



文部科学省マテリアル先端リサーチインフラ (ARIM)

# ARIM

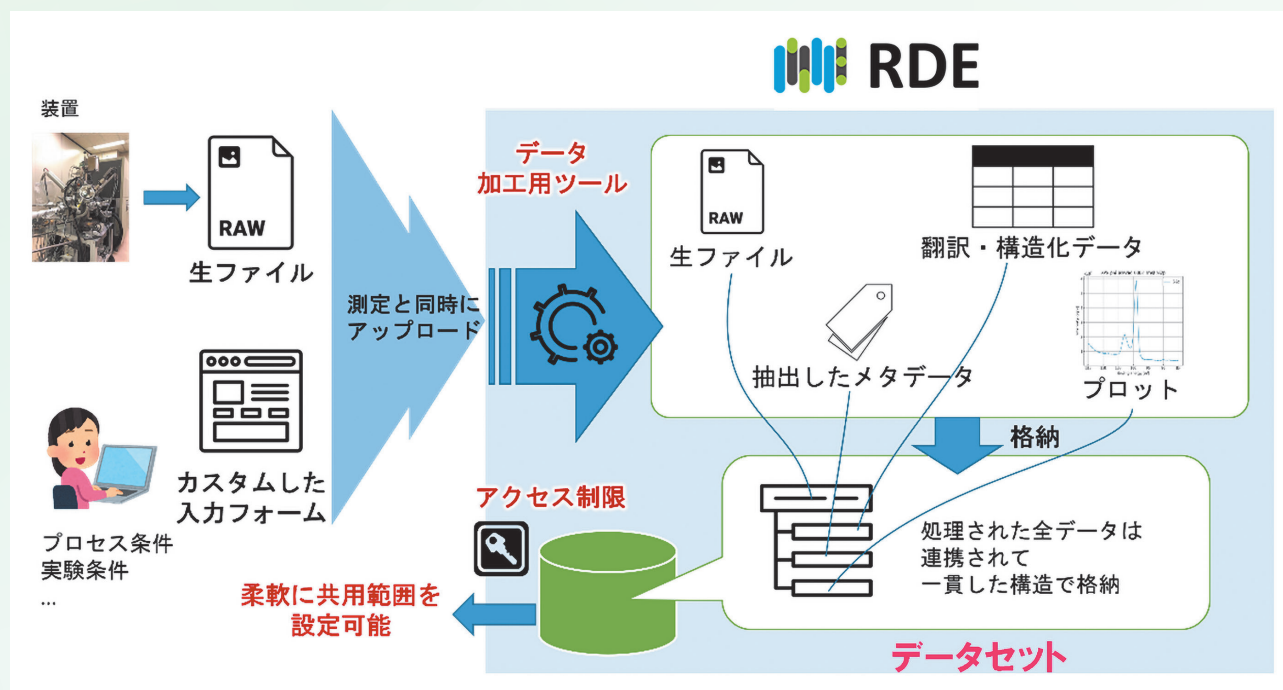
## データリファレンスガイド

データ利活用のための推奨測定条件・選定メタデータ

X線光電子分光装置: 日本電子編

## データリファレンスガイドのご案内

材料研究における新たなアプローチとして、データ駆動型材料研究が注目されています。この手法は、大量のデータを活用し、材料の特性や挙動を解析・予測するもので、従来の実験や理論に基づく研究に加え、データの力を活用して研究の効率化や新材料の発見を目指すものです。こうしたデータ駆動型材料研究の推進に向けて、ARIM 事業では先端的な材料計測装置の共用化を進め、得られたデータを将来的に広くシェア・活用できる基盤（システム名：RDE）を構築しました。



しかし、異なるメーカーやユーザーによって取得されるデータを有効に利用するためには、データ取得方法や装置メタデータの共通化が重要です。データの記録項目が不足していたり、装置ごとの設定が異なると、データの比較や再利用が難しくなります。そこで、各メーカーの装置ごとに、推奨される測定方法や記録項目のガイダンスとなる「データリファレンスガイド」を作成いたしました。

