

掲示板

## 第44回表面分析研究会 XPS WG 議事録

日時：2015年2月26日（火） 13:00～

場所：航空会館 501+502 会議室 （東京都港区）

### < 1 > 有機物損傷グループ

参加者（敬称略）：鈴木 昇（宇都宮大学），當麻 肇（㈱日産アーク），大和弘之（栃木県産業技術センター），  
島 政英（日本電子㈱）

1. 前回研究会からこれまでに先行文献の RRT（穴空きホルダーによる損傷実験）の追試を実施。  
現在の提出機関のデータ確認を行った。

< 追試試料と条件 >

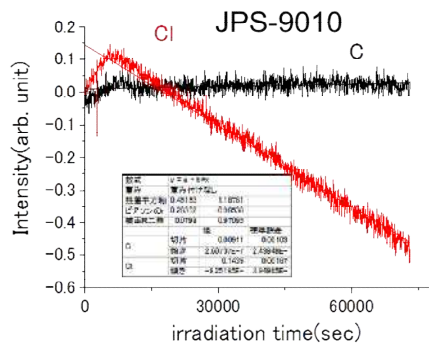
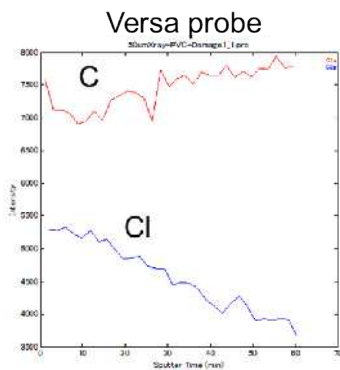
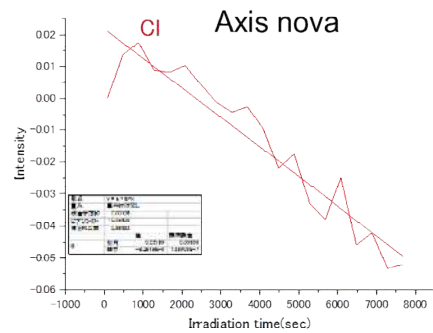
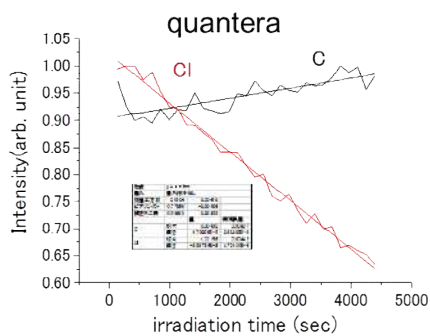
- ・ 試料：穴空きホルダーと共に配布された PVC（Poly Vinyl Chloride）。  
（以前の損傷実験時に使用した試料の残り）
- ・ 分析条件  
エネルギー分解能：Ag 3d5/2 が < 1 eV  
測定元素 Cl 2p, C 1s（1 元素，約 1 分）×15~30 回測定し約 1 時間分のスペクトルを取得。  
他の条件は装置依存性が高いため，各自の条件で自由に設定する。

○各機関の測定結果プロファイルとまとめ

参加機関	装置	ホルダー	出力(W)	scan	面積	take off angle	K:損傷係数	K':損傷係数 /(出力/面積)
A	quantera sxm	孔あき	mono	23.6なし	0.1	45	9.00.E-05	3.81.E-07
B	versaprobe II	孔あき	mono	12.5なし	0.05	45	9.00.E-05	3.60.E-07
	versaprobe II	孔あき	mono	あり	1mm	45		
	ESCA5400	孔あき	Mg	なし	15mm	46		
C	axis ultra DLD	孔あき	mono	150なし	1	90	1.00.E-05	6.67.E-08
		孔なし						
D	JPS-9010		mono	300なし	3	80	8.00.E-06	8.00.E-08

- ・ プロファイルは次頁参照。
- ・ 標準試料は測定していないものが多かったため，出力/X線照射面積で損傷係数を規格化。
- ・ オーダーはおおよそ同じようにみえる。
- ・ 正確なフラックスを求めることは難しいため，各自再現性のデータを測定しておく。（N=3）  
→ PVC の損傷時間を定義し，それを規格化の数値として決めるのがいいのでは？

