

掲示板

表面分析研究会 第43回研究会

XPS-WG 議事録

日時: 2014年6月14日 9:30-12:00

場所: 国際ファッションセンター KFC Hall&Rooms Room115

参加者: 田沼 繁夫(NIMS)、速水 弘子(日鉄住金テクノロジー株)、岡嶋 康雄(奈良先端技術大学)、安福秀幸(リコー)、田中 章泰(日本電子株)、岩瀬 鋭二良(旭化成株)、風間 美里(旭化成株)、水澤 岳(富士通クオリティラボ株)、姜 健(株)HGSTジャパン)、大和 弘之(栃木県産業技術センター)、島 政英(日本電子株)、石川 遼太郎(浜松ホトニクス)、安野 聡(高輝度光科学研究センター)、伊藤 芳孝(株)ブリヂストン)、森岡 多佳子(日本板硝子株)、勝見 百合(YKK)、吉川 英樹(NIMS)、陰地 宏(高輝度光科学研究センター)、木村 昌弘(JX日鉱日石金属株)、渡部 大介(アルバック・ファイ株)、藺林 豊(京都大学)、高野 みどり(パナソニック株)AIS社) (敬称略)

1. テーマ「相対感度係数の見直し」について、テーマ内容の再検討

田沼氏にISO18118(JIS K 0167)の解説を含めた相対感度係数を用いた定量について講義していただいた。相対感度係数算出はバックグラウンドを正しく定義する問題に帰着するため、まず、メンバー全員がISO18118(JIS K 0167に翻訳)に立ち返って、感度係数を使った定量計算を自分で計算してみることから始めることとした。

2. 各テーマに分かれて討議実施

< I > 有機物損傷

参加者: 安野、伊藤、森岡、島、石川(リーダー)、大和 (敬称略)

1. リーダーの選出

浜松ホトニクス 石川さん

2. 先行文献の確認

SASJの試料ホルダー(位置再現性が高い、ホルダーに穴が開いており、試料とホルダーのコンタクトによる条件のばらつきがない)を用いることにより、再現性の良いデータが得られた(2000年代前半)。

→ホルダーはSASJから提供…橋本さん(JFEテクノリサーチ)から島さんへ10個送付予定。

先行文献のRRTによりデータの再現性が得られたため、まずこの追試を行う。

3. 追試を行うための試料の選定、測定条件設定

試料: 適当な時間で損傷する、先行文献と合わせる、手に入りやすいとの条件からPTFE(Poly Tetra Fluoro Ethylene)、PVC(Poly Vinyl Chloride)を用いることとする。実験には同一ロットの試料から切り出し、全員に配布する。

→PTFEは変化しにくいとの意見あり。岩瀬さん(旭化成)から試料情報いただく予定。

→島さんが試料ホルダーのAgとセルロースフィルムについて試し測定実施予定。

4. 分析条件

エネルギー分解能 Ag3d5/2が1 eV

測定元素 PVC: Cl2p、C1s(1元素、約1分) × 15~30回測定し約1時間分のスペクトルを取得

PTFE: F1s、C1s(1元素、約1分) × 15~30回測定し約1時間分のスペクトルを取得

他の条件は装置依存性が高いため、各自の条件で自由に設定する

② XPSによる定量(暫定) (相対感度係数の見直し改め)

参加者: 速水、田中、安福、岡嶋(暫定リーダー)、岩瀬、風間、水澤、姜健、田沼(敬称略)

素朴な疑問

定量の精度・再現性はどの程度？

正しく定量できない場合をどう考えるか？例：酸化鉄

BGの引き方の問題？

「感度係数」を見直す？ ← Wagner論文の見直し？

ISO18118 (JIS K 0167)および関連ISOに立ち返る

感度係数の使い方・定量計算方法を自分で確かめる

Cu, PETを使う (PETは配布・・・岩瀬さん(旭化成)ご提供)

→後日コメントいただく

PETのC, Oを定量するなら, C, Oの標準試料を測るべき(例, C: グラファイト, O: SiO₂, Al₂O₃等)

定量の注意点・問題点を共有 → WGの方向性を確認・再考

田中リーダーが次回以降も来られない場合、新リーダーを決定する必要あり

③COMPROデータベース構築

出席者: 高野、勝見、木村、渡部、園林、陰地、吉川(リーダー) (順不同、敬称略)

討議内容

1. 今までメールベースで議論をした内容の確認

今までにメールベースで議論した今後の作業手順について確認を行った。その作業手順を以下に示す。

①スペクトルデータベースとして記録する各項目を挙げる。

各項目の名称を決める際に、二重定義が無いように名称を合理的に決める。

ISO 14976, 14975やSASJデータベース委員会の報告書を参考にした名称にする。

②各項目に優先順位(ランク)をつける。

「優先順位の高い項目が数多く記入されたスペクトルデータは信頼性が高い」として、各スペクトルデータのランク付けの判断をユーザー自身でできるようにする。

③スペクトルデータの記述フォーマットの検討

SASJのデータフォーマット検討WGと連携する

④スペクトルデータを取得する実測定の推奨レシピを決める

⑤スペクトルデータの効率的な収集の方法を検討

⑥スペクトルデータの収集とCOMPROへの組み込み

⑦普及活動

スペクトルデータを使ったアプリケーション(多変量解析など)を示すことでスペクトルデータベースの普及活動を行う

2. データフォーマット検討WGの進捗状況の報告(渡部、吉川)

データフォーマット検討WGの検討状況の概要報告が以下のように吉川氏からあった。

・XMLフォーマットでのデータの記載をユーザーに要求するのは、ユーザーにとって敷居が高いため、ユーザーには(仕様が決められている)Excelのファイルにデータを書き込んでもらうように検討を始めている。

・このExcelのファイルをXMLフォーマットに変換するソフトウェアは、データフォーマット検討WGで作成する。

・Excelファイルではどうしても機能が限定されてしまうので、それで不足を感じるパワーユーザーには、直接XMLファイルを編集してもらう。

上記のExcelファイルの例について、渡部氏から説明があった。多次元のデータの記録の仕方について議論を行った。

3. スペクトルデータベースに記録する各項目の決め方の議論

次ページに示すように各項目を挙げた。途中で時間切れのため、続きはメール会議で行う。

4. スペクトルデータベースに記録する各項目をリストアップする作業の分担と今後の活動方針
検討時間が足りず、作業分担の割り振りまでは行えなかった。今後は、次ページのリストに各人が新たな項目を追記して、項目がある程度挙がりきったところで作業分担を検討する予定。

スペクトルデータベースに記録すべき項目のリスト

●数値データの並び

多次元数値データの並び

●スペクトル処理

Augerの微分、
スムージング

●試料

形態(ペレット、粉体、板)

ホルダーへの固定法(カーボンテープ、押さえ板、インジウム埋め込み)

表面汚染の情報

●試料前処理

イオンビームスパッタ、やすりがけ、破断、酸によるエッチング処理、大気中加熱

●実験条件

X線源(ビームラインを含むX線光学系の条件、Al管球、Ag管球、He光源)

入射プローブ(X線、電子線)のビーム径

入射プローブ(X線、電子線)のフラックス

幾何学的配置(X線、アナライザー、試料ステージ)

pass energy

エネルギースリットのサイズ

測定モード(角度分解測定モード、全角度測定モード)

電子検出器のモード(パルスカウンティング、アナログ計測)

中和

真空度

試料温度(加熱、冷却)

試料バイアス

●装置校正

エネルギー校正