このガイドに基づいて取得されたデータは、異なる装置で得たデータとも統合しやすく、データ駆動型材料研究の基盤として役立つことが期待されます。

なお、本リファレンスガイドはマテリアル先端リサーチインフラ（ARIM）に参画する機関が保有する装置に限って作成されており、限定された装置のみに適用されます。

## 用語の定義

### • 推奨測定条件：

データ利用を行う際に、対象の材料に応じた測定が行えるように設定された推奨の測定条件（例：サンプルサイズ、前処理、計測条件のほか装置の設定条件など）

### • ARIM 登録ファイル：

さまざまな測定装置で出力・保存可能なデータフォーマットのうち、ARIMにおいてRDEへ登録するときの指定フォーマット（拡張子）。

### • 手入力データ：

RDEでユーザーが直接入力する画面において表示される試料に関する詳細情報（例：試料の前処理方法や測定の補助情報など）。

基本情報

記入年月日 2023-02-16 JST

装置 原子分析電子顕微鏡

データ入力者(所属) MATSUNAMI, Shigeyuki (NIMS)

データ所有者(所属)

データ名

実験ID 実験IDを入力してください。

説明 Resolution check at 80 kV

固有情報

TEM像の種類(BF/DF/...) [TEMの場合] TEM像の種類を選択してください

照射半角 [TEMの場合] 照射半角を入力してください mrad

対物絞り径(半角) [TEMの場合] 対物絞り径(半角)を入力してください mrad

STEM像の種類(BF/ABF/ADF/HAADF/...) BF

収集半角 18 mrad

取り込み半角(内側) 0 mrad

取り込み半角(外側) 5 mrad

電子銃 Schottky emission gun

プローブ電流 5 pA

倍率枚数 1

検出方位 検出方位がわかれば記入してください

測定温度 測定温度を入力してください °C

電子ラボノートのような記録フォームで便利!

データ登録者

実験固有情報/  
装置固有情報

• 試料の前処理条件  
• 測定の補助情報  
など

図：RDEにおける手入力データの入力画面

### • 選定メタデータ：

第三者による再現性の確保やデータ解析において特に重要な計測条件および装置情報に関するメタデータ。

### • 選定メタデータのjsonスキーマ：

選定メタデータをRDEで取り込むためのjson形式によるスキーマ定義で、metadata-def.jsonで規定。

```
{
  "comment": {
    "name": "コメント",
    "ja": "コメント",
    "en": "Comment"
  },
  "schema": {
    "type": "string"
  },
  "description": "コメント/Comment",
  "uri": "http://nims.go.jp",
  "variable": 1
},
{
  "dateTime": {
    "name": "測定日時",
    "ja": "測定日時",
    "en": "Measurement_Time"
  },
  "schema": {
    "type": "string",
    "format": "date-time"
  },
  "description": "測定日時/Measurement_Time",
  "uri": "http://nims.go.jp",
  "variable": 1,
  "action": "get_datetime(dateTime)"
},
{
  "operator": {
    "name": "オペレーター名",
    "ja": "オペレーター名",
    "en": "Operator_Name"
  },
  "schema": {
    "type": "string"
  },
  "description": "オペレーター名/Operator_Name",
  "uri": "http://nims.go.jp",
  "variable": 1
}
```

```
"constant": {}
"variable": [
  {
    "comment": {
      "value": "Sample"
    },
    "dateTime": {
      "value": "2019-03-04T11:25:43"
    },
    "operator": {
      "value": "semi_stu"
    },
    "instrument": {
      "value": "JSM-6510"
    },
    "acceleratingVoltage": {
      "value": 20.0,
      "unit": "kV"
    },
    "magnification": {
      "value": 4000
    },
    "signal": {
      "value": "SEI"
    },
    "stagePositionX": {
      "value": -12.836,
      "unit": "mm"
    },
    "stagePositionY": {
```

図：RDEにおける選定メタデータの定義スキーマとそれから得られる出力メタデータ



## 概要

装置名	X線光電子分光装置 (XPS)
製造メーカー	日本電子株式会社
製造モデル	JPS-9010TR, JPS-9200
対象物	半導体、金属、絶縁体、有機、高分子材料など、様々な材料に適用可能。
測定対象	固体、薄膜、粉体
サンプル調整	非破壊
測定環境	超高真空下
測定情報	元素同定、元素定量、化学結合状態

