

X光奈米繞射與能譜技術： 從微觀影像到材料性能優化

蔣慶有博士

國家同步輻射研究中心材料科學小組

X光結晶學發展至今，X光繞射已成為解析晶體結構與材料性質的核心工具。然而，多數天然與人工材料皆具有結構異質性與空間非均勻性，材料最終呈現的宏觀性能往往由多重微觀結構綜合作用所決定。因此，如何在微米乃至奈米尺度上直接量測局部晶體結構，已成為當代材料科學的重要研究方向。

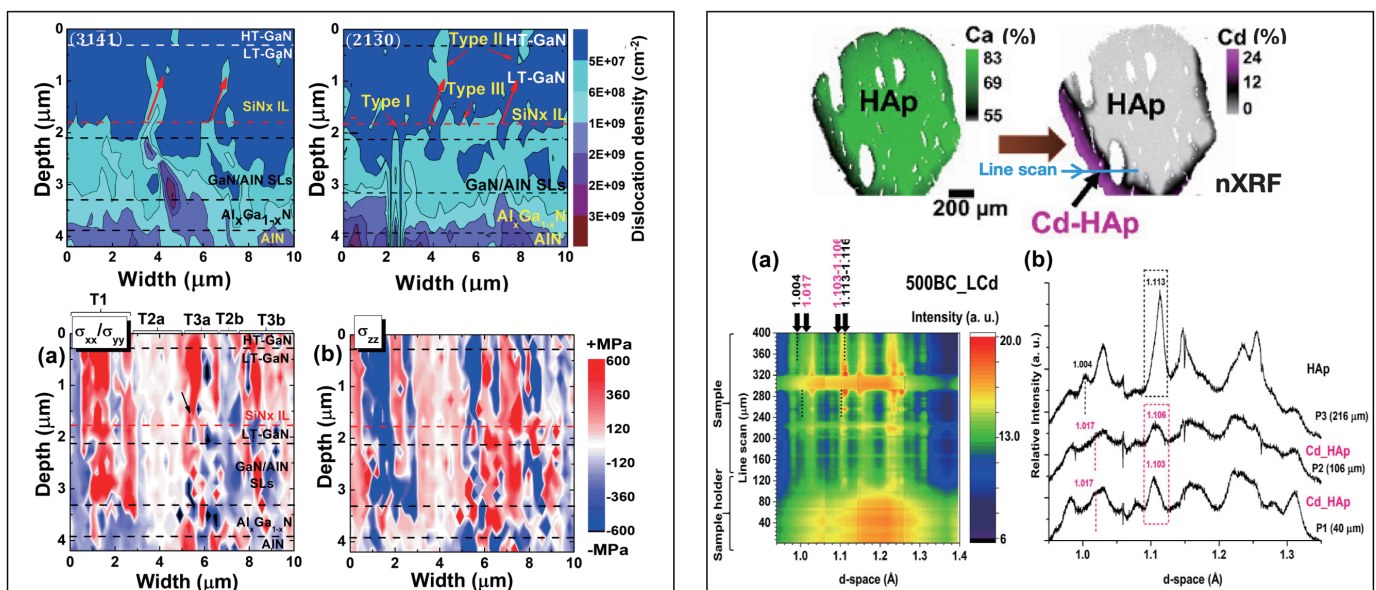
在數微米以下尺度，傳統X光繞射設備已難以有效解析晶體特性。TPS 21A 實驗站可常態性實現90奈米以下的X光聚焦光斑，發展出「奈米聚焦掃描式X光繞射影像技術」，同時配備四晶單色器(4BCM)，可在聚焦白光與單色X光間快速切換並維持焦點一致，單色X光能量涵蓋6-28 keV。結合變溫與通電樣品載台，支援多樣化原位與操作中量測。其核心實驗技術包含：

1. 奈米聚焦勞厄繞射掃描成像(Laue-XND)：用於晶粒尺寸大於光斑者(1 μm 至單晶)。
2. 奈米聚焦布拉格繞射成像(XND)：用於晶粒尺寸小於光斑、取向隨機(約50 nm 以下)。
3. 能量散佈式奈米聚焦布拉格繞射成像(ED-XND)：具備優選取向或高缺陷密度之薄膜與結構材料。
4. 奈米聚焦X光螢光顯微術(nXRF)：化學元素分佈與化學計量。