各機関の測定結果プロファイル



2. 大和さんの測定結果について討議と考察

損傷係数 (孔あきのホルダー) < 損傷係数 (下地 SUS)

SASJ のホルダーの目的は、再現性の向上であり、  
熱はたまるため損傷が大きいと考えていた。

→ この結果は逆のように見える。

- ここを課題として、検証の実験を行ってみる。

下地を変える(2次電子の放出効率を変える), PVC の厚みを変えてみるなどの実験を行って検討してみる。(損傷後の試料を GCIB でデプスを行ってみる)。

Conditions		$k \times 10^5$	
X-ray	Sasj Holder	ave.	$\sigma$
mono Al	○	1.02	0.04
mono Al	×	1.53	0.28
Mg	×	4.39	0.03

(島 記)

< 2 > 定量グループ

参加者 (敬称略) : 西田真輔 (古河電気工業(株)), 安野 聡 (JASRI), 安福秀幸 ((株)リコー), 速水弘子 (日鉄住金テクノロジー(株)), 岩瀬鋭二良 (旭化成(株)), 景山大輝 (日本板硝子(株)), 岡島康雄 (奈良先端大)

1. Wagner の相対感度係数と ISO18118 の相対感度係数の違いについて認識を共有した。

Wagner の相対感度係数 :

- 相対感度係数を決定したい元素 x について標準物質 X を準備する。
- 標準物質 X は元素 x を必ず含み, また基準となる元素 s (標準元素: 典型的には F) も必ず含む。
- 参照物質 S は必要ない。
- 標準物質 X を用いて測定された標準元素 s のピーク強度は, この標準試料に含まれる元素 x に対して

のみ用いる。別の物質を構成する元素の相対感度係数の算出に用いてはならない。

ISO18118 の相対感度係数：

- ・相対感度係数を決定したい元素 x について標準物質 X と参照物質 S を準備する。
- ・標準物質 X は元素 x を必ず含むが、しかし基準となる元素 s (標準元素：Ag や F など) は含んでも含まなくてもよい。
- ・参照物質 S は基準となる元素 s (標準元素) を必ず含む。
- ・参照物質 S を用いて測定された標準元素 s のピーク強度は、すべての元素の相対感度係数の算出に用いる。

## 2. 実験について協議した。

測定目的：

合金→ それぞれの流儀で相対感度係数を算出してみる。

有機物→ 炭素と酸素を含む複数の化合物を測定し、Wagner の経験則※の正しさをチェックする。

※Wagner の経験則：ある元素 x の感度係数は、その元素 x が含まれる物質 X が異なればその絶対的な値は異なるだろうが、しかし元素 x と元素 s とを含む二つ (以上) の異なる物質を比較したとき元素 x と元素 s の感度係数の「比」はほとんど変わらない。

測定試料：

○Co/Ni 合金 (過去 VAMAS にて使用サンプルを待ちまわりで測定予定) 三井化学分析センター塩沢様よりご提供いただいた。

Co メインピーク 2p に Ni LMM ピークが重なる問題、磁性材料の問題が考えられる。

→ 対策について討議した。測定する際は、1 シリーズしか存在しないため順番にまわす必要がある。とり急ぎ日鉄住金テクノロジー(株)速水が預かる。

別途合金 (Au-Cu 合金) が購入可能か、旭化成(株)岩瀬様にご確認いただく

○有機物 (案)

→ 旭化成(株) 岩瀬様に試料準備していただく。

ポリビニルピロリドン PVP

ポリスルホン PSF

ポリジメチルシロキサン PDMS

ポリエチレンテレフタレート PET

ポリメチルメタクリレート PMMA

ポリカーボネート PC

洗浄法は今後検討する。(有機洗浄のみでフレッシュ面が可能との意見が出た。)

装置関数の測定方法の再確認

各自調査実施する。

## 2. サブリーダーを選出した。

→ 日鉄住金テクノロジー(株) 速水

(速水, 岡島 記)

### < 3 > スペクトルデータベースグループ

参加者(敬称略): 吉川英樹(NIMS), 吉原一紘, 菌林 豊(京都大学), 勝見百合(YKK(株)), 陰地 宏(JASRI), 渡部大介(アルバック・ファイ(株)), 田中博美(米子工業高等専門学校), 松本 凌(米子工業高等専門学校), 高野みどり(パナソニック(株)AIS社)

#### 1. 小グループ分けの提案

- ・「データフォーマット案検討グループ」と「データ収集グループ」に分けて同時進行で進める。(ただし、データ収集前に基本フォーマットは作成.)