## 保有機関

機関名	機器ID	ARIM 装置名	モデル
筑波大学	BA-015	X線光電子分光装置	JPS-9010TR
北海道大学	HK-201	X線光電子分光装置	JPS-9200
北海道大学	HK-406	X線光電子分光装置	JPS-9200
電気通信大学	UE-007	X線光電子分光装置	JPS-9200



## 装置の特長・目的

X線光電子分光法 (XPS) は固体表面にX線を照射して表面から放出される光電子のエネルギーを分析することにより、固体表面の元素同定や元素定量および化学結合状態を分析する手法です。XPSは以下の特徴を持ちます。

- 軟X線 (Al 線源、Mg 線源) を用いると～10nm程度の検出深さで分析が可能
- Li以上のすべての元素が分析対象
- 検出下限はおおよそ0.1 atomic%程度
- 10数  $\mu\text{m}$  程度の微小領域分析が可能 (注：JPS-9200での最小分析径は30 $\mu\text{m}$ )
- 基本的に非破壊分析法であるが、イオンスパッタリングと組み合わせる (破壊法) ことにより深さ方向分析が可能
- 金属、無機物や有機物まで幅広い材料を分析可能
- 超高真空下で分析することが必要

XPSはこれらの特徴を活かして薄膜や積層膜の表面・界面分析、表面処理材料の状態分析、表面における劣化・故障解析などに用いられます。

(引用文献：日本表面科学会編 (1998) 表面分析技術選書 X線光電子分光法 丸善出版、ISBN 978-4621081556)

## 装置外観



# 1 装置編

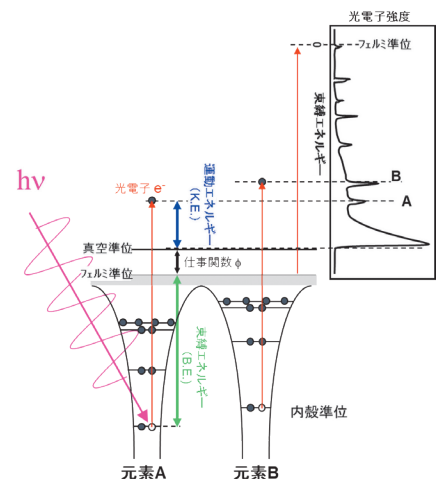
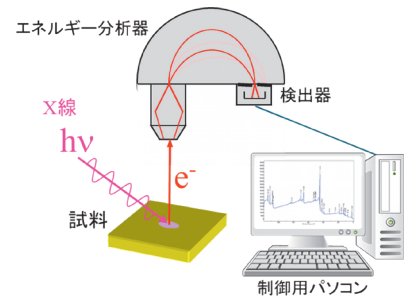
## 計測原理

XPSはX線を試料に照射して試料表面から放出された光電子の運動エネルギーを分析する手法です。X線の励起エネルギー ( $h\nu$ ) と試料表面に存在する元素が持つ電子軌道の束縛エネルギー (B.E.: Binding energy) とその電子軌道から放出された光電子の運動エネルギー (K.E.: Kinetic energy) との間には下記のようなエネルギー保存則が成り立ちます。

$$h\nu = K.E. + B.E. + \Phi \quad (\Phi: \text{試料の仕事関数})$$

X線の励起エネルギーは既知であるため、光電子の運動エネルギーを測定すれば光電子が存在した電子軌道の束縛エネルギーが求まります。この束縛エネルギーは元素固有の値を持つため、元素の同定を行うことができます。また、検出された各元素のピーク面積とそれらの相対感度係数を用いて元素定量を行うことができます。さらに、同一元素の同一軌道の束縛エネルギーは、注目している原子の結合状態により変化(化学シフト)するため、この変化量を読み取ることで元素の化学結合状態を分析することができます。

(引用文献: 引用文献: 日本表面科学会編 (1998) 表面分析技術選書 X線光電子分光法 丸善出版、ISBN 978-4621081556)



