} \text{ cm}$ ，即靈敏係數為 4.5866 nm 。根據國家度量衡標準實驗室所發行的校正

報告 F130194 及 F130195，儀器流率為 $10 \text{ cm}^3/\text{min}$ 以下的量測擴充不確定度為 5.7 % 和 5.8 %，同時通入流量，取較大值 5.8 % 為主要擴充不確定度，其涵蓋因子為 1.98，自由度為 120。所以， $u(p/p_o) = 0.029$ 。

2.2.4 重複性量測誤差修正量 (Δd_r) 之標準不確定度， $u(\Delta d_r)$

孔隙薄膜標準片孔徑尺寸量測之重複性不確定度評估，皆針對孔隙薄膜標準片 MSED/PM-1/2200A 從 0 % 到氣體飽和吸附 (約 24 %) 的情況下，分別在不同氣體比例百分比下連續量得不同薄膜密度，接著進行高斯函數 (Gauss function) 模擬分析。每次校正，分 3 天量測，每天進行 1 次量測，以 3 次量測結果之平均值作為校正結果，重複執行 10 組量測，共有 30 個量測數據。以變異數分析 (ANOVA) 進行組間與組內變異之分析，利用 F 檢定進行組間平均值是否相等的檢定，再依據分析結果決定重複性不確定度之估算方式。

$$F = \frac{ns_x^2}{s_p^2} = \frac{3 \times (0.0685 \text{ nm})^2}{(0.0949 \text{ nm})^2} = 1.56 \quad \nu_B = 9; \nu_E = 20$$

$$F = 1.56 < F_{0.05}(9,20) = 2.39$$

由上述 ANOVA 分析之 F 檢定結果顯示，當顯著水準為 0.05 時，組間差異不顯著，表示各組之量測平均值並無顯著差異，結果彙整如表 2-3。由於各組之平均值並無顯著差異，採取不分組的方式計算所有 30 個數據的標準差 s_{total} ，以此標準差來計算重複性誤差修正量的標準不確定度。因每次校正結果係取 3 次量測之平均值，重複性的標準不確定度為 $u(d_r) = s_{total} / \sqrt{3} = 0.103 / \sqrt{3} = 0.0595 \text{ nm}$ ，由於標準差 s_{total} 係由 30 個數據所計算得出，故標準不確定度之自由度為 29。

表 2-3 孔隙薄膜試片甲苯吸附曲線的孔徑尺寸重複性量測結果

組別	第一天	第二天	第三天	平均值	標準差
	(nm)	(nm)	(nm)	(nm)	(nm)
1st	1.1	1.0	1.2	1.1	0.10
2nd	1.3	1.3	1.2	1.3	0.06
3rd	1.2	1.0	1.2	1.1	0.12
4th	1.3	1.4	1.2	1.3	0.10
5th	1.1	1.2	1.3	1.2	0.10
6th	1.1	1.1	1.3	1.2	0.12
7th	1.1	1.2	1.1	1.1	0.06
8th	1.2	1.1	1.1	1.1	0.06
9th	1.0	1.1	1.2	1.1	0.10
10th	1.2	1.0	1.2	1.1	0.12
總平均值				1.2 nm	
不分組數據之標準差， s_{total}				0.10 nm	

組平均值之標準差， $s_{\bar{x}}$	0.07 nm
組合樣本標準差，sp	0.09 nm
ANOVA 分析之 F 值，F	1.56
ANOVA 分析之 F 臨界值 (顯著水準為 0.05)，Fcrit	2.39
ANOVA 分析 (顯著水準為 0.05) 之 P 值，P-value	0.19
F < Fcrit ; P-value > 0.05，當顯著水準為 0.05 時，組間差異不顯著，表示各組之量測平均值並無顯著差異	

2.3 組合標準不確定度

依據國際標準組織 (ISO) 發行的 ISO/IEC 98-3: 2008，並考慮量測方程式以及實際量測的狀況，組合標準不確定度表示為：

$$\begin{aligned}
 u_c^2(r_c) &= \sum_{i=1}^6 \left(\frac{\partial r_c}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i) \\
 &= \left(\frac{\partial r_c}{\partial \lambda}\right)^2 u^2(\lambda) + \left(\frac{\partial r_c}{\partial \theta}\right)^2 u^2(\theta) \\
 &\quad + \left(\frac{\partial r_c}{\partial \frac{p}{p_0}}\right)^2 u^2\left(\frac{p}{p_0}\right) + \left(\frac{\partial r_c}{\partial \Delta d_r}\right)^2 u^2(\Delta d_r)
 \end{aligned} \tag{2.2.11}$$

綜合以上所述，可將各不確定源、標準不確定度、靈敏係數及自由度等彙整如表 2-4，以方便組合標準不確定度之計算。其中，以 $\lambda = 0.1537$ nm 及 $\theta_m = 1.2^\circ$ 來估算， $u_c(r_c) = 0.1332$ nm，表 2-4 結果取兩位有效位數標示， $u_c(r_c) = 0.14$ nm。

表 2-4 孔隙薄膜標準片孔徑尺寸之量測不確定度分析表

不確定度源 x_i	變異範圍	機率分布 (type)	標準不確定度 $u(x_i)$	靈敏係數 $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$	不確定度分量 $ c_i \cdot u(x_i)$	自由度
X 射線波長(λ)	3.72×10^{-4} nm	矩形 (type B)	2.15×10^{-4} nm	2.35×10^{-5}	5.1×10^{-9} nm	50
繞射光角度(θ)	---	常態 (type B)	0.000515°	0.0212 nm/ $^\circ$	1.1×10^{-5} nm	93
-樣本支撐角度 (ω)	---	常態 (type B)	0.00045°			60
-偵測器角度($2\theta_1$)	---	常態 (type B)	0.00025°			60
氣體比例(p/p_0)	---	常態 (type B)	0.029	4.5866 nm	0.1330 nm	120

重複性量測(Δd_r)	---	t (type B)	0.00595 nm	1	0.00595 nm	29
組合標準不確定度	0.14 nm					
有效自由度	120					
涵蓋因子	1.98					
擴充不確定度	0.28 nm					
依據 ISO/IEC 98-3:2008，因組合標準不確定度趨近於常態，且有效自由度非常大。在實務上，涵蓋因子取 $k=2$ ，相對應約 95 % 的信賴水準，以此計算擴充不確定度得 0.3 nm。						

2.4 擴充不確定度

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

$$U = k \times u_c \quad (2.2.12)$$

其中 k 稱為涵蓋因子 (Coverage factor)，由信賴水準及組合標準不確定度之有效自由度決定；在此將各不確定度分項之自由度代入 Welch-Satterthwaite 公式計算得知有效自由度，而 k 值可由 t 分配表查得，依國際間慣用法選取 95 % 之信賴水準，搭配自由度，可查表得涵蓋因子 k ，與組合標準不確定度相乘，可得擴充不確定度 U。

根據 Welch-Satterthwaite 公式，有效自由度為

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (2.2.13)$$

依據表 4，以計算有效自由度，可得，

$$v_{eff} = \frac{0.1332^4}{\frac{(5.1 \times 10^{-9})^4}{50} + \frac{(1.1 \times 10^{-5})^4}{93} + \frac{0.1330^4}{120} + \frac{0.00595^4}{29}} = 120 \quad (2.2.14)$$

當信賴水準為 95 %，有效自由度為 120 時，經查 t 分配表查得涵蓋因子 k 值為 1.98。因此，擴充不確定度 U 為，

$$U = k \times u_c = 1.98 \times 0.14 = 0.28 \text{ nm}$$

依據 ISO/IEC 98-3:2008，因組合標準不確定度趨近於常態，且有效自由度非常大。在實務上，涵蓋因子取 $k=2$ ，相對應約 95 % 的信賴水準，以此計算擴充不確定度得 0.3 nm。估算校正與量測能力時，對孔徑尺寸標稱值為 2 nm 之 SiOCH 孔隙薄膜標準片，其量測平均值為 1.2 nm，可得擴充不確定度為 0.3 nm。

【技術創】

孔隙薄膜量測系統為在不同氣體比例下觀察樣品的 X 射線反射光譜。量測時須改變氣體流量以達到所需的氣體比例，再進行 X 射線反射光譜量測，反覆進行多次量測以完成吸附及脫附曲線。因整體量測時間相當長，耗費大量人力時間，目前改以程式控制氣體流量計，搭配 XRR 量測軟體，將量測過程改為半自動化。可於實驗前準備步驟完成後啟動自動化流量控制程式，即可以程式控制硬體動作，自動完成吸附及脫附曲線之量測。

【突破之瓶頸】

由於系統中裝設的幫浦抽氣速率過大，易造成樣品室(sample chamber)內氣體比例不穩定及幫浦耗損。目前已新增一流量控制閥，將抽氣速率控制在 1000 cc/min，可準確控制氣體比例，提高孔隙薄膜樣品量測之準確性。

【待改善之處】

目前薄膜樣品是以感壓膠帶黏貼的方式固定在樣品載台上，無法確保樣品表面是否為水平。若膠材吸收氣體後體積膨脹、影響樣品高度，會造成接收到的訊號變弱，或角度偏移影響量測準確性。

【後續工作構想及重點】

針對前述問題的改善方式為在樣品載台上增加樣品固定壓條，以彈簧施加負載的方式固定樣品兩端壓條的下壓力，以確保樣品的平整性。另外，由於目前 X 射線孔隙反射儀薄膜量測系統中所使用的加熱載台尚無法與量測載台整合，未來也考慮設計新型樣品載台，使量測載台具備加熱功能，可針對不同特性之材料進行更深入研究。

三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫

【本年度目標】

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

【本年度成果】

- (一) 奈米諮議會運作，整合國內的奈米標準的意見與需求。

諮議會於 FY98 由奈米國家型科技計畫辦公室、經濟部標準檢驗局指導設立，並委由工研院量測技術發展中心擔任秘書處，協助奈米標準技術諮議會之運作。目前有標準檢驗局、國衛院、環保署、工研院、電機電子公會、機器工業公會、台灣奈米技術產業發展協會、SEMI 台灣、微系統暨奈米科技協會、國家奈米元件實驗室、國家儀器科技研究中心、台大、成大、台積電、台灣永光化學、漢民科技、UL 台灣、閎康科技等奈米技術相關產政學研專家學者參加，共有諮議會三十位代表。奈米標準技術諮議會的成立，為國內外之奈米標準提供更多之貢獻及指導，我國奈米標準的制訂，將參照國內外需求，由國內專家學者組成技術工作組，起草制訂相關奈米標準，並藉諮議會作為與國際標準協調平台的運作，讓奈米標準的訂定與國際同步，同時讓台灣新興的奈米產品與科技產業獲得通行全球的保證。其架構經三年的運作，確定有 30 個組織會員，國內有 4 個工作組(TWAs)，共約 40 餘位專家，國外對應 ISO/IEC/VAMAS 等國際標準組織共有 10 專家，ISO/IEC 是以外部聯盟(Asia Nano Forum, ANF)的方式參與，VAMAS 是以工研院量測中心為會員直接參與。目前參與了超過 50 個以上國際標準的討論，帶回一手資訊，並推展主持標準案進行，至 2013 標準制定進展簡要如下：

TNS M017001-2012	奈米產品：表面粒子尺度測定法－掃描式電子顯微鏡	2012 出版
TNS A001001	奈米技術－奈米體(nano-objects)的術語與定義－奈米顆粒(nanoparticle)、奈米纖維(nanofibre)及奈米板(nanoplate)	2012 出版
TNS003-2013	奈米技術－詞彙－第三部分－碳奈米體	2013 出版
CNS 申請	TNS M017001:2012	CNS 審查會退回，建議增加分布規範，進行諮議會工作組內部程序
IEC/TS 62844	「Guideline for quality and risk assessment for	委員會同意進

	nano electrotechnical products」	行 TS 下一階段 (CDV) 投票，徵詢意見。
IEC 62607-4-4	Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method	10 月委員會同意註冊為第 0 階段 PWI(潛在工作提案)。
TNS004(TWA1)	奈米技術—核心(core) 術語	10 月第一版草案討論，配合 ISO 會議結果修正
TNS005(TWA2)	奈米技術-薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機	7 月同意為技術工作組草案 (TD)
TNS006(TWA2,3)	奈米技術—液態粒子尺度測定法—電子顯微鏡	11 月第一版草案討論
TNS007(TWA4)	奈米技術 - 材料規格 -規格化奈米體的準則	7 月同意為技術工作組草案 (TD)

FY102 第一次 TNSC 會議

台灣奈米標準技術諮議會 (Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 8 月 2 日在工研院台北產業學院舉行 102 年第一次會議，由奈米國家型科技計畫總主持人吳重雨主持，會中進行諮議會技術工作組及秘書處工作報告與資料分享、TNSC 標準案討論，會議主要結論：

- 標準案：“奈米技術—詞彙—第三部分：碳奈米體 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 3：Carbon nano-objects (TNS003-2013)”投票結果討論
結論：最終階段投票表決結果，同意票 21 票，不同意票 0 票，棄權 0 票，9 人未投票。
本案通過審批草案階段。
後續作業：勘誤後出版、暫不申請 CNS，主要之考量為 ISO 3 年 review cycle 中/CNS 對 ISO/TS policy 尚未確定。
- 新增標準案討論、確認與核備：“奈米致能產品之品質和風險評估規範，Guidelines for Quality and Risk Assessment for Nano-enabled Product”
案由：依”TNSC 標準制定程序”1.5.5”技術工作組工作中計畫應提交諮議會核備”條文辦理，各案附一頁簡介。
決議：無異議通過。
- 諮議會每年會議頻率更改案(秘書處)
動議內容：“諮議會定期會議改為 9 個月一次(與 ISO TC 229 頻率同)”，視需要可加開