5. 奈米聚焦X光吸收能譜(nXAS)：選區探測局部結構與電子價態。

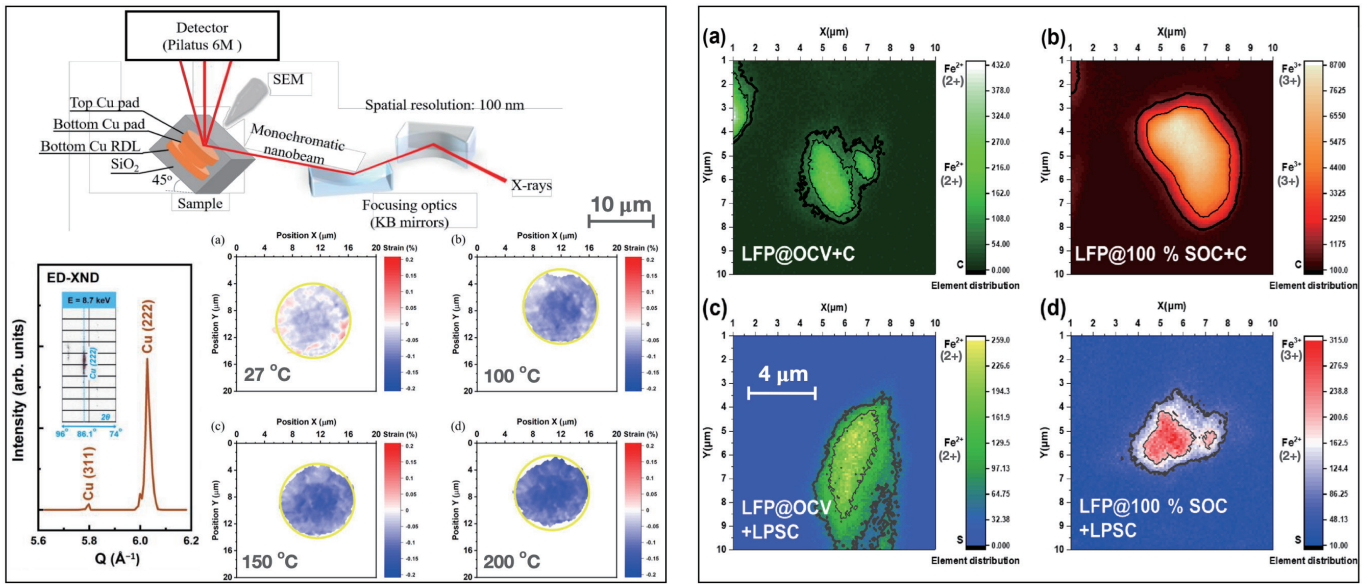
勞厄繞射自1912年提出以來，長期受限於圖樣複雜性與計算需求，直到近二十餘年隨計算能力提升才逐漸應用於同步輻射微/奈米繞射。對微結構樣品而言，白光勞厄繞射可避免樣品旋轉造成的量測區位移與穿透路徑變化，成為微/奈米尺度結構分析的理想方案。在同步輻射高強度聚焦白光照射下，樣品無須旋轉即可於毫秒尺度取得繞射圖譜，並藉由掃描量測重建晶體取向、晶界分佈、位錯密度與殘留應力場，進一步可透過刀口光圈篩選近表面結晶資訊。此技術已成功應用於GaN高電子遷移率電晶體(HEMT)研究，解析GaN/Si異質結構中穿透型缺陷與殘留應力於元件縱深的分佈，並連結多層結構中的缺陷抑制機制，為元件製程優化提供關鍵依據(圖一左)[1]。

另一方面，當材料晶粒尺寸遠小於光斑且取向隨機時，則可透過單色奈米布拉格繞射成像(XND)解析晶相與晶格常數的空間分佈，例如在骨炭吸附鎘污染的研究中，結合nXRF與XND首次直接觀測鎘於顆粒內部的濃度梯度，並確認鎘羥基磷灰石新礦物的生成，釐清其長期修復穩定性的微觀機制(圖一右)[2]。



圖一 (左) GaN HEMT 元件貫穿式差排缺陷密度以及面內與面外殘留應力縱深分佈圖。元件由下而上包含緩衝層、多層膜層、奈米掩膜、延伸層、通道層，對應著各層之間穿透型缺陷抑制機制 [1]。