## 推奨測定条件

### • サンプルサイズ:

基本的には縦 10 mm × 横 10 mm × 高さ 2 mm 以内

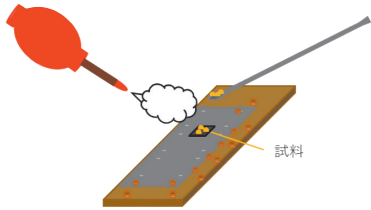
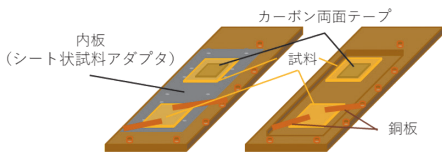
### • 前処理:

サンプルから出るガスを極力少なくするため、真空デシケーターへ入れ脱ガスを行う。その他、加熱が可能なサンプルについては、100℃下で加熱を行い、脱ガスを行う方法も有効。また、表面敏感な装置のため、試料表面には触れないよう注意すること。試料の試料ホルダーへのセッティング方法を付帯情報として表1に記す。

### • 推奨実験条件:

推奨実験条件を次の表2に示す。(ピンクでハッチングした項目が該当条件)

表 1：試料の試料ホルダーへのセッティング方法について

資料形状	基本的な固定方法	備考
粉体	<p>① カーボン両面テープを5～8mm×横5mm程度にカット、試料ホルダへ貼り付ける。</p> <p>② スパチュラ約1杯分を①で貼り付けたカーボン両面テープへ振りかけ、スパチュラの背でしっかりと押しつけて試料を固定する。</p> <p>③ 試料ホルダに振動を加えて余分な試料を落とす。</p> <p>④ ブLOWERを強めに数十回吹きかけて、更に余分な試料を落とす。</p> 	<p>・その他、インジウム箔に埋め込む手法、ペレット状に成型、粉体専用ホルダへの圧着、基盤や薄膜上へ接着も可能</p>
基盤板状	<p>・専用の銅板を用いて、基盤の2箇所を固定</p> <p>・銅板が使用できない場合は、カーボン両面テープを試料サイズより小さい大きさにカットし、両面テープにて貼り付ける容量で固定</p> 	<p>・資料に厚みがある場合(高さ2mm)は、内板(シート状試料アダプタ)を取り外す</p> <p>・カーボン両面テープを上面に這わす形で固定することも可能</p>

- ※1 アルゴンスパッタ時に、隣接する他試料にスパッタされた成分が付着する恐れがあるため、試料間の距離は出来るだけ離すこと。
- ※2 粉体でも基板でもないもの(例えば線状、岩石系、ゲル状など不定形)については、装置担当へ確認すること。基本的には何かしら加工を行って薄い板状に近づけ、貼り付ける、留める方法が望ましい。
- ※3 カーボンテープが目視で見える状態で分析を行うと、テープ由来の情報が検出されてしまうため、隠れるように試料を貼り付けること。

表 2-1：Wide scan の推奨実験条件

<wide scan> normal

項目名	単位	値			
装置機種名		JPS-9200	JPS-9200	JPS-9200	
装置メーカー名		JEOL	JEOL	JEOL	
提案機関		北大	北大	北大	
X線源		Mg Kα	Al Kα	Al Kα (mono)	
X線出力	W	100	100	300	
Pass Energy	eV	50	50	50	
前述のPass Energyでのエネルギー分解能	Ag3d <sub>5/2</sub> のFWHM	eV	1.95	1.95	1.87
	計算値	eV	—	—	—
	Auフェルミ端	eV	—	—	—
計測するBinding Energyの最小値	eV	0	0	0	
計測するBinding Energyの最大値	eV	1200	1400	1400	
Energy Step	eV	1	1	1	



表 2-2 : Narrow scan の推奨実験条件

<narrow scan> normal

項目名		単位	値		
装置機種名			JPS-9200	JPS-9200	JPS-9200
装置メーカー名			JEOL	JEOL	JEOL
提案機関			北大	北大	北大
X線源			Mg K $\alpha$	Al K $\alpha$	Al K $\alpha$ (mono)
X線出力		W	100	100	300
Pass Energy		eV	10	10	10
前述のPass Energyでのエネルギー分解能	Ag $3d_{5/2}$ のFWHM	eV	0.88	1.03	0.57
	計算値	eV	—	—	—
	Auフェルミ端	eV	—	—	—
Energy Step		eV	0.1	0.1	0.1