##### a) データフォーマット案検討グループ

- (メンバー: 吉川(リーダー), 吉原, 渡部, 木村)
- ・全メンバーの意見を入れてデータフォーマットの案を作成
  - ・COMPRO へのスペクトルデータの組み込み
  - ・(XML形式を使った) データフォーマット検討 SG との連携

##### b) データ収集グループ

- (メンバー: 菌林(リーダー), 陰地, 勝見, 田中, 高野, 松本)
- ・既報データの収集
  - ・既存のデジタルスペクトルデータの収集
  - ・論文のデータのデジタル化
  - ・新たな実測データの取得
  - ・実測レシビ(survey, Cu2p reference peak etc.)の決定
    - XPS WG の他のグループ(定量, 損傷)と連携. 測定時に適用してもらい, 両グループのデータもデータベースに登録できるようにしたい.
    - 定量担当の岡島さん, 損傷担当の島さんに打診済み.
    - 試料により応用出来るよう, 必要最小限の決め事に留めておく.
  - ・試料の選定と入手

#### 2. データフォーマット

##### (1) 材料情報を記述する既存のデータフォーマットの活用の検討報告

- 現在, 十分に使える既存のデータフォーマット見つからず.
- ・NIST 提唱の材料情報の記述形式 MatML...2005年に立消え.
  - ・産総研と NIMS の熱電材料のデータベースの統合の連携プラットフォーム構築事業(H18~H19)
    - ...事業の終了と共に終了, 発展無し.
  - ・NIMS の研究員が作成した材料データフォーマットの活用交渉中.

##### (2) Excel ファイルの形式の補足事項

- ・項目名の単語数が多くなり, 意味の切れ目がある場合には, 切れ目の文字を大文字にする. 先頭文字は大文字にする.

例: neutralization\_source\_polar\_angle\_of\_incidence → Neutralization\_source\_Polar\_angle\_of\_incidence  
なお, XML 版は, 原則小文字にして, 意味の切れ目は階層構造で実現する.

- ・データ列表現  
ブロック番号やラベルは, 強度軸の上のみ書くことに変更する.

##### (3) データファイルのフォルダ分け

- ・年単位のフォルダ内にデータファイルを格納する  
全データファイルを同一のフォルダに格納すると, ファイル数が膨大になった場合に検索スピードが著しく低下するため.

(4) 複数のデータファイル間の連携の記述の仕方

- ・連携を記述する index file の管理者

(案) 唯一の index file に複数の者が逐次書き足す.

→ ファイル管理上の問題が生じる

→ (決) 複数の index file を用意し, 各 index file の管理者を限定する.

- ・連携を記述する index file の格納フォルダ

(案) データファイルと同じ (年単位の) フォルダ内に index file を作成.

→ 年を跨る一連のデータの扱いに支障あり.

→ (決) index file と並列して年単位のフォルダ作成, その下にデータファイル作成.

- ・ index file 内に連携する各ファイル名を書くときは, 年のフォルダ名をファイル名の頭に付ける.

- ・ 検索用 index file を別途作成する. 書式はデータフォーマットグループで検討.

(5) 試料の表現の仕方・・・後日検討.

(6) 後藤先生用のデータベースフォーマットを至急作成する (吉川担当)

3. 実測スペクトルを得る手順

(1) 測定レシピの検討

- ・ データ収集グループでメールベースで討議, 基本形を作成する (目標: 3月末).

- ・ 次回7月の研究会でレシピの見直しが出来よう, 1回は測定する.

- ・ はじめはグループメンバー全員同じ試料 (SiO<sub>2</sub> 等入手し易いもの) で測定し, 手順とデータを確認する.

- ・ リファレンスは ISO に準じて Au, Ag, Cu を測定 (の予定).

→ 手元に無い場合は?

(高野, 吉川 記)