臨時會議”。

案由：原諮議會定期會議頻率為每年兩次，考量諮議會並無定期需處理案件且與國際議標準資訊同步，建議改為本案動議內容。

決議：無異議通過。

FY102 第二次 TNSC 會議

台灣奈米標準技術諮議會 (Taiwan Nanotechnology Standard Council, TNSC) 12 月 17 日在工研院台北產業學院舉行 102 年第二次會議，由奈米國家型科技計畫總主持人吳重雨主持，會中進行諮議會技術工作組及秘書處工作報告與資料分享、TNSC 標準案討論、兩岸奈米技術標準合作等，會議主要結論：

1. 核備參加 ISO TC35/SC9 專家(工研院材化所專家)
2. 確認辦理 2014 年兩岸奈米技術標準技術委員會研討會(與奈米展合併辦理)。
確認各工作組新工作提案。

102 年台灣奈米標準技術諮議會(TNSC)各技術工作組(TWA)工作成果

TWA 1 部份

(1)奈米標準技術第一工作組(TWA 1)簡介：

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

第一工作組成員：

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

(2)第一工作組活動與進度：

新工作提案討論 (ISO 規範中文化)

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

主導)

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

後續作業：

- ISO/TS 80004-1 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1 : Core terms 由專家學者委員們討論後，修訂為第二版。
- ISO/TS 80004-5 Nanotechnologies—Vocabulary— Part 5 : Nano/bio interface(暫不徵求 Leader)。
- ISO/TS 80004-7 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 7 : Diagnostics and therapeutics for healthcare (暫不徵求 Leader)。
- ISO/TS 80004-5 & ISO/TS 80004-7 (徵求 Leader)，請林老師與楊老師先就已有之名詞做比對後，再視狀況徵求 Leader。(請姚博提供現有名詞之 xls 檔供參考)
- Nano-product 相關詞彙成立 Taskforce，由林鴻明 教授擔任 Leader。負責 Taskforce 之專家成員遴選並即時進行討論。
- 第一次會議召開：102 年 10 月 8 日 (星期二) 下午 14:00 ~ 16:30

假於工業技術研究院光復院區 16 館 223 會議室辦理

會議內容探討：A. 主席致詞

B. ISO TC229 JWG1 之進展分享(林鴻明教授)

C. Nano-product 詞彙(定義)之進展說明與討論(林鴻明教授)

D. 討論議題

新工作提案討論 (ISO 規範中文化)

1. ISO/TS 80004-1 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1 : Core terms (葉孟考教授主導) 工作組委員共同討論 (略)
2. ISO/TS 80004-5 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 5 : Nano/bio interface (徵求 Leader) [暫不徵求 Leader]
3. ISO/TS 80004-7 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 7 : Diagnostics and therapeutics for healthcare (徵求 Leader) [暫不徵求 Leader]

會議總結：A.請葉孟考老師就 ISO/TS 80004-1 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1 : Core terms 簡介之兩小節再予以潤飾，讓文句更順暢。

B.關於第 2 節中 2.8~2.14 小節之各名詞請林鴻明老師協助參考比對(編譯中心)以有之名詞。以及請楊美惠老師協助比對編譯中心化學組之用語，找出適當之名詞，應用於本文。

C.於 TNSC 之出版品是否在文中應有介紹 TNSC 之說明，以及出版品之版權說明。請秘書處斟酌處理(於每份標準文件中予以說明)。

D.ISO/TS 80004-5 & ISO/TS 80004-7 (徵求 Leader)，請林老師與楊老師先就已有之名詞做比對後，再視狀況徵求 Leader。(請姚博提供現有名詞之 xls 檔供參考)

TWA 2 部份

(1) 奈米標準技術第二工作組(TWA 2)簡介：

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

第二工作組成員：

主席：彭國勝 組長(國家度量衡標準實驗室)		秘書：金瑞熙
第二工作組成員		
林仁輝	成功大學機械工程學系	教授
李紫原	清華大學奈微與材料科技中心	中心副主任
謝詠芬	閎康科技股份有限公司	總經理
林進祥	台灣積體電路製造股份有限公司 製造技術中心	處長
蕭銘華	財團法人國家實驗研究院儀器科技研究中心 微奈米加工技術廠	廠長
馬振基	清華大學工學院化學工程學系	教授
傅尉恩	工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室	正研究員
姚斌誠	工業技術研究院量測技術發展中心 主任室產業標準推動辦公室	資深研究員
吳國龍	經濟部標準檢驗局	技正
洪志平	衛生署食品藥物管理局研究檢驗組	科長
羅聖全	工業技術研究院材料與化工研究所	技術經理

(2) 第二工作組活動與進度：

- 第一次會議召開：102 年 7 月 2 日 (星期四) 下午 2 時 00 分~4 時 10 分假工研院光復院區 16 館 223 會議室(新竹市光復路二段 321 號)辦理

會議內容探討：A.主席致詞 (略)

B.新申請工作提案說明與審議--奈米壓痕規範草案制定

會議總結：感謝吳忠霖博士與委員們針對奈米壓痕規範草案提供卓見，本工作組已完成該文件技術規格草案，後續請秘書處整合各委員意見並定稿之。

TWA 3 部份

(1) 奈米標準技術第三工作組(TWA 3)簡介：

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

第三工作組成員：

主席：楊重熙 主任(國家衛生研究院 奈米醫學中心)		秘書：黃煌琦
第三工作組成員	單位代表	職稱
陳秋蓉	勞工安全衛生研究所	副所長
劉宗勇	行政院環境保護署永續發展室	執行秘書
蔡春進	國立交通大學環境工程研究所	教授
王德原	行政院衛生署藥物食品檢驗局 第二組三科	科長
林雲漢	行政院衛生署科技發展組	博士
廖寶琦	成功大學微奈米科技研究中心	教授
周志輝	國立中興大學食品暨應用生物科技學系	教授
鄭慧文	台北醫學大學藥學系	教授
賴惠敏	工業技術研究院生技與醫藥研究所 中草藥技術組	計畫經理

(2) 第三工作組活動與進度：

- 第一次會議召開：102 年 12 月聯合第二工作組以 web meeting 辦理
會議內容：主要討論 TNS006”奈米技術—液態粒子尺度測定法—電子顯微鏡”草案內容。

TWA 4 部份

(1) 奈米標準技術第四工作組(TWA 4)簡介：

- 成立宗旨：奈米材料規格標準之規劃、制訂與相關研究工作
- 奈米標準技術第四工作組任務：負責 Material Specifications 技術規劃、標準制訂活動之辦理

- 奈米標準技術第四工作組成員目前有 10 位(不含秘書)，來自研究單位代表比例占 40%、學界單位代表比例占 30%及產業界代表比例占 30%。

第四工作組成員：

主席：林唯芳(國立台灣大學高分子科學與工程學研究所)		秘書：金瑞熙
第四工作組成員	單位代表	職稱
蔡豐羽	國立台灣大學材料系	教授
游萃蓉	國立清華大學材料系	教授
洪銘輝	國立台灣大學物理系	教授
李紫原	清華大學材料科學工程學系	教授
陳哲陽	工研院材化所	組長
林麗娟	工研院材化所	研究員
周德綱	台灣永光化學公司	副總經理
程肇模	長興化學工業公司	協理
張文松	台塑公司電石部	副總經理
林清富	台灣大學電機工程學系	教授
吳國龍	經濟部標準檢驗局	技正

(2)第四工作組活動與進度：

- 第一次會議召開：102 年 6 月 18 日（星期二）下午 2 時 00 分~4 時 45 分假於台灣大學工學院綜合大樓 238 室辦理

會議內容：A.主席致詞

B. ISO/TC 229JWG4 之進展報告

C. 討論議題：奈米技術—粉末狀的奈米顆粒規格：特性和測量方法
Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form --
Characteristics and measurements

會議結論: 1.感謝李紫原教授帶領工作組成員針對 ISO/DTS 17200 Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form -- Characteristics and measurements 中譯進行討論與修訂，請工作組成員繼續對該文件提供審查意見。

2.下次會議時間預訂為 102 年 7 月 4 日，請秘書處安排相關事宜。

- 第二次會議召開：102 年 7 月 4 日（星期四）下午 2 時 00 分~4 時 45 分假於台灣大學工學院綜合大樓 238 室辦理

會議內容：A.主席致詞

B.討論議題：奈米技術—粉末狀的奈米顆粒規格：特性和測量方法
Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form --
Characteristics and measurements

會議結論:感謝工作組成員針對 ISO/DTS 17200 Nanotechnologies – Specification for nanoparticles in powder form -- Characteristics and measurements 中譯提供卓見，本工作組已完成該文件技術規格草案，後續請秘書處整合各委員意見並定稿之。

(二)規劃向 ISO 或 IEC 或 VAMAS 提案項目。

目前已有兩項 IEC TC 113 WG3 標準計畫，一項為技術規案(TS)計畫，編號及名稱 IEC/TS 62844 ” Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products”(計畫主持: 工研院)，進行至委員會草案階段(CD)，CD comments 約 40 項(from 3 個 P 會員)，10 月舉行 IEC TC 113 印度會議討論後，10 月委員會同意進行 TS 最後階段(CDV)投票，徵詢意見，此草案是原主要是希望與建立奈米電機產品的通則性的檢驗及 EHS 管理標準，這個部分可與奈米標章的需求相結合並可補足奈米標章不足，本案共有六國八名專家。另一項為初步工作提案(PWI)，編號及名稱 62607-4-4: “Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method”(計畫主持: 工研院)，10 月份會議剛獲同意成案，本案 5 月份提出說明後，8 月份日本電池協會(BAJ)會長一行四人(NEC、Panasonic、Maxell 代表各一人)來訪，於工研院材化所討論，BAJ 主要訴求為:希望台灣撤案或修改提案題目與範疇至不包含”鋰”電池，經討論後，ITRI 同意本提案以電池的 quality/performance 檢測為考量，而不以安規檢測為考量，並考慮修改提案題目與範疇，提案之內容，另行於 9 月份舉行 Web meeting 討論確定，10 月舉行 IEC TC 113 印度會議討論後，名稱及範疇修正後已同意成案，名稱使用 Nano-enabled electrical energy storage 而不使用”鋰”電池，後續為 TR 或 TS 視草案內容而定。

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

國際奈米相關標準文件資料之蒐集整理，更新國際奈米相關標準之發展資訊、徵詢國內對發展中提案意見、並依各個國際標準組織規定的流程對提案作意見陳述或修改提案內容。協調專家參加 ISO TC 229、IEC TC 113、VAMAS 國際奈米標準會議共 9 人次，參與約 50 項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容。9 月份 TNSC 推薦中研院李連忠教授代表諮議會參加韓國 KATS 與 IEC TC 113 聯合舉辦之 graphene workshop，並做報告，並推薦 Taiwan Graphene 新創公司 Nitronix 參與 IEC TC 113 graphene 物質之標準計畫。同時 ISO TC 229 並派任 ANF 代表為 ISO TC35/SC9(風力發電扇葉鍍膜 TC)內部聯盟代表，又擴展台灣專家可參加之 ISO TC。

ISO TC 229

目前加入這個TC的會員國有34個，觀察會員國有13個，內部聯盟有32個(如IEC TC113,

CEN TC352, REMCO及ISO 其它TCs), 外部聯盟有11個(ANEC, BIPM, ANF, OECD, VAMAS, ECOS, ETUI, EC-JRC, IRMM, IUPAC, NIA), 共有4個工作組, 共有標準草案文件約 55份, 已出版標準文件: 35份(3份國際標準(IS)、23份技術規範(TS)、9份技術報告(TR))。

ISO TC229與IEC TC 113聯合工作組1(JWG1) 目前約有標準案18案

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

較為重要的標準案: 編號80004系列, 目前共有12個標準案, 涵蓋核心名詞與術語、奈米物質、奈米...等

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

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

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

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

工作組3(WG3) 目前約有標準案19案

WG3標題: 健康, 安全和環境(EHS)

WG3範疇: 以科學為基礎的健康, 安全和環保方面的納米技術領域的標準發展。

較為重要的標準案為奈米標示的標準案(PG14), 這個標準案會影響上市的奈米產品的標示規範, 目前在CD階段。WG3主要標準案發展方向為控制職業暴露於奈米材料的標準方法、確定相對毒性/奈米材料的潛在危害的標準方法、奈米材料的毒理學篩選的標準方法、奈米材料的使用對環境無害的標準方法、確保奈米材料/產品安全的標準方法。

工作組4(WG4) 目前共有標準案6案

WG4標題: 材料規格(material specification)

WG4範疇: 詳述材料成分和人造奈米材料的性能和特點, 不包括重複的領域。

較為重要的標準案發展方向為通用型的奈米材料的描述標準及應用於不同領域之材料規範, 因WG4成立較晚, 故標準案數量較少。

IEC TC 113

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

IEC TC 113工作組3(WG3) 目前約有標準案32案

WG3標題: 效率評估(performance assessment)

WG3範疇: 在奈米電磁及電子產品和系統技術領域的相關的標準化。

較為重要的標準案: 奈米碳管電性量測、通用型的奈米材料的電性描述標準、目前朝

應用端(如電池、LED、PV等)標準發展。

WG7標題：可靠性(reliability)，今年新成立之工作組。

WG7範疇：正在討論中，尚未確定。

奈米諮議會(TNSC)