<narrow scan> coarse

項目名		単位	値	
装置機種名			JPS-9200	JPS-9200
装置メーカー名			JEOL	JEOL
提案機関			北大	北大
X線源			Mg K $\alpha$	Al K $\alpha$
X線出力		W	100	100
Pass Energy		eV	20	20
前述のPass Energyでのエネルギー分解能	Ag $3d_{5/2}$ のFWHM	eV	1.08	1.21
	計算値	eV	—	—
	Auフェルミ端	eV	—	—
Energy Step		eV	0.2	0.2

※ Wide スキャン、Narrow スキャンの推奨実験条件欄「Ag $3d_{5/2}$ のFWHMの数値」は参考数値

## 校正 / キャリブレーション

標準サンプル	高純度のAg、Cu、Au 板
実施者	装置メーカー
実施頻度	1年に1回
校正方法	<p>清浄なAg、Cu、Au 表面を用いてエネルギー分解能、感度、ピークの束縛エネルギーの位置を確認する。</p> <p>①アルゴンイオンスパッタを用いてAg、Cu、Au 表面の清浄化処理を行う。</p> <p>②エネルギー軸調整</p> <p>1. エネルギー軸校正  X線源:Mg Ka  電圧・電流:10 kV / 5 mA  Energy Step:0.05 eV  Dwell Time:0.1 s  Pass Energy:10 eV  実施内容: Au 4f7/2、Cu-LVV、Cu 2p3/2のピーク位置を確認し、エネルギー軸の校正を行う。  Offset値を記録する。</p> <p>2. Pass Energy  X線源:Mg Ka  電圧・電流:10 kV / 5 mA  Energy Step:0.05 eV  Dwell Time:0.1 s  Pass Energy:5, 10, 20, 30, 50 eV  実施内容:各Pass energyのAg 3d<sub>5/2</sub>のピーク位置を確認する。</p> <p>③各分析条件の状況確認</p> <p>1. マクロモード  X線源:Mg Ka  電圧・電流:12 kV / 2.5 mA  Energy Step:0.05 eV  Pass Energy:10, 20 eV  分析径:3.0, 1.0 mm  実施内容:Ag 3d<sub>5/2</sub>の分解能、感度を確認する。</p> <p>2. マイクロモード  X線源:Mg Ka  電圧・電流:12 kV / 25 mA  Energy Step:0.05 eV  Pass Energy:10, 20 eV  分析径:0.2, 0.03 mm  実施内容:Ag 3d<sub>5/2</sub>の分解能、感度を確認する。</p> <p>3. モノクロメーター  X線源:モノクロX線 (Al Ka)  電圧・電流:12 kV / 25 mA  Energy Step:0.05 eV  Dwell Time:0.1 s  Pass Energy:10 eV  分析径:3.0 mm  実施内容:Ag 3d<sub>5/2</sub>の分解能、感度を確認する。</p> <p>4. Wide Scanスペクトル確認  X線源:Mg Ka, Al Ka  エネルギー範囲:1000~0 eV  分析径:3.0, 0.2 mm  実施内容:Au, Ag試料のWide Scanを行い、スペクトルの確認をする。</p> <p style="text-align: right;">※記載にない条件についてはデフォルト設定に従う</p>

## 運用条件 (主な消耗品)

### JPS-9200用の各パーツの寿命の目安 (使用環境や使用状況に依存)

部品	交換時期の目安
チタンサブプレーションポンプのフィラメント	1本15時間程度
ヌードイオンゲージのフィラメント	誤って大気中で点火してしまった場合
ターボポンプのオイル	年1回程度
ロータリーポンプのオイル	年1回程度
ロータリーポンプのミストトラップ	2～3年に1回程度
TMP潤滑オイル	6ヶ月程度
X線アノード冷却用循環水	年3～4回程度
X線アノード冷却用循環水のフィルター	年2回程度
X線アノードのフィラメント (モノクロメーター用も含む)	1000時間以上