(右) 骨炭吸附鎘污染物樣品 X 光螢光元素分佈，以及樣品邊緣到深層區域的線掃描奈米繞射分佈圖。桃紅色標示的繞射峰，證明除了表面吸附效應之外，亦藉由離子交換機制，生成鎘羥基磷灰石 (Cd-HAP) 礦物鎖住鎘離子污染物 [2]。



圖二 (左) 三維 IC 封裝產業中, Cu/SiO₂ 混合鍵合製程微凸塊接點在臨場接合中的應力變化趨勢以及實驗裝置示意圖。利用 ED-XND 技術進行選區繞射, 並追蹤奈米雙晶銅塊 (111) 晶面在室溫、100 °C、150 °C、200 °C 的接合應力分佈 [3]。
(右) 全固態電池中 LiFePO₄ 晶粒內部與 Li₆PS₅Cl 界面氧化價態分析。圖中分別為放電後的 LFP 與 LFP+LPSC (a, c), 與充電後的 LFP 與 LFP+LPSC (b, d) 晶粒 [4]。

對於具有優選取向或缺陷密度過高的材料, 藉由掃描入射 X 光能量, 能量散佈式奈米繞射 (ED-XND) 技術可在無須旋轉樣品下量測特定晶面的結構變化, 等效於傳統 θ - 2θ 掃描。此技術已應用於 3D IC 封裝中奈米雙晶銅微凸塊的原位研究, 成功重建熱循環過程中的應力分佈, 並證實 (111) 取向與雙晶界面可有效緩解熱膨脹不匹配所引發的剪切應力 (圖二左) [3]。

除結構分析外, 選區 X 光吸收能譜量測也是奈米聚焦 X 光的重要應用, 解析化學配位與原子短程結構。在全固態電池研究中, 整合 nXAS 的截面分析, 直接揭示 LiFePO₄ 與硫化物電解質界面處的化學降解反應與高阻抗副產物生成機制, 為界面設計提供關鍵依據 (圖二右) [4]。

總結而言, 奈米聚焦 X 光繞射與能譜技術能在奈米尺度下, 以非破壞、高穿透方式量測實際材料與完整元件結構, 並定量提供晶體取向、應變、殘留應力與化學狀態等資訊, 補足電子顯微鏡在體積解析與真實操作條件分析上的限制。從半導體、先進封裝到金屬、能源與環境材料, 奈米聚焦 X 光技術已成為連結微觀結構解析與材料性能優化的重要研究平台。

參考文獻：

1. T. T. Mai *et al.*, ACS Appl. Nano Mater. **8**, 15187 (2025).
2. P. P. Biswas *et al.*, Chemosphere **337**, 139357 (2023).
3. W. Y. Hsu *et al.*, Nanomaterials **13**, 2448 (2023).
4. B. Y. Tsai *et al.*, J. Phys. Chem. C **127**, 14336 (2023).

用戶資訊

實驗計畫申請

2026-2 期實驗計畫申請目前審核中

2026 年第二期 (2026 年 7 - 12 月) 實驗計畫申請目前正陸續進行初複審中, 核定的光束線排程後續將於 6 月初公告於用戶入口網。

2027-1 期實驗申請預告

2027 年第一期 (2027 年 1 - 6 月) 光束線使用預計 2026 年 7 月初開放申請, 截止日期為 2026 年 8 月 17 日 (一), 歡迎計畫主持人踴躍上網 (<http://userportal.nsrrc.org.tw/>) 提出計畫申請。

其他資訊

為鼓勵優秀研究生投入加速器光源研發與應用, 以培育光源科技人才。國輻中心提供加速器光源研究領域研究



生獎學金, 評審著重於學業及學術表現、發展潛力、參與計畫經驗、研究主題與本中心加速器光源研發與應用等領域契合度。獎學金每年 6 月 1 日至 7 月 31 日開放申請, 歡迎碩博士生踴躍提出申請。

為提升系統服務品質與作業效率, 宿舍及學舍申請系統已完成改版並正式上線。即日起宿舍預約需求, 請使用新系統完成預約作業如有疑問, 歡迎洽詢宿舍櫃檯 (分機 4130; Email: dorm@nsrrc.org.tw)。