目前加入這個TC的台灣產業機構會員有30個，共有4個工作組，工作組對應ISO TC 229及IEC TC 113各工作組，已出版標準文件: 3份(國內產業標準)，正在發展中標準草案文件約4份，主要的活動以收集台灣產業意見帶到ISO/IEC討論，並帶回草案內容與專家研究，以便能及時做出反應，部份標準案能在IEC提出，進一步推廣成國際標準。台灣現有奈米標準或規範: TNSC產業標準3個(4個制定中)、CNS名詞術語標準1個(1個量測標準審查中)、CNS光觸媒標準 11個、奈米標章產品規範49個。

表3-1: ISO TC 229 聯合工作組1(JWG1)標準案

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

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

表3-2: ISO TC 229 聯合工作組2(JWG2)標準案

計畫	名稱	狀態
PG01	TS 10797 Nanotubes -- Use of transmission electron microscopy (TEM) in walled carbon nanotubes (SWCNTs)	Published
PG02	TS 10798 Nanotechnologies -- Characterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis	Published

計畫	名稱	狀態
PG03	TS 10868 Nanotechnologies -- Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy	Published
PG04	TS 10867 :2010 Nanotechnologies -- Characterization of single-wall carbon nanotubes using near infrared photoluminescence spectroscopy	Published
PG05	TR 10929 Measurement methods for the characterization of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs)	Published
PG06	TS 11251:2010 Nanotechnologies. Characterization of volatile components in single-wall carbon nanotube samples using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry	Published
PG07	TS 11308 Nanotechnologies -- Use of thermo-gravimetric analysis (TGA) in the purity evaluation of single-walled carbon nanotubes (SWCNT)	Published
PG08	TS 10812 Nanotechnologies -- Use of Raman spectroscopy in the characterization of single-walled carbon nanotubes (SWCNTs)	Cancelled
PG09	TS 11888 Determination of mesoscopic shape factors of multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs)	Published
PG10	TS 12025 Nanomaterials -- Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols	Published
PG11	TS 62622 Artificial gratings used in nanotechnology -- Description and measurement of dimensional quality parameters	Published
PG12	TS 13278 Carbon nanotubes -- Determination of metal impurities in carbon nanotubes (CNTs) using inductively coupled plasma-mass spectroscopy (ICP-MS)	Published
PG13	TS 16195 Nanotechnologies — Guidance for developing test materials consisting of nano-objects in dry powder form	Published

計畫	名稱	狀態
PG14	TS 17466 Use of UV-Vis Absorption spectroscopy in the Characterization of Cadmium chalcogenide Semiconductor nanoparticles(Quantum Dots)	Under development
PG15	TR 18196 Nanotechnologies - Measurement method matrix for nano-objects	Under development

表3-3: ISO TC 229 聯合工作組3(WG3)標準案

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

計畫	名稱	狀態
PG10	TS 14101 Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method	Published
PG11	TR 16197 Nanotechnologies - Guidance on toxicological screening methods for manufactured nanomaterials	Under development
PG12	TR 16196 Nanotechnologies - Guidance on sample preparation methods and dosimetry considerations for manufactured nanomaterials	Under development
PG13	TS 16550 Nanoparticles - Determination of muramic acid as a biomarker for silver nanoparticles activity	Under development
PG14	CEN ISO/TS 13830 Guidance on the labeling of manufactured nano-objects and products containing manufactured nano-objects	Under development
PG15	TS 18637 General framework for the development of occupational exposure limits for nanoobjects and their aggregates	Under development
PG16	TS 18827 Nanotechnologies - Comparing the toxic mechanism of synthesized zinc oxide nanomaterials by physicochemical characterization and reactive oxygen species properties	Under development
PG17	ISO 19007 Effects of nanoparticules on cell viability	Under development
PG18	ISO 19006 Effects of nanoparticules on cell oxidative stress	Under development
PG19	TR 19057 The use and suitability of In Vitro Tests and Methodologies to assess Nanomaterial Biodurability	Under development

表3-4 ISO TC 229 聯合工作組4(WG4)標準案

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

表3-5: IEC TC 113工作組3(WG3)標準案

計畫	名稱	狀態
1	IEC/TS 62607-3-2 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 3-2: Luminescent nanoparticles - Determination of mass of quantum dot dispersion	1CD
2	IEC/TS 62607-5-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 5-1: Thin-film organic/nano electronic devices - Carrier transport measurements	1CD
3	IEC/TS 62844 Ed. 1.0 Guidelines for quality and risk assessment for nano-enabled electrotechnical products	1CD
4	IEC/TS 80004-10 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 10: Nano-enabled photonic products and systems	1CD
5	IEC/TS 80004-9 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 9: Nano-enabled electrotechnical products and systems	1CD
6	ISO/TS 80004-2 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 2: Nano-objects - Nanoparticle, nanofibre and nanoplate	1CD
7	IEC/IEEE 62659 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Large scale manufacturing for nanoelectronics	2CD
8	IEC 62607-3-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 3-1: Luminescent nanoparticles - Quantum efficiency	ADIS
9	IEC/TS 62607-4-1 Ed. 2.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-1 Nano-enabled electrical energy storage - Electrochemical characterisation of nanomaterials, 2-electrode cell method	AMW
10	IEC 62565-3-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 3-1: Graphene - Blank detail specification	ANW

計畫	名稱	狀態
11	IEC/TS 62565-4-2 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Material specifications - Part 4-2: Luminescent nanomaterials - Detail specification for general lighting and display applications	ANW
12	IEC/TS 62607-4-2 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-2: Nano-enabled energy storage - Physical characterization of nanomaterials, density measurement	ANW
13	IEC/TS 62607-4-3 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-3: Nano-enabled energy storage - Contact and coating resistivity measurements for nanomaterials	ANW
14	IEC/TS 62876-2-1 Ed. 1.0 Nanotechnology - Reliability assessment - Part 2.1: Nano-enabled photovoltaic - Stability test	ANW
15	IEC/TS 62607-4-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-1: Nano-enabled energy storage - Electrochemical characterisation, 2-electrode cell method	APUB
16	ISO/TS 80004-8 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 8: Nanomanufacturing processes	APUB
17	ISO/TS 80004-6 Ed. 1.0 Nanotechnologies - Vocabulary - Part 6: Nano-object characterisation	CDTS
18	PNW/TS 113-159 Ed. 1.0 ISO/TS 80004-11: Nanotechnologies - Vocabulary - Part 11: Nanolayer, nanocoating, nanofilm, and related terms	PNW
19	PNW/TS 113-172 Ed. 1.0 ISO/TS 80004-12: Nanotechnologies - Vocabulary - Part 12: Quantum phenomena in nanotechnology	PNW
20	PWI 113-75 Ed. 1.0 IEC 62607-6-1: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-1: Graphene - Electrical characterization	PWI
21	PWI 113-76 Ed. 1.0 IEC 62607-6-2: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-2: Graphene - Evaluation of the number of layers of graphene	PWI
22	PWI 113-77 Ed. 1.0 IEC 62607-6-3: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-3: Graphene - Evaluation of the	PWI

計畫	名稱	狀態
	defect level in the graphene layer	
23	PWI 113-78 Ed. 1.0 IEC 62607-7-1: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 7-1: Nano-enabled photovoltaics measurement of the electrical performance and spectral response of tandem cells	PWI
24	PWI 113-79 Ed. 1.0 IEC 62607-4-4: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, nail penetration method	PWI
25	PWI 113-80 Ed. 1.0 IEC 62565-5-2: Nanomanufacturing - Material specifications - Part 5-2: Silver nanomaterials - Detail specification for nano-ink	PWI
26	PWI 62607-2-2 Ed. 1.0 PWI on IEC/TS 62607-2-2: Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 2-2: Carbon nanotube materials - Electro-magnetic compatibility	PWI
27	PWI/TR 113-81 Ed. 1.0 Technical Report on graphene material properties and measurement methods	PWI
28	PWI/TR 62565-1 Ed. 1.0 Nanomanufacturing - Material specifications, Part 1 - Basic concept	PWI

1CD: 1st committee draft,

ADIS: approved for final draft international standard circulation

ANW: approved new work,

APUB: draft approved for publication

PNW: proposed new work

CDTS: circulated draft technical specification

PWI: potential new work item

表3-6: TNSC標準案

計畫	名稱	狀態
TNS M017001:2012	奈米產品：表面粒子尺度測定法－掃描式電子顯微鏡	2012 出版
TNS A001001	奈米技術—奈米體(nano-objects)的術語與定義－奈米顆粒(nanoparticle)、奈米纖維(nanofibre)及奈米板(nanoplate)	2012 出版
TNS003-2013	奈米技術－詞彙－第三部分－碳奈米體	2013 出版
CNS 申請	TNS M017001:2012	CNS 審查會建議增加分布規範，TNSC 工作組討論中
IEC/TS 62844	「Guideline for quality and risk assessment for nano electrotechnical products」	委員會同意進行 TS 下一階段(CDV)投票，徵詢意見。
IEC 62607-4-4	Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 4-4: Nano-enabled electrical energy storage - Thermal characterization of nanomaterials, Nail penetration method	10 月委員會同意為第 0 階段 PWI(初期工作提案)。
TNS004 (TWA1)	奈米技術—核心(core) 術語	10 月第一版草案討論
TNS005 (TWA2)	奈米技術-薄膜材料壓痕測定法-奈米壓痕試驗機	7 月同意為技術工作組草案(TD)
TNS006 (TWA2,3)	奈米技術—液態粒子尺度測定法－電子顯微鏡	12 月第一版草案討論
TNS007 (TWA4)	奈米技術 - 材料規格 -規格化奈米體的準則	7 月同意為技術工作組草案(TD)

【效益與影響】

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

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

目前奈米國家型科技計畫已進入第二期末，奈米技術於各產業領域以應用為主，再加

上國內最新奈米技術的發展，無論在前瞻研究、產品研發、奈米檢測技術、奈米標章驗證等均達國際尖端水準，所以標準的制訂對奈米產業發展至關重要。奈米標準技術諮議會成立，持續為國內外的奈米標準提供更多貢獻及指導。

【執行中突破之困難】

台灣儘管在產品研發、製造能力深具優勢，但因非聯合國會員，無法藉由參與國際標準組織 (ISO)、國際電工委員會 (IEC) 等國際性標準組織活動，主導相關國際標準制定，連帶影響國內業者商機。台灣目前為亞太奈米聯盟 (ANF) 15 個會員經濟體之一；依國際性標準組織架構機制與運作方式，藉由在國內成立的工作小組，透過 ANF 向 ISO、IEC 提案、提供意見、提供技術內容等方式，參與、影響對台有利的國際標準制定。目前已成為 ISO TC 229 category A liaison 及 IEC TC 113 WG3 category D liaison 會員，可參與第一手標準討論，並已在 IEC TC 113 提兩個標準案，同時 ISO TC 229 並派任 ANF 代表為 ISO TC35/SC9(風力發電扇葉鍍膜 TC)內部聯盟代表，又擴展台灣專家可參加之 ISO TC。

【後續工作構想及重點】

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

四、成果與推廣

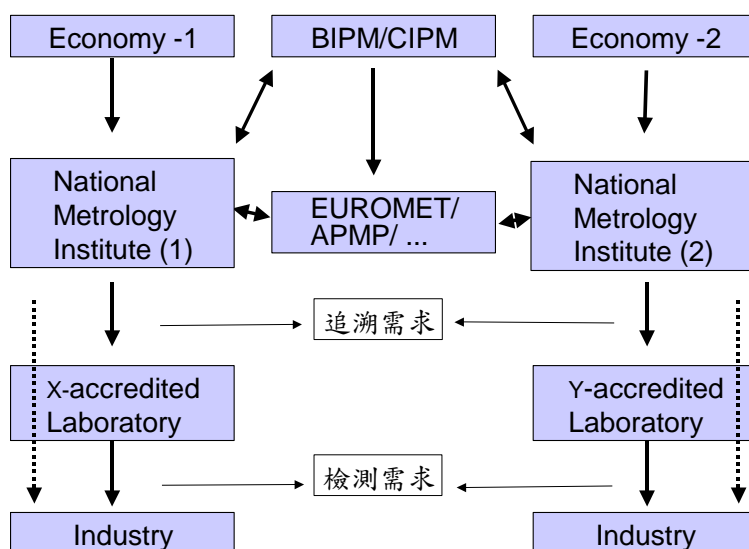
1.年度量化成果

項目		目標值【實際值】			
		奈米粒子/ 線之尺寸 形貌與功 能性量測 標準追溯 分項	薄膜結構 與特性量 測標準追 溯分項	奈米國 際量測 與產品 標準推 動	小計
專利	申請	0【0】件	1【1】件	0【0】件	1【1】件
	獲得	-【1】件	-【0】件	-【0】件	-【1】件
論文	國內	5【6】篇	5【4】篇	1【1】篇	11【11】篇
	國外	5【9*】篇 (*含4篇SCI)	1【3*】篇 (*含2篇SCI)	0【0】篇	6【12*】 篇 (*含6篇SCI)
研究報告	技術(含訓練)	7【11】篇	2【5】篇	2【3】篇	11【19】 篇
學術 成就	研究團隊	跨團隊研究(清大、成大、中興、材化所、機械所與量測中心)。			
	博碩士培訓	清大、中興、台科大等共有 8【8】位博碩士參與計畫。			
	辦理學術活動	辦理國內研討會 2【4】場/國際研討會 0【1】場；論壇 2【2】場。			
技術 創新	技術移轉	技轉 2 件 200 千元(簽約金額)【東海大學、安成藥業、元智大學 3 件，共 400 千元(不含稅)】。			
經濟效 益	共通/檢測技術服務	提供產學研校正服務 200【355】件，金額達 3,514 千元(由 NML 計畫統一繳交國庫)。			
社會影 響	資訊服務	接待參觀實驗室 65【88】人次。			
其他		參與或制訂技術規範或檢測方法 1【3】件			