# 2 データ編

## 登録ファイル

### ARIM 登録ファイル：\*.vms (もしくは\*.npl)

#### • 出力フォーマット：

日本電子(株)のXPS出力フォーマットには、\*.ssf(バイナリ)、\*.csv、\*.vms(もしくは\*.npl)などがありますが、ARIM事業においては、可読性のあるvamasフォーマット(.vms or .npl)を対象として行います。

## 手入力データ

測定にかかる手入力項目は、以下の情報を入力する項目を設けています。

手入力パラメータ	日本語語彙	英語語彙	入力条件	単位
sample_pretreatment	試料の前処理	Sample Pretreatment	「試料を乳鉢ですり潰した」「プラズマ処理した」「エタノールで超音波洗浄した」など測定直前の試料の前処理を書いてください	
monochrome	モノクロ利用時	Using Monochrome	モノクロ利用した場合はチェックしてください True/false	
annotation	アノテーション	Annotation	アノテーション(「予備測定」、「測定中にスペクトル形状の変化あり」などの自由記述)があれば記入してください	
charge_neutralization_on	帯電中和の有無	Charge Neutralization On	帯電中和を使った場合はチェック True/false	
mount	サンプルホルダーへのマウント方法	Sample Mounting	サンプルホルダーへのマウント方法(ネジ止め、サンプル裏面に導電性粘着テープを使用)や固定具の情報(マスクやネジや粘着テープの材質や商品名や型番など)	
ion_beam_on	イオンビームスパッタの有無	Ion Sputtering On	イオンビームスパッタを使った場合はチェックしてください。 True/false	
ion_sputter_acc_vol	イオンビームスパッタのイオン銃の加速電圧	Ion Beam Acceleration Voltage	イオン銃の加速電圧	V
ion_sputter_time	イオンビームスパッタ時間	Ion Sputtering Time	イオンビームスパッタ時間(秒単位)	sec
sample_holder_angle	サンプルホルダーとアナライザの角度関係(取り出し角)	Take off Angle (TOA)	できるだけサンプルホルダーの法線方向から測った角度を記入して下さい	deg
bicfitting	BIC-Fittingの有無	BIC-Fitting On/Off	BIC-Fittingを実行する場合はチェック True/false	
limit_energy_range	BIC-FittingのBinding Energy範囲	BIC-Fitting Binding Energy Range	BIC-Fittingの対象とするBinding Energy範囲の上限値を指定	eV

## 選定メタデータのjsonスキーマ

ARIMのメタデータ取得にかかる選定メタデータのmetadata-def.jsonは、以下のように定義されています。

出力計測パラメータ	日本語語彙	英語語彙	単位
date	測定日	Measurement Date	
technique	分析方法	Technique	
sample_identifier	試料	Sample	
institution_identitifier	機器名	Instrument	
experiment_identifier	実験名	Experiment	
experiment_mode	実験方法	Experimental Mode	
scan_mode	スキャンモード	Scan Mode	
number_of_spectral_regions	スペクトル領域数	Number of Spectral Regions	
species_label	元素種	Species Label	
transition_or_charge_state_label	遷移またはチャージ状態	Transition or Charge State	
analysis_source_label	X線源種類	X-ray Source Label	
analysis_source_characteristic_energy	X線源エネルギー	X-ray Source Energy	eV
analysis_source_strength	X線源強度	X-ray Source Strength	W
analyser_mode	検出器モード	Analyser Mode	
analyser_pass_energy_or_retard_ratio_or_mass_resolution	検出器のパスエネルギー	Analyser Pass Energy	eV
analyser_work_function_or_acceptance_energy_of_atom_or_ion	検出器の仕事関数	Analyser Work Function	eV
abscissa_label	横軸ラベル	Abscissa Label	
abscissa_units	横軸単位	Abscissa Unit	
abscissa_start	横軸開始値	Abscissa Start	
abscissa_increment	横軸間隔	Abscissa Increment	
corresponding_variable_labels	縦軸の変数ラベル	Corresponding Variables Label	
signal_mode	信号計数モード	Signal Counting Mode	
signal_collection_time	信号計測時間	Signal Collection Time	sec
number_of_scans_to_compile_this_block	スキャン積算数	Number of Scans	