2.推廣

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

推廣情形如下說明：



(1) 技術移轉：

- 1-1 東海大學－模擬環境下之蜘蛛絲機械性質量測技術授權運用 (授權金 150 千元)
- 1-2 安成藥業－奈米粒子量測技術授權運用(授權金 150 千元)
- 1-3 元智大學－奈米粒子材料量測技術授權(授權金 100 千元)

(2) 舉辦技術研討會/論壇/參展/說明會

- 2-1 06 月 17 日於台北舉辦「2013 奈米粒徑量測國際研討會」，邀請各國國家實驗室與專家學者與會討論計量追溯與國際比對等議題，並請世界各國國家實驗室專家與會與進行演講，分享奈米量測經驗、不同儀器比對探討與各國奈米計量技術發展現況等。共有 39 家廠商；80 人次參加。
- 2-2 08 月 27 日於台中舉辦「奈米薄膜量測技術研討會」，介紹薄膜特性量測方法及原理，包含 X 射線反射儀(X-ray Reflectometer, XRR)、掃描式電子顯微鏡和原子力顯微鏡。共有 23 家廠商；32 人次參加。

- 2-3 08月27日舉辦「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，介紹粒子的量測方法及原理，其中包含微觀、巨觀液態及空氣中的粒子的量測方法，儀器校正及追溯原理。提供半導體業、半導體設備、生醫、奈米標章廠商、檢測實驗室及有心進入相關產業品管與檢校實驗室工作者入門課程共有22家廠商；29人次參加。
- 2-4 09月10日於台中舉辦「奈米薄膜檢測標準技術論壇-奈米薄膜檢測標準提升產業國際競爭力」，由陳局長主持，邀請台灣鍍膜科技協會郭俞麟秘書長、台灣積體電路製造股份有限公司盧守一副理、中華映管股份有限公司黃彥餘處長、欣興集團執行長室李金宏資深特助、虎門科技股份有限公司廖偉志副總經理、國立中興大學精密工程研究所林明澤教授、工業技術研究院量測技術發展中心彭國勝組長等專家，共同討論薄膜檢測標準技術及推進產業國際競爭力的議題。共有9家廠商；18人次參加。
- 2-5 10月02-04日參與2013台灣奈米科技展，展出奈米粒徑量測標準、奈米薄膜計量標準及奈米量測標準。
- 2-6 10月18日舉辦「奈米粒子檢測標準技術論壇-建立奈米粒子檢測標準，維護環境、健康與安全，推升產業躍進」，由陳局長主持，邀請永光化學周德綱副總經理，台灣電子設備協會王信陽秘書長，力昂公司邱睦文總經理，中興大學生物醫學研究所闕斌如教授，塑膠工業技術發展中心徐永松博士，工研院量測中心彭國勝組長等專家與會，相關報導已刊登於10月22日經濟日報。共有8家廠商；19人次參加。
- 2-7 10月29日於台南舉辦「奈米薄膜量測技術研討會」，介紹薄膜特性量測方法及原理，包含X射線反射儀(X-ray Reflectometer, XRR)、掃瞄式電子顯微鏡和原子力顯微鏡。共有12家廠商；33人次參加。
- 2-8 10月29日於台南舉辦「奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會」，介紹粒子的量測方法及原理，其中包含微觀、巨觀液態及空氣中的粒子的量測方法，儀器校正及追溯原理。共有15家廠商；35人次參加。
- 2-9 11月19日參加標準局「102年科專聯合成果展」，展出微分電移動度量測技術、奈米微粒技術及X-ray薄膜量測技術，共計98家機構/廠商，305人參與盛會。

(3) 舉辦2011-2013各國家實驗室間之粒徑量測比對活動

- A.背景：2010.11 APMP-TCL 與 WGMM 大會，決議由國家度量衡標準實驗室，擔任國際奈米粒子比對(APMP TCL / WGMM Supplementary comparison on Nanoparticle Size)之 Pilot Lab、NMIJ 擔任 Co-pilot Lab。
- B.重要性：為各國國家實驗室間，首次針對奈米粒徑量測標準進行比對，有助於國際奈米粒子量測標準的相互調和一致，致使應用於生醫製藥、太陽能電池、電子產品等產品之品質管控、效益提升及環境健康安全的評估。

C.結果： 完成量測比對並回收所有比對報告。2013 年 6 月邀請各國專家，舉辦國際會議，討論比對結果與技術討論，細節包括比對儀器、樣本與不確定度分析等。第一版報告(DraftA)於 4 月完成。並訂於 11 月於 APMP 大會上簡報初步結果。

(4) 計畫迄今新擴建的 11 套國家標準量測系統：角度校正系統-大角度校正系統(D07)、角度校正系統-小角度校正系統(D08)、階高校正系統(D21)、奈米薄膜量測系統(D22)、奈米壓痕量測系統(N10)、力量比較校正系統(四)(N11)、奈米粒徑量測系統(D26)、微流量量測系統(F11)、晶圓表面奈米微粒粒徑校正系統(D27)、掃瞄式電子顯微量測系統(D28)、線距校正系統(D-19)，FY102 共提供 355 件的服務、收入 3,514 仟元，共由 NML 計畫統一繳庫。

系統名	服務廠商名/樣品名
角度校正系統-大角度校正系統(D07)	工業技術研究院機械與系統研究所（多邊規）、中國科技大學（旋轉盤）、台灣光電工業股份有限公司（多齒分度台）、內政部國土測繪中心（分度盤）
角度校正系統-小角度校正系統(D08)	<u>送校件名稱：電子水平儀</u> 歲立機電股份有限公司、太一電子檢測有限公司、原形精密儀器股份有限公司、儀寶電子股份有限公司、財團法人金屬工業研究發展中心、工業技術研究院量測技術發展中心 品質工程部（花崗岩平台）、忠達貿易有限公司、科治新技股份有限公司、福春科技股份有限公司、原形精密儀器股份有限公司、松穎機械工業股份有限公司、太一電子檢測有限公司、科治新技股份有限公司、工業技術研究院量測技術發展中心（小角度產生器）
階高校正系統(D21)	<u>送校件名稱：階高標準片</u> 三允工業股份有限公司、三朋儀器股份有限公司、三恆金屬股份有限公司、上輝精密儀器有限公司、川民工程有限公司、工研院量測中心奈米與力學研究室、工研院量測中心電量/電磁量研究室、工業技術研究院材料與化工研究所、工業技術研究院量測技術發展中心、工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、工業技術研究院量測技術發展中心 長度研究室、工業技術研究院量測技術發展中心 流量與能源研究室、工業技術研究院量測技術發展中心 智慧計量系統實驗室、工業技術研究院量測

系統名	服務廠商名/樣品名
	<p>技術發展中心 電量電磁量研究室、工業技術研究院量測技術發展中心 標法組品質工程部、工業技術研究院量測技術發展中心 標準組長度研究室、工業技術研究院綠能與環境研究所、工業技術研究院影像顯示科技中心、工業技術研究院機械與系統研究所、中山科學研究院系統製造中心、中山科學研究院第一研究所、中國科技大學、中華民國自來水協會 器材檢驗實驗室、中華汽車工業股份有限公司楊梅廠、中華映管股份有限公司、中達電子(江蘇)有限公司、中達電子江蘇有限公司、內政部國土測繪中心、六曜工業股份有限公司、友達光電股份有限公司、太一電子檢測有限公司、日月光半導體製造股份有限公司、日月光半導體製造股份有限公司中壢分公司、世德工業股份有限公司、北欣科技貿易有限公司、台弟工業股份有限公司、台智精密科技股份有限公司、台超企業股份有限公司、台鈴工業股份有限公司、台豐印刷電路工業股份有限公司、台耀科技股份有限公司、台灣力昂科技股份有限公司、台灣三豐儀器股份有限公司、台灣凸版國際彩光股份有限公司高雄分公司、台灣永光化學工業股份有限公司、台灣光電工業股份有限公司、台灣成膜光電股份有限公司、台灣住礦電子股份有限公司、台灣佳美工股份有限公司、台灣佳能股份有限公司、台灣恩智浦半導體股份有限公司、台灣國際造船股份有限公司、台灣基恩斯股份有限公司、台灣捷時雅邁科股份有限公司、台灣嘉碩科技股份有限公司、台灣精測股份有限公司、台灣緊固件檢測股份有限公司、台灣積體電路製造股份有限公司、台灣檢驗科技股份有限公司、巧新科技工業股份有限公司、正楓企業有限公司、永記造漆工業股份有限公司、甲聖工業股份有限公司、光環科技股份有限公司、全台晶像股份有限公司、全國公證檢驗股份有限公司、同欣電子工業股份有限公司、合信汽車工業股份有限公司、宇正精密科技股份有限公司、托福實業股份有限公司、竹華工業股份有限公</p>

系統名	服務廠商名/樣品名
	<p>司、艾克爾先進科技股份有限公司、亨通國際開發股份有限公司、住華科技股份有限公司、利洛科技股份有限公司、亞力電機股份有限公司、亞太優勢微系統股份有限公司、亞洲光學股份有限公司、亞崴機電股份有限公司、佳世達科技股份有限公司、佳邦科技股份有限公司竹南分公司、供宏科技有限公司、忠達貿易有限公司、旺宏電子股份有限公司、明江貿易股份有限公司、明興光電股份有限公司、昇陽國際半導體股份有限公司、東亞鑄造股份有限公司、東盟開發實業股份有限公司、欣冠鑄造股份有限公司、欣指標企業有限公司、欣興電子股份有限公司、矽品精密工業股份有限公司、空軍第一後勤指揮部 試裝廠、空軍第三後勤指揮部附件廠、芳泉工業股份有限公司、金益成精密股份有限公司、冠橙科技股份有限公司、南亞科技股份有限公司、南亞塑膠工業股份有限公司 工三廠、南亞電路板股份有限公司、南寶科技股份有限公司、昭俐有限公司、昭輝實業股份有限公司、星科金朋(上海)有限公司、皆達國際股份有限公司、相互股份有限公司、恒耀工業股份有限公司、凌巨科技股份有限公司、索爾思光電股份有限公司、財團法人金屬工業研究發展中心、財團法人紡織產業綜合研究所、財團法人國家實驗研究院國家奈米元件實驗室、高雄晶傑達光電科技股份有限公司、高僑自動化科技股份有限公司、國巨股份有限公司、國巨股份有限公司楠梓分公司、理成工業股份有限公司、盛田儀器有限公司、統一實業股份有限公司、勝普電子股份有限公司、富元精密鍍膜股份有限公司、晶元光電股份有限公司、晶元光電股份有限公司 南科 S1 廠、晶元光電股份有限公司(南科廠 S1)、景碩科技股份有限公司、智泰科技股份有限公司、森泰儀器有限公司、華上光電股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、華淵電機工業股份有限公司、華通電腦股份有限公司、華新麗華股份有限公司鹽水廠、華緯工程技術顧問有限公司、量測科技股份有限公司 南</p>

系統名	服務廠商名/樣品名
	<p>區服務部、順岡企業有限公司、順德工業股份有限公司、新世紀光電股份有限公司、新唐科技股份有限公司、新應材股份有限公司、楠梓電子股份有限公司、源台精密科技股份有限公司、瑞智精密股份有限公司、瑞銘金屬工業股份有限公司、經濟部標準檢驗局、群成科技股份有限公司、群創光電股份有限公司、群創光電股份有限公司樹谷分公司、裕隆汽車製造股份有限公司、達鴻先進科技股份有限公司、鉅晶電子股份有限公司、頌邦科技股份有限公司、漢翔航空工業股份有限公司、儀寶電子股份有限公司、廣鎔光電股份有限公司、慶鴻機電工業股份有限公司、優貝克科技股份有限公司南科分公司、環球檢驗科技股份有限公司、聯亞光電工業股份有限公司、聯信檢測股份有限公司、聯相光電股份有限公司、聯勝光電股份有限公司、聯華電子股份有限公司、聯華電子股份有限公司 FAB8D 廠、豐達科技股份有限公司、鎧暘科技股份有限公司、瀚宇彩晶股份有限公司台南科學園區分公司、穩銀科技股份有限公司、麗嘉科技股份有限公司、獻發企業有限公司</p>
<p>奈米薄膜量測系統 (D22)</p>	<p><u>送校件名稱：二氧化矽薄膜片</u></p> <p>力晶科技股份有限公司、工業技術研究院 顯示中心、中華映管股份有限公司、友達光電股份有限公司、台灣通用器材股份有限公司、台灣積體電路製造股份有限公司、光磊科技股份有限公司、奇美電子股份有限公司、采鈺科技股份有限公司、恆顥科技股份有限公司、英穩達科技股份有限公司、凌巨科技股份有限公司、益通光能科技股份有限公司、晶元光電股份有限公司、晶元光電股份有限公司(南科廠 S1)、華亞科技股份有限公司、華信光電科技股份有限公司、新唐科技股份有限公司、群創光電股份有限公司、達鴻先進科技股份有限公司、鉅晶電子股份有限公司、聯景光電股份有限公司、聯華電子 FAB8F 廠、聯華電子股份有限公司 FAB8D 廠、穩懋半導體股份有限公司</p>

系統名	服務廠商名/樣品名
奈米壓痕量測系統(N10)	<u>送校件名稱：奈米壓痕試片</u> 國家奈米元件實驗室、國立中央大學
力量比較校正系統(四)(N11)	<u>送校件名稱：微奈米機械性質試片</u> 國立中央大學、中原大學、工業技術研究院量測技術發展中心
奈米粒徑量測系統(D26)	<u>送校件名稱：聚苯乙烯球</u> 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室、台灣力昂科技股份有限公司、尚偉股份有限公司、國立中興大學、國立成功大學、國立清華大學、耀群科技股份有限公司（標準粒子計數器）
微流量量測系統(F11)	<u>送校件名稱：光電開關式流量計</u> 鑫品生醫科技股份有限公司（注射幫浦）、高雄榮民總醫院 工務室、巨研科技股份有限公司、台耀化學股份有限公司
晶圓表面奈米微粒粒徑校正系統(D27)	<u>送校件名稱：表面奈米微粒粒徑</u> 工業技術研究院量測技術發展中心 奈米與力學研究室
掃描式電子顯微量測系統(D28)	<u>送校件名稱：線距標準片</u> 工業技術研究院量測技術發展中心、明祐科技有限公司、友達光電股份有限公司、台灣積體電路製造股份有限公司
線距校正系統(D19)	<u>送校件名稱：線距標準片</u> 友達光電股份有限公司、勝普電子股份有限公司、群創光電股份有限公司、龍華科技大學、昆山龍騰光電有限公司、台灣恩智浦半導體股份有限公司、工業技術研究院量測技術發展中心

陸、結論與建議

一、奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項計畫

(一)奈米粒子形貌與分佈量測標準技術及奈米粒子參考物質建立

從奈米材料被研究出來及應用於工業產品或民生產品後，大家就開始擔心對環境及人體的安全危害，有關奈米材料毒性、環境安全衛生等研究是大眾關心的議題，國際標準組織 ISO 的奈米技術諮議會 TC 229、OECD(Organization for Economic Co-operation and Development)及各國勞工安全衛生組織(如美國 National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH)都認為奈米材料驗證參考物質對奈米技術的研究發展及環境安全衛生相關研究非常重要，國際上量測標準相關機構如凡爾賽先進材料與標準計畫會議 VAMAS(Versailles Project on Advanced Materials and Standards)、歐盟參考物質與量測研究所 IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements)、美國 NIST 等開始製備各種奈米材料驗證參考物質及舉辦奈米材料的國際比對。本計畫已於 FY98 完成 100 nm 至 500 nm 的聚苯乙烯球研製，亦於今年開始研製國內產業所需的奈米粒子驗證參考物質，包括奈米銀粒子及奈米二氧化矽粒子的製程技術，於 FY101 依 ISO Guide 34，開始進行研究驗證流程，及舉辦奈米粒子量測國際比對活動，FY102 年完成奈米氧化鋅標準粒子研發。期能滿足國內奈米標章及奈米技術應用產業的標準追溯需求及達成奈米粒子量測標準的國際一致性。

(二)奈米粒子環境懸浮與比表面積量測標準技術建立

奈米標準計畫中的奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項的主要目的，在於完成奈米粒徑標準參數之量測追溯與計量技術研發，以建立維持國家最高奈米粒徑標準，並透過參與國際比對，獲得國際認可，建立奈米粒徑標準之國際追溯性。其次，配合國家工業、科技發展，因應產品外銷、政府機構、以及公證團體儀器校正與追溯之需求，進行奈米粒徑標準之建置，構建完整之奈米粒徑標準追溯體系。再者，從事計量標準技術之基礎研究，提升國家實驗室技術能力，使技術生根。國家度量衡標準實驗室在奈米粒子計量標準研究中，已陸續建立動態光散射法、微分電移動度分析法、電重力氣膠平衡法與掃描式電子顯微量測系統等四套奈米粒徑量測系統。其中三套儀器均是假設粒子是圓球狀的特性來量測奈米粒子的直徑，有鑑於產業所大量生產的奈米材料並非全是圓球狀，除量測其粒徑外，也有必要瞭解其形貌，本計畫於 FY98 購買場發射環境掃描式電子顯微鏡，可量測各種形狀的奈米粒子及所量得尺寸，FY99 派員至美國 NIST 研習 SEM 相關量測技術，完成量測系統評估，使 SEM 量測結果能追溯到 SI 單位的公尺定義，並與微分電移動分析法及動態光散射法，用於研究奈米粒子的等效粒徑。同時研究 ISO TC 229 所建議的 8 個奈米粒子量測參數：Physical state of Material (agglomeration/aggregation)、Chemical composition、Size/distribution、Shape、Solubility/Dispersibility、Surface Charge、Surface Area、Surface chemistry 等。本計畫已於 FY93~FY94 年完成動態光散射法(Dynamic Light Scattering,

DLS)量測系統的建置與評估。於 FY95~FY96 繼續研究靜電力分離法均一化粒徑量測技術，其中已於 FY95 完成微分電移動度分析法(Differential Mobility Analysis, DMA)量測系統及電重力氣膠平衡法(Electro-gravitational Aerosol Balance, EAB)量測系統的建置。FY101 擴展 DMA 系統，建置標準粒子計數器偵測效率校正法，結合 DMA 技術與 FCAE 與凝結粒子計數器(Condensation Particle Counter, CPC)等儀器，完成系統的建置。預計 FY102~FY103 將完成比表面積系統的建置。

(三)奈米粒子/線功能性量測標準技術建立

近年來由於奈米粒子被廣泛應用於各種民生用品上，奈米粒子的物化特性鑑定及生物及環境安全性也逐漸受到重視。Zeta 電位除了為奈米懸浮溶液之分散穩定性指標外，薄膜表面電位也影響物質的穿透性及吸附能力。除了大量運用在傳統的漿料、塗料、表面處理、水處理等產業，隨著奈米藥物傳輸的研究進展，近年來也在生醫領域扮演相當重要角色。此外，由於表面電位影響物質對表面的潤濕(wetting)及吸附能力，目前半導體業也極需此項量測技術以開發適當的清洗製程及調配化學機械研磨液。除了來自產業界的需求，國際間各國家實驗室及重點研究實驗室也在近幾年內紛紛建立 Zeta 電位量測技術，如美國 NIST、英國 NPL、日本 NMIJ、澳洲 NMIA、美國 NIH、德國 BAM 等。基於上述理由，建立國家標準實驗室之 Zeta 電位量測技術實為時勢所趨，今年已完成儀器採購及安裝測試，下年度將以目前的商用儀器為基礎，將量測系統標準化及建立適當的量測追溯性。

二、薄膜結構與特性量測標準追溯分項計畫

(一)薄膜表面特徵量測標準技術建立

在半導體產業中，將孔洞置入材料中能降低整體材料的介電值，除了提升電性，能維持良好的機械性質。多孔性薄膜孔隙大小及分佈檢測技術之建立，為提供調整製程參數之重要依據，使材料製造廠商能有效控制材料之孔隙大小及分佈。本年度已完成 X-ray porosimetry 量測系統之評估及系統查驗，可對外提供校正及量測服務。所建立的量測能力，除可提供國內業界所需奈米檢測實驗室校正追溯需求，也提升業界在品質及生產的檢測能力，協助提升我國產業全球地位或產業競爭力。

三、奈米國際量測與產品標準推動分項計畫

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

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

附 件

附件一、新台幣參百萬以上儀器設備清單	103
附件二、新台幣壹百萬元以上儀器設備清單	103
附件三、國外出差人員一覽表	104
附件四、專利成果統計一覽表	106
附件五、論文一覽表	107
附件六、研究報告一覽表	110
附件七、研討會/成果發表會/說明會一覽表	112
附件八、研究成果統計表	113
附件九、中英文對照表	114
附件十、參考文獻索引	116
附件十一、期末審查意見回覆	117

附件一、新台幣參百萬元以上儀器設備清單

機關（學校）名稱：經濟部標準檢驗局

單位：新台幣元

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

填表說明：

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

附件二、新台幣壹百萬元以上儀器設備清單

單位：新台幣元

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

註：凡單價 300 萬元以下之機儀器設備，均由量測中心以自有資金購置。

附件三、國外出差人員一覽表

短期訓練

出差性質	主要內容	出差機構/國家	期間	參加人員姓名	在本計畫擔任之工作	對本計畫之助益	計畫書項次
參加會議	參加 ISO TC 229 working group 2 上半年 meeting	墨西哥	102.03.02-102.03.10	姚斌誠	分項計畫主持人	參與國際標準活動，收集奈米標準發展資料。	4
發表論文/訪問	參加 2013 International Conference on Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronic 並發表論文。	美國	102.03.24-102.03.30	何柏青	薄膜結構與特性量測標準追溯研究成員	蒐集國際研究進度，並發表國際論文，增加國際能見度。	1
發表論文/訪問	參加在巴黎舉行的 Nanoscale 2013 發表國際論文，並且拜訪 PTB 在柏林部門 8.3 的實驗室	法國及德國	102.04.22-102.05.01	何信佳	奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項主持人	蒐集國際研究進度，並發表國際論文，增加國際能見度。	2
參加會議	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料(IEC TC 113 working group 3 上半年 meeting)	德國柏林	102.05.19-102.05.26	姚斌誠	奈米國際量測與產品標準推動分項計畫主持人	工作小組 3 工作計畫討論及資料蒐集	3
參加會議	參加 38th VAMAS Steering Committee (SC38) meetings	美國	102.05.20-102.05.26	傅尉恩	計畫主持人	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料，並展現我國在奈米標準與檢測的前瞻研究成果及國際合作的能力與用心。	5
參加會議	參加 IEC TC 113 下半年 meeting	印度	102.10.15-102.10.20	姚斌誠	分項計畫主持人	參與國際標準制定，收集奈米標準發展資料。	6
參加會議	參加 ISO TC 229 working group 2 下半年 meeting	巴西 Belo Horizonte	102.11.09-102.11.18	姚斌誠	分項計畫主持人	參與國際標準活動，收集奈米標準發展資料。	7

長期訓練

項次	出差性質	主要內容	出差機構/國家	期間	參加人員姓名	在本計畫擔任之工作	對本計畫之助益
1	國際合作研究	研究 AFM 檢測奈米材料機械性質技術	NIST/ 美國	102.08.13 -102.11.18	吳忠霖	薄膜結構與特性量測標準追溯研究成員	研究奈米尺度等級材料展現之機械特性精確的量測方法，以控管材料品質，符合業界之需求。透過客座研究可加速國內技術升級速率，有效學習國際之最新技術發展。

附件四、專利成果統計一覽表

專利申請：

類別	專利名稱	申請日期	專利申請國	申請案號	申請人	所屬分項
發明	光學式奈米拉伸測試裝置及其方法	20130702	中華民國	102121871	徐炯勛, 林以青, 吳忠霖, 陳生瑞	薄膜分項

專利獲證：

類別	專利名稱	申請日期	獲証日	專利申請國	申請案號/專利號碼	申請人	所屬分項
發明	濾光鏡頭、燈具及燈具的操作方法	20091215	20130401	中華民國	98142755 / I387708	陳宏豪, 潘小晞, 蔡友立, 楊進忠	粒子分項

附件五、論文一覽表

	論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
1	以動態光散射法分析奈米銀參考物質	20121123 ^a	中國材料科學學會年會	翁漢甫,陳國棟,余大昌,何信佳,	研討會論文	3	中華民國	粒子分項
2	毫克等級法碼所產生之靜法碼力與靜電力之比較實驗	20120909 ^a	IMEKO World Congress	陳生瑞,潘小晞,林以青,	研討會論文	4	韓國	粒子分項
3	凝結粒子計數器之偵測效率量測系統不確定度評估	20130822	奈米工程暨微系統技術研討會	余大昌,陳國棟,翁漢甫,傅尉恩,	研討會	1	中華民國	粒子分項
4	奈米氧化鋅粒子參考物質之製作與分析	20130822	奈米工程暨微系統技術研討會	陳國棟,翁漢甫,	研討會	1	中華民國	粒子分項
5	奈米計量與標準在環境、健康和安全的發展趨勢	20131121	環境奈米科技論壇	何信佳,	研討會	10	中華民國	粒子分項
6	多中心實驗室研究仿生組織脂肪乳劑與印度墨水光學性質	20130202	BiOS/SPIE Photonics West	何信佳,L. Spinelli,M. Botwicz,U. Weigel,F. Foschum,F. Baribeau,A. Pifferi,H. Wabnitz,M. Benazech-Lavoue,P. Di Ninni,	研討會	1	美國	粒子分項
7	標準粒子計數器偵測效率量測追溯技術研究	20130911	Workshop of APMP/TCQM GAS Analysis Working Group	何信佳,余大昌,陳國棟,翁漢甫,傅尉恩,	研討會	19	中華民國	粒子分項
8	凝結粒子計數器之偵測效率量測系統不確定度評估	20130927	國際氣膠科技研討會暨2013 細懸浮微粒 (PM2.5) 監測與管制策略研討會	余大昌,陳國棟,翁漢甫,何信佳,傅尉恩,	研討會	1	中華民國	粒子分項

	論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
9	凝結粒子計數器之偵測效率量測系統不確定度評估	20131008	IEEE NMDC	余大昌,陳國棟,翁漢甫,何信佳,傅尉恩,	研討會	1	中華民國	粒子分項
10	奈米氣膠粒子濃度系統之校正與評估	20130401	台灣奈米會刊	陳國棟,余大昌,	學術期刊	6	中華民國	粒子分項
11	推動奈米技術計量標準計畫之現況及展望	20130131	標準與檢驗月刊	傅尉恩,	學術期刊	13	中華民國	粒子分項
12	標準粒子計數器偵測效率校正技術研究	20130425	NanoScale	余大昌,陳國棟,翁漢甫,何信佳,傅尉恩,	學術期刊	1	法國	粒子分項
13	環境、健康和 safety 考量下的奈米參考物質測量：需求、差距和機會	20131201	Nanotoxicology	Aleksandr B. Stefaniak, Vincent A. Hackley, Gert Roebben, Kensei Ehara, Steve Hankin, Michael T. Postek, Iseult Lynch, 傅尉恩, Andreas F. Thunemann, Thomas P.J. Linsinger,	學術期刊	13	美國	粒子分項
14	以奈米刮痕測試進行超薄 HfO ₂ 薄膜力學性能研究	20130701	Thin solid films	傅尉恩,張詠晴, Chia-Wei Chang, Chih-Kai Yao, Jiunn-Der Liao,	學術期刊	5	美國	粒子分項
15	銅薄膜化學機械研磨後之表面機械性質奈米刮痕研究	20130730	Thin solid films	傅尉恩, Chao-Chang A. Chen, Kuo-Wei Huang, 張詠晴, 林增	學術期刊	6	美國	粒子分項

	論文名稱	發表日期	期刊/會議	作者	分類	頁數	國家	所屬分項
				耀,張啟生,Jay-San Chen,				
16	以 X 光非破壞性方法研究薄膜材料的楊氏係數及蒲松比	20121207 ^a	中國機械工程學會全國學術研討會	張詠晴,傅尉恩,何柏青,吳忠霖,	研討會論文	4	中華民國	薄膜分項
17	利用非破壞式 X 光孔隙反射儀評估低介電薄膜的孔隙尺寸及分佈情形	20130328	International Conference on Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics	張詠晴,何柏青,傅尉恩,	研討會	3	美國	薄膜分項
18	以 X 射線孔隙反射儀量測薄膜孔隙率及孔徑尺寸	20130822	奈米工程及微系統技術研討會	張詠晴,葉育姍,傅尉恩,	研討會	4	中華民國	薄膜分項
19	探討單顆與陣列奈米粒子於外力負載下之變形與相對應機械性質	20130823	奈米工程及微系統技術研討會	何柏青,吳忠霖,傅尉恩,張詠晴,何信佳,	研討會	1	中華民國	薄膜分項
20	原子力顯微鏡搭配雙傾斜疊合法量測線寬之技術研究	20131115	台灣奈米會刊	何柏青,劉惠中,張詠晴,傅尉恩,	學術期刊	10	中華民國	薄膜分項
21	風導致蜘蛛網狀幾何形狀與黏性螺旋液滴體積的變化	20130508	The Journal of Experimental Biology	吳兆佳,Sean J. Blamires,吳忠霖,卓逸民,	學術期刊	8	英國	薄膜分項
22	揭開使風引起蜘蛛絲機械性質改變的奈米結晶變化	20130815	Biomacromolecules	Sean J. Blamires,吳兆佳,吳忠霖,許火順,卓逸民,	學術期刊	7	美國	薄膜分項
23	奈米功能的電工產品品量和風險評估指南 CD	20131017	IEC TC 113	姚斌誠	期刊	18	瑞士	標準分項

註：論文於發表後，須完成單位內技術管理程序的系統登錄，才可列入登錄時間所屬年度之成果。a：該論文未列入 101 年度產出成果。

附件六、研究報告一覽表

	報告名稱	發表日期	語言	密等	頁數	作者	所屬分項
1	奈米粒徑標準參考物質生產作業指引手冊	20131118	中文	機密級	8	陳國棟	粒子分項
2	奈米氧化鋅粒子參考物質粒徑評估與特性分析技術報告	20131205	中文	非機密資料	15	陳國棟	粒子分項
3	奈米粒徑標準參考物質分裝作業程序	20131118	中文	非機密資料	10	陳國棟	粒子分項
4	監測溶液中粒子大小與濃度之線上量測系統研究與開發	20131118	中文	機密級	8	陳國棟	粒子分項
5	奈米溶液之氫離子濃度指數測定方法 - 電極法	20130927	中文	非機密資料	12	翁漢甫	粒子分項
6	參加 2013 Nanoscale 會議及探針顯微技術 ISO 制定之討論會-出國報告	20130530	中文	非機密資料	12	何信佳	粒子分項
7	2013 年奈米電子前瞻特性與計量研討會(出國報告)	20130422	中文	非機密資料	11	何柏青	粒子分項
8	微量天平之力量-質量量測能力評估	20131002	中文	非機密資料	11	葉育姍,陳生瑞, 段靜芬,潘小晞	粒子分項
9	Zeta 電位量測程序	20131118	中文	非機密資料	21	葉育姍,何信佳	粒子分項
10	Zeta 電位分析儀採購案評估報告	20130610	中文	非機密資料	13	葉育姍,何信佳	粒子分項
11	VAMAS 38th steering committee meeting 訓練報告	20130611	英文	非機密資料	1	傅尉恩	粒子分項
12	X-ray 薄膜孔隙量測系統之半自動化改良	20131202	中文	機密級	11	葉育姍	薄膜分項
13	薄膜量測系統校正程序-X 射線孔隙反射儀	20130902	中文	非機密資料	30	張詠晴	薄膜分項
14	薄膜量測系統評估報告-X 射線孔隙反射儀	20130902	中文	非機密資料	20	張詠晴	薄膜分項
15	新型高靈敏橢偏儀系統設計於液晶參數/半導體	20130731	中文	非機密資料	28	羅裕龍	薄膜分項

	報告名稱	發表日期	語言	密等	頁數	作者	所屬分項
	薄膜之動態量測-期中報告						
16	新型高靈敏橢偏儀系統設計於液晶參數/半導體 薄膜之動態量測	20131209	英文	非機密資料	50	羅裕龍,Phan Quoc	薄膜分項
17	15 屆 ISO TC 229 奈米標準會議	20131121	中文	非機密資料	9	姚斌誠	國際標準分項
18	IEC TC113“奈米技術標準化電氣和電子產品和 系統“ TC 和第三工作組 2013 年秋季會議	20131121	中文	非機密資料	9	姚斌誠	國際標準分項
19	第 15 屆 ISO/TC229 會議的報告	20130621	英文	非機密資料	18	姚斌誠,蘇宗燦	國際標準分項

附件七、研討會/論壇一覽表

項次	研討會名稱	舉辦期間 (起~迄)	舉辦 地點	廠商 家數	參加 人數
1	2013 奈米粒徑量測國際研討會	102.06.17	台北	39	80
2	奈米薄膜量測技術研討會	102.08.27	台中	23	32
3	奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會	102.08.27	台中	22	29
4	奈米薄膜檢測標準技術論壇	102.09.10	台北	9	18
5	奈米粒子檢測標準技術論壇	102.10.18	台北	8	19
6	奈米薄膜量測技術研討會	102.10.29	台南	12	33
7	奈米粒徑暨空氣微粒計數量測技術研討會	102.10.29	台南	15	35
小計				128	246

研 究 成 果 統 計 表

成果 項目 分項計畫名稱	專利權 (項數)		著作權 (項數)	論文 (篇數)		一般研究報告 (篇數)			技 術 創 新 (項數)				技術 引進 (項數)	技術移轉		技術服務		研討會/論壇		
	獲證	申請		國內 發表	國外 發表	技 術	調 查	訓 練	產 品	製 程	應 用 軟 體	技 術		項 數	家 次	項 數	家 次	場 次	人 數	日 數
1.奈米粒子/線之尺寸 形貌與功能性量測標 準追溯分項	1	0		6	9	10		1	-	-	-	-	-	3	3	11	308	7	246	5
2.薄膜結構與特性量 測標準追溯分項	0	1		4	3	5		0												
3.奈米國際量測與產 品標準推動分項	0	0		1	0	0		3												
小 計	1	1	-	11	12	15		4	-	-	-	-	-	3	3	11	308	7	246	5
合 計	1	1	-	23		19			-				-	-	-	-				

註：(1) 技術創新一欄中所謂產品係指模型機、零組件、新材料等。

(2) 專利權及著作權項數以當年度核准項目為主，若為申請中案件則於次年度中列報。

(3) 研討會含在職訓練、成果發表會及說明會。

附件九、中英文對照表

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

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

附件十、參考文獻索引

編號	出處
奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項	
1-1	ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers
1-2	"Section 5.7. A Glossary of DOE Terminology". NIST Engineering Statistics handbook. NIST. Retrieved 5 April 2012
1-3	http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?e#mid .
1-4	ISO 9277:2010 Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption -- BET method
1-5	S. Brunauer, P. H. Emmett and E. Teller, J. Am. Chem. Soc., 1938, 60, 309. doi:10.1021/ja01269a023
1-6	http://commons.wikimedia.org/wiki/File:AFFFF_channel.svg#
1-7	William G. Lawrence, Gyula Varadi, Gerald. Entine, Edward Podniesinski, and Paul K. Wallace, A Comparison of Avalanche Photodiode and Photomultiplier Tube Detectors for Flow Cytometry, Proc. of SPIE, 2008, Vol. 6859, 68590M
1-8	JSR Life Sciences < http://www.jsrlifesciences.com/ >
1-9	Xu, R. Particle Characterization: Light Scattering Methods. Chapter 6. Dordrecht: Kluwer, 2000, pp. 299–343
1-10	Henry, D.C., The Cataphoresis of Suspended Particles. Part I. The Equation of Cataphoresis, Proc. R. Soc. London A, 1931, 133, 106-129
1-11	ISO 13099-2:2012 Colloidal systems — Methods for zeta potential determination — Part 2: Optical methods
薄膜結構與特性量測標準追溯分項	
2-1	“實用游離輻射防護 B,” 輻射防護協會，2006。
2-2	“薄膜量測系統校正程序-X 射線儀”， 073A20108，初版，工研院量測技術發展中心，2013 年。
2-3	“X 光反射儀 (XR) 量測多孔隙薄膜之實驗裝置與分析方法”，073A10255，初版，工研院量測技術發展中心，2013 年。
2-4	Huang, Feng., “X-Ray Reflectivity Studies of Thin Film,” Internal Report, Center for Materials for Information Technology, the University of Alabama, Tuscaloosa, 2005.
2-5	“Certificate of Analysis, Standard Reference Material 1990,” NIST, 2001
2-6	“Soft X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation,” David Attwood, Cambridge, 1999.
2-7	Croarkin, Corrol, “Measurement Assurance Programs Part II : Development and an implementation”, NBS SP676- II , National Bureau of Standards, 1985.

審 查 意 見 表

計畫名稱：奈米技術計量標準計畫 (5/6)

102 年度 細部計畫審查 期中報告 期末報告

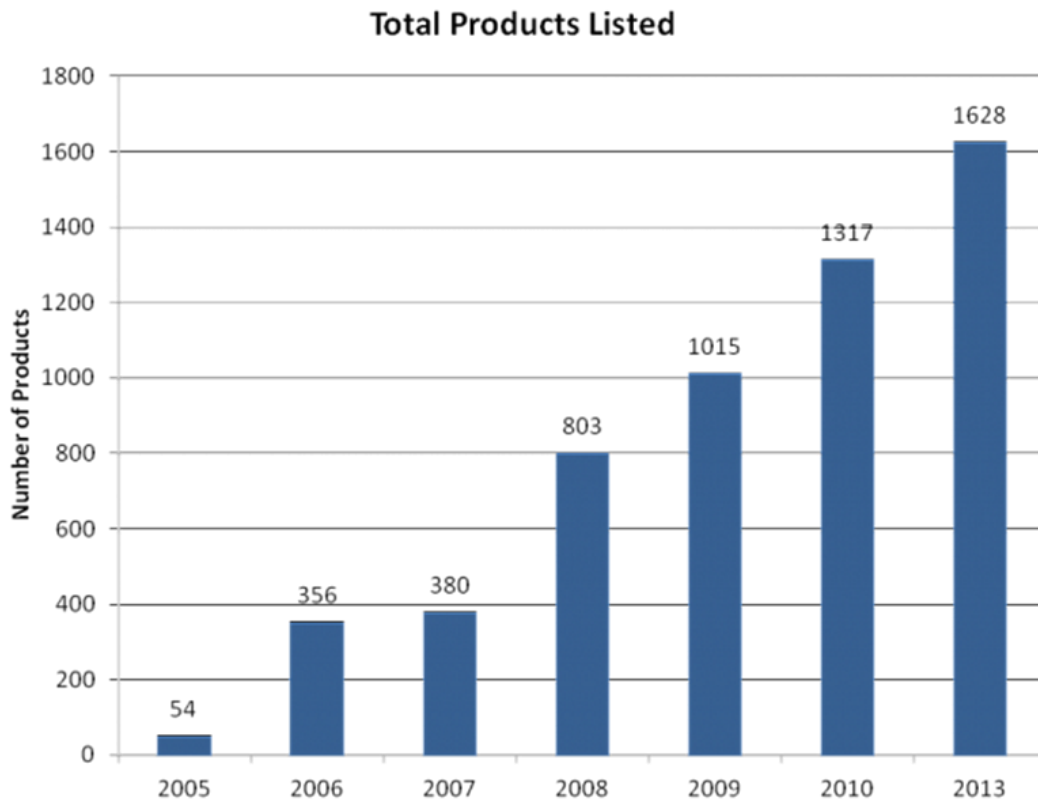
建 議 事 項	說 明
A 委員	
<p>1. 部分技術資料請查證確認，如 p.25 "...統計後發現在 2005 年有 54 件、<u>2006 年有 3526 件</u>、2007 年有 580 件、2008 年 803 件、到 2009 年 8 月已增加為 1015 件，4 年來增加將近 18 倍。..."，2006 年高達 3526，至 2009 年 1015，四年來增加 18 倍？此外希望補上最近幾年的資訊。</p>	<p>感謝委員的指正，原結案報告更正如下，2005 年有 54 件、2006 年有 <u>356</u> 件、2007 年有 380 件、2008 年 803 件、到 2009 年 8 月已增加為 1015 件，4 年來增加將近 18 倍。..."。最新資料如附件 A 所示，2010 年 1317 件，2013 年 1628 件。</p>
<p>2. 針對奈米粒子形貌檢測部分，可否提供如內含部分雜質，對於代測物質可解析程度，及雜質最多含量濃度之參數。</p>	<p>謝謝委員的建議，本計畫之奈米氧化鋅粒子主要以過濾篩選粒徑為主，所篩選後之粒子，在 SEM 量測同時，進行 X 光能量分散光譜儀(EDS)量測，作為奈米氧化鋅粒子成分分析的主要工具。目前，由 EDS 量測結果顯示(如附件 B)，鋅與氧之訊號非常明顯，而其他雜質訊號相對不明顯，因此不影響粒徑的分析。誠如委員建議，對於雜質種類及其含量濃度，若以 EDS 進行分析，其解析度也不足以達到 PPM 的要求。因此，計畫擬於 FY104 年 NML 的 RD 計畫中，添購 ICP-MS 設備，進行成分分析。並將擴充化學組成及成分等項目，屆時將分析雜質種類及其含量濃度。</p>
<p>3. 多與學界合作量測不同實驗者所完成之產物，進行測試及分析比較。</p>	<p>感謝委員的建議。目前計畫合作學術單位包含台大、台科大、成大、交大、清大、元智、...，合作方式從學術委託、實習生、量測儀器使用、量測技術討論等，例如奈米粒子樣品有送至台科大以 TEM 量測，使用工研院其他單位之 AFFF 等儀器測試。明年團隊將與 TFDA 合作，預計邀請各大學奈米中心、國家衛生研究院與 TFDA 等實驗室，進行相關材料測試與比對工作，屆時也會邀請國內相關專家進行交流。</p>
<p>4. 孔隙薄膜量測部分現在階段主要以甲苯為主要吸附氣體，是否能提供不同孔隙薄膜材料</p>	<p>感謝委員的建議與指導，目前在國際間可以取得，且足以信賴的參考標準件是 NIST 標</p>

建議事項	說明
<p>之測試數據，藉以確認此測量機台可適範圍及可信度。</p>	<p>稱孔徑值 2 nm 之 SiOCH 薄膜。因此，本計畫是以 NIST 標稱孔徑值 2 nm 之 SiOCH 薄膜作為系統評估之用，並以甲苯氣體為吸附、脫附材料。</p> <p>為進一步測試系統能力，及為未來能力擴充做準備，已積極進行兩項測試，一是，目前使用厚度 50 nm 之 high-k HfO₂ 薄膜及 low-k 有機矽酸鹽 (organosilicate) 薄膜進行薄膜孔隙量測(如附件 C)，可發現此兩種材料在不同的甲苯流量下均可得到臨界角變化之 XRR 曲線，顯示在不同氣體流量下，薄膜吸附甲苯造成之密度變化。二是，與交大材料系呂教授合作，由呂教授實驗室，提供製備特定孔隙值樣品(目前已提供 10%~40% SiCN 薄膜)，進行評估。</p>
<p>5. 整體成效相當優異，值得鼓勵，並希望多向學術界推廣，提升台灣學界研究競爭力。</p>	<p>感謝委員的指導與肯定，本計畫每年皆舉辦多場研討會、參與奈米展及科專成果展，積極推廣計畫執行成果。</p>
<p>B 委員</p>	
<p>6. 有(1) 奈米粒子/線之尺寸形貌與功能性量測標準追溯分項，(2) 薄膜結構與特性量測標準追溯分項，(3) 奈米國際量測與產品標準推動分項三分項，執行內容與原計畫內容大致相符，執行成果佳，在經濟效益，社會效益與國際影響已逐漸擴大出現。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p>
<p>7. 在計畫預算支用正常，與原計畫大致相符。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p>
<p>8. 在各分項目標與查核點上，本年大致皆完成。</p>	<p>感謝委員的肯定與支持。</p>
<p>9. 基本上，計畫工作大致進行順利且成果佳；在一些議題上，可加以注意與加強，如奈米粒子安全與產業，薄膜表面量測之產業效益，與國際奈米量測與標準趨勢等。</p>	<p>感謝委員的肯定與建議，本計畫將持續關注國際奈米科技發展趨勢與國內產業對奈米標準計量之需求，並配合 EHS 之議題，發展奈米粒子/薄膜可追溯之計量技術，並推動奈米國際量測標準，協助國內廠商提升品質與降低貿易障礙，確保我國之奈米技術及產品規格具國際等同。</p>
<p>C 委員</p>	
<p>10. 請提供過去之成果表，以利參考比較。奈米計畫已達第二期之尾聲，列出歷年成果表，能看出整體計畫之規劃以利最後收尾。將未</p>	<p>感謝委員肯定與建議。本計畫歷年成果列表詳如附件 D，敬請卓參。計畫於全程結案報告中將會綜整歷年執行成果，完整呈現本期</p>

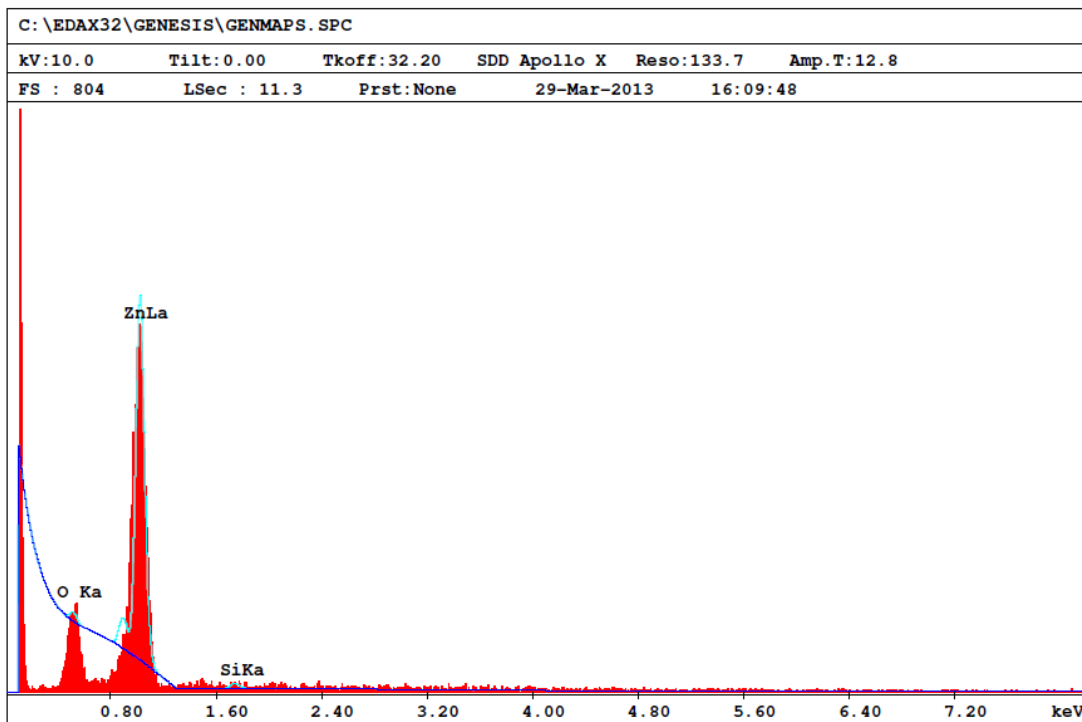
建 議 事 項	說 明
盡之處補全，同時也規劃後續持續經營方向。各子項目均有不錯的成果，值得鼓勵，也對業界需求有重要的貢獻。日後的持續營運，是重要的未來工作。	程計畫所建立之技術於產業之應用。
D 委員	
11.計畫報告第 15 頁所載之「專利授權金 147,700 元」，請說明其專利授權之內容	謝謝委員的提醒，因會計處理跨年度計畫授權金繳庫原則，今年度專利授權金已繳庫 147.7 千元，來自去年授權兩案“台灣力昂公司「粒徑檢測裝置專利授權」70.7 千元”、“五鈴光學「奈米級標準片製作與檢測技術專利運用」77 千元”。而在今年，共與東海大學、安成與元智大學簽署技術授權合約共 400 千元，將配合廠商，於今年與明年進行技術授權金繳庫作業。
12.計畫報告第 23 頁所載「國內研究生培訓」第 1 項及第 2 項之日期 (101 年 1 月-101 年 6 月)及(101 年 8 月-101 年 12 月)，並非屬本年度之成果。	謝謝委員的指正，碩博士生培訓之日期為誤植，台灣大學劉育豪君與藍義信軍確為今年培訓之碩博士生，修正版本將更新，敬請委員見諒!
13.計畫報告第 69 頁所載之「對孔徑尺寸標稱值為 2 nm 之 SiOCH 孔隙薄膜標準片，其量測平均值為 1.2 nm」，請說明其誤差是否過大。	謝謝委員的建議。孔徑尺寸標稱值為 2 nm 是依據該標準件在製作時的目標值，然而因製作條件或參數控制不同，使得即使是同樣的 SiOCH 材料，最後量測值，也有極大差異(約略介於 0.5 nm ~ 2 nm)，因此與標稱值會有一定的差距。計畫所使用之 SiOCH 孔隙薄膜標準片，亦使用 NIST 的 XRP 系統，進行量測，量測之平均孔徑大小介於 1.1 nm ~ 1.4 nm，與計畫量測結果極為相近。NIST 量測結果，附件 E。
E 委員	
14.本計畫為執行第五年(5/6)，年度總經費 2490 萬；主要工作在建立我國奈米技術發展所需之量測標準與關鍵技術，並建制與維持國家最高之奈米計量標準的完整追溯體系。計畫成果豐碩，已達成原定之計劃目標。	感謝委員肯定與支持。
15.身為我國制定最高標準的單位，外人總是會以比較高的學術水平來要求。因此在國際期刊論文發表上面，似乎還有很大的努力空間。	感謝委員提醒，本計畫歷年論文發表請卓參附件四歷年成果列表。本期程計畫 (FY98-FY103)重點之一為建立奈米粒子/薄膜可追溯之計量技術，以支援標準量測系統

建 議 事 項	說 明
	<p>之建立。因此，於計畫前期著重於技術研發，每年皆有 8 篇之 SCI 論文發表；計畫後期將著重於標準量測系統新擴建，以協助國內廠商提升品質與降低貿易障礙，確保我國之奈米技術及產品規格具國際等同。</p>
<p>16.國內從事奈米科技研究的單位與實驗室甚多，應加強與它們的聯繫合作，並鼓勵推廣標準品的使用與標準追溯。</p>	<p>感謝委員建議與指導。本計畫與國內奈米科技研究之產學研單位皆保持良好互動關係，歷年來已輔導成功大學、中興大學、清華大學.....等學校，及衛生署、勞研所..等機關，於奈米計量計畫與追溯評估技術之應用。在去年與今年，與國內 10 個單位，同步進行奈米粒徑比對，調和量測技術與方法。又例如，在明年團隊將與 TFDA 合作，預計邀請各大學奈米中心、國家衛生研究院與 TFDA 等實驗室，進行相關材料測試與比對工作，屆時也會邀請國內相關專家進行交流。</p>

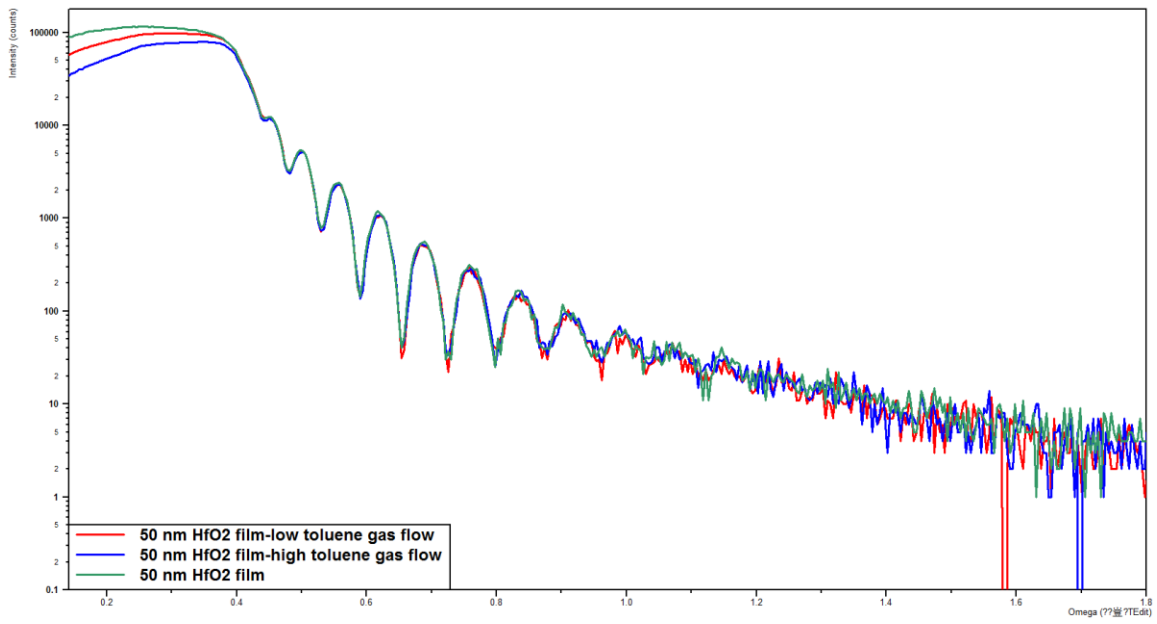
附件 A



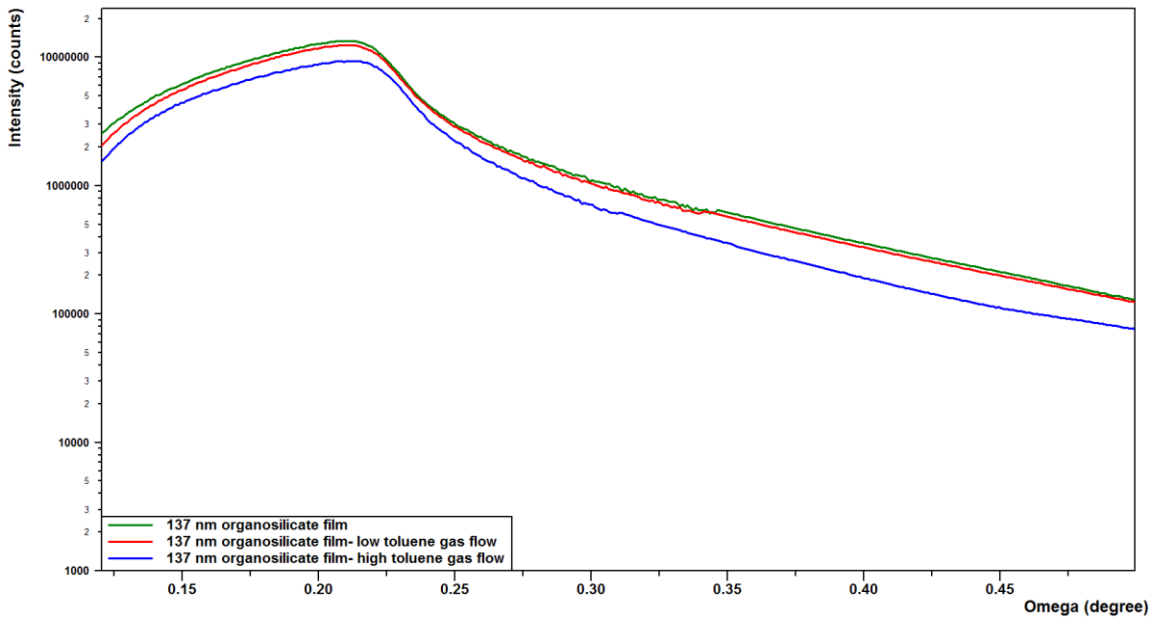
附件 B



附件 C



圖一、50 nm 二氧化鈺薄膜孔隙量測



圖二、137 nm 有機矽酸鹽薄膜孔隙量測

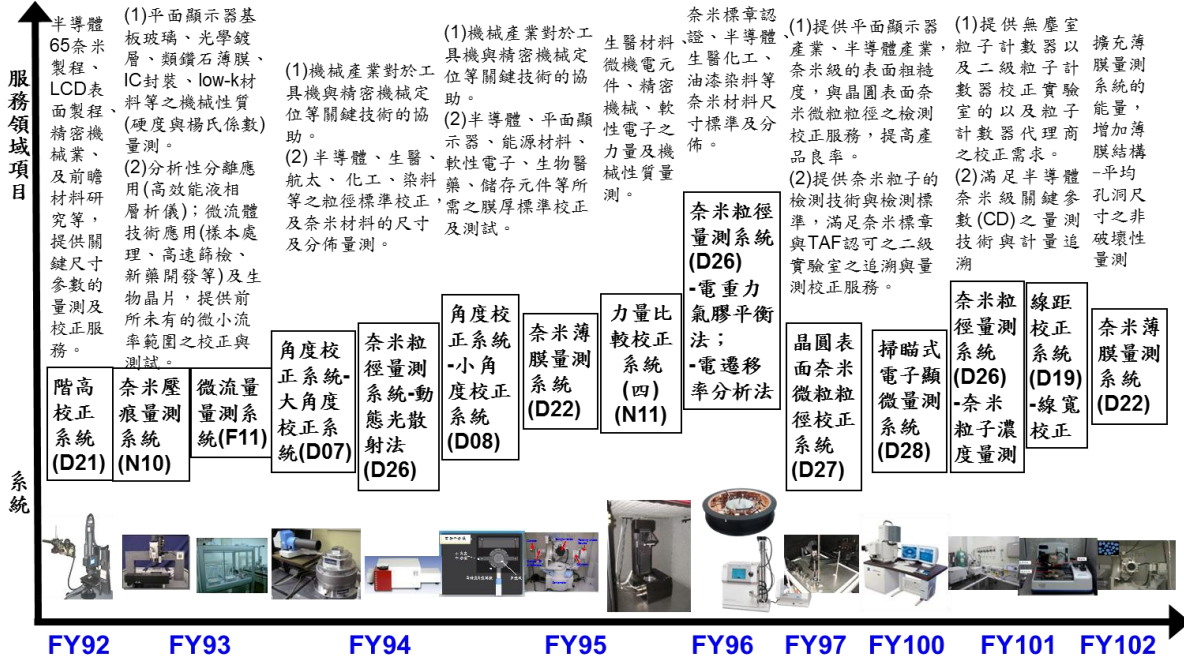
NCTU 孔隙薄膜 (10%~40%) {MSQ/PS-new: 10 wt% *1, 20 wt% *3, 30 wt% *1, 40 wt%

*2 (Measurement done) ;

	spin rate	thickness	n value	porosity	poro size(nm)	density(g/cm ³)	k value
10wt%	1000rpm	137.7nm	1.18	15.6	9.51	1.65	2.57
20wt%	1000rpm	125.6nm	1.49	27.8	9.56	1.42	2.36
30wt%	1000rpm	124.8nm	1.55	33.4	9.75	1.3	2.25
40wt%	1000rpm	137.8nm	1.41	45.3	10.23	1.07	2.12

新擴建國家量測系統

重要客戶：台積電、聯電、中華映管、華邦電、南亞科技、瀚宇、華映、統寶、凌巨、華邦、育甯、茂德、安捷倫、傑克電機、巨研科技、友嘉、南港輪胎、中國砂輪、科榮科技、清華大學、中興大學、成功大學、金工中心、工研院奈米中心&電光所&顯示中心&無線辨識科技中心&機械所，累計超過1,300件校正服務。



服務領域項目
系統

FY92 FY93 FY94 FY95 FY96 FY97 FY100 FY101 FY102

量測技術建立

- 場發射環境掃描式電子顯微技術(最佳解析度 ≤ 1 nm)。
- 氮相粒子電遷移率等效粒徑量測技術(等效粒徑 ≤ 20 nm)。
- 建立奈米微力機構建立低剛性撓性結構(彈性係數 ≤ 40 N/m)。
- 單一線寬之SWA追測量測技術，SWA最佳能力分析($< 1^\circ$)。
- 晶圓表面上散射光量測技術建立；晶圓表面微粒直徑30 nm。
- 薄膜應力量測技術(Thickness < 100 nm)。
- 奈米標準技術諮詢會(TNSC)正式成立—驅動台灣奈米技術、標準與產業邁向全球。
- 奈米粒子參考物質研製技術(SiO₂, Ag)。
- 量測範圍之最小力量至10 μ N以下解析度 ≤ 1 μ N。
- 單一線寬之LER、LWR量測技術，最佳能力分析($< 0.05W$, W:Linewidth)。
- 晶圓表面上散射光量測技術建立；晶圓表面微粒分布量測(直徑30 nm)。
- 薄膜電性量測技術(0.1 THz ~ 1 THz)。
- 薄膜拉伸量測技術(Thickness ≤ 500 nm)。
- 協調專家參加ISO/IEC/VAMAS國際奈米標準會議共10人次，參與約50項標準草案的討論與意見陳述或修改提案內容，並召開國內TNSC暨TWA八次會議。
- 追溯型FE-ESEM系統評估與查驗。
- 氣相粒子等效粒徑理論分析及線上量測系統建置與初期測試與研究(最小粒徑可量至20 nm)。
- 奈米粒子研製技術與特性分析技術(SiO₂及Ag)。
- 完成微力機構靜電力追溯，及10 μ N靜電力與1 mg法碼重量之力平衡實驗。
- 單一線寬之Cross Section LER、LWR量測技術研究。
- 晶圓表面上散射光量測技術建立。晶圓表面散射光量測系統分析(系統查驗)；晶圓表面30 nm ~ 60 nm微粒分布量測研究。
- 薄膜拉伸量測技術(Thickness ≤ 500 μ m)。
- Parallel development with IEC TC 113 PT-113 working project, 完成1份TNSC標準, 1份TNSC標準草案。
- 奈米粒子參考物質建立：Ag, 20 nm~50 nm以下, CV小於10%。
- 奈米粒子環境懸浮量測技術(10^3 至 10^4) particles/cm³ \pm (10% 至 5%)。
- 完成力量量測範圍(1 to 100) μ N之力量量測不確定度評估及AFM探針剛性量測內，部比對實驗。
- 線寬量測系統量測不確定度評估與驗證，量測範圍50 nm到1 μ m。
- 晶格階高量測技術建立(階高為0.3 nm ~ 100 nm)。
- 多孔性材料薄膜厚度量測硬體建置(流量大小為20000 sccm N₂)。
- 進行薄膜破壞韌性量測研究，膜厚300 nm至500 nm。
- 出版2份TNSC標準、進行3份TNSC標準草案、提出4份TNSC標準新提案、申請1份CNS標準、提出1份IEC TC 113標準新提案。
- 氧化鋅奈米粒子製作技術，20 nm~100 nm, CV小於15%。
- 奈米粒子比表面積量測技術：量測範圍10 m²/g~250 m²/g；量測系統評估。
- 奈米粒子表面電性量測技術：粒徑 ≤ 10 nm, 電位量測範圍(-200~+200) mV。
- 舉辦AFM探針正向剛性量測國際比對，探針剛性量測範圍(0.5 to 5) N/m, 施力範圍(0.5 to 100) μ N；已於2013 APMP TCM 會議中正式完成比對註冊。
- 完成多孔隙薄膜校正系，統評估(量測不確定度0.3 nm)與查驗，擴充校正能量。
- 階高量測技術建立(階高H為0.3 nm~ 50 nm)。
- 奈米二氧化鈦粒子製作技術，10 nm~100 nm, CV小於15%。
- 奈米粒子比表面積量測系統建置，量測範圍10 m²/g ~ 200 m²/g；量測系統不確定度 ≤ 5 %。
- 奈米粒子表面電位量測範圍(-50 ~ +50) mV, 最佳量測不確定度 ≤ 10 Mv。
- 奈米級表面粗糙度量測技術(0.3 nm<表面粗糙度(Ra) ≤ 10 nm), 量測不確定度 < 20 %。
- 出版1份TNSC標準、進行4份TNSC標準草案、申請完成1份CNS標準、持續制定及申請1份IEC TC 113標準。
- 持續與加強「奈米標準技術諮詢會」運作並積極參與國際標準會議。

FY98 FY99 FY100 FY101 FY102 FY103

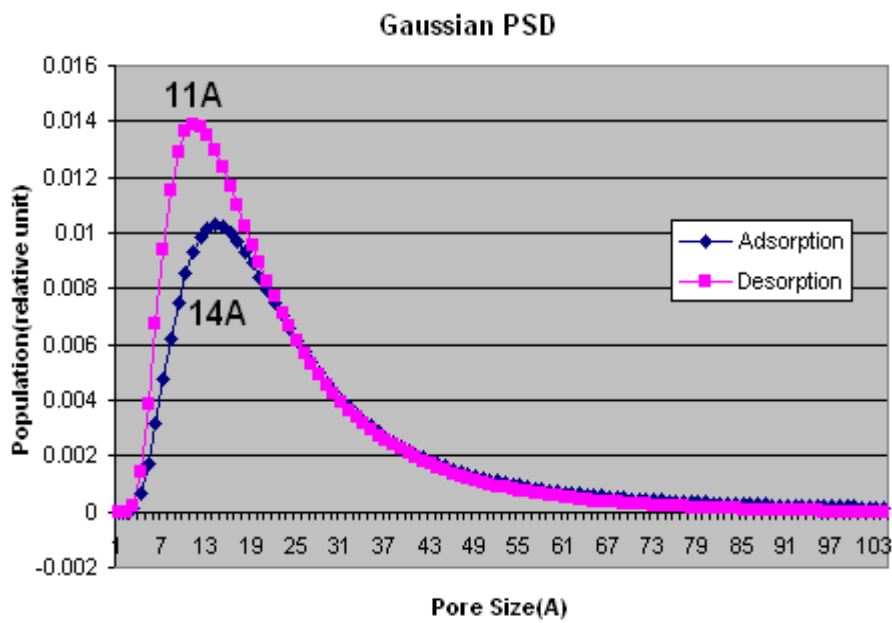
歷年成果列表

		FY98	FY99	FY100	FY101	FY102	FY103
經費(千元)		63,342	41,650	41,635	38,599	24,900	24,900
專利	申請(件)	0	1	2	2	1	1
	獲得(件)	1	2	1	1	1	0
論文	國內期刊(篇)	11	5	2	10	5	3
	國內研討會(篇)	9	11	6	3	7	8
	國外期刊(篇)	8(SCI)	8(SCI)	8(SCI)	9(8SCI)	6(SCI)	2
	國外研討會(篇)	15	14	9	7	6	4
研究報告	技術(篇)	22	9	11	10	16	6
	訓練(篇)	11	8	8	6	6	5
論壇	(場)	2	2	2	2	2	2
研討會	(場)	3	1	2	6	5	2
技術移轉	(件/千元)	5/577.665	5/803.752	2/251.406	3/639.571	3/400	2/1000
校正服務	(件)	240	270	262	259	355	220
	(千元)	2,587	2,704	2,688	2,964	3,514	2,500
新擴建查驗系統	(件)	0	0	2	2	1	2

註1:FY98~FY102經費為決算數，成果為實際達成值

註2:FY103為行政院建議金額，成果為規畫值

附件 E



NIST 量測相同試片之孔徑尺寸結果: 1.1 nm ~ 1.4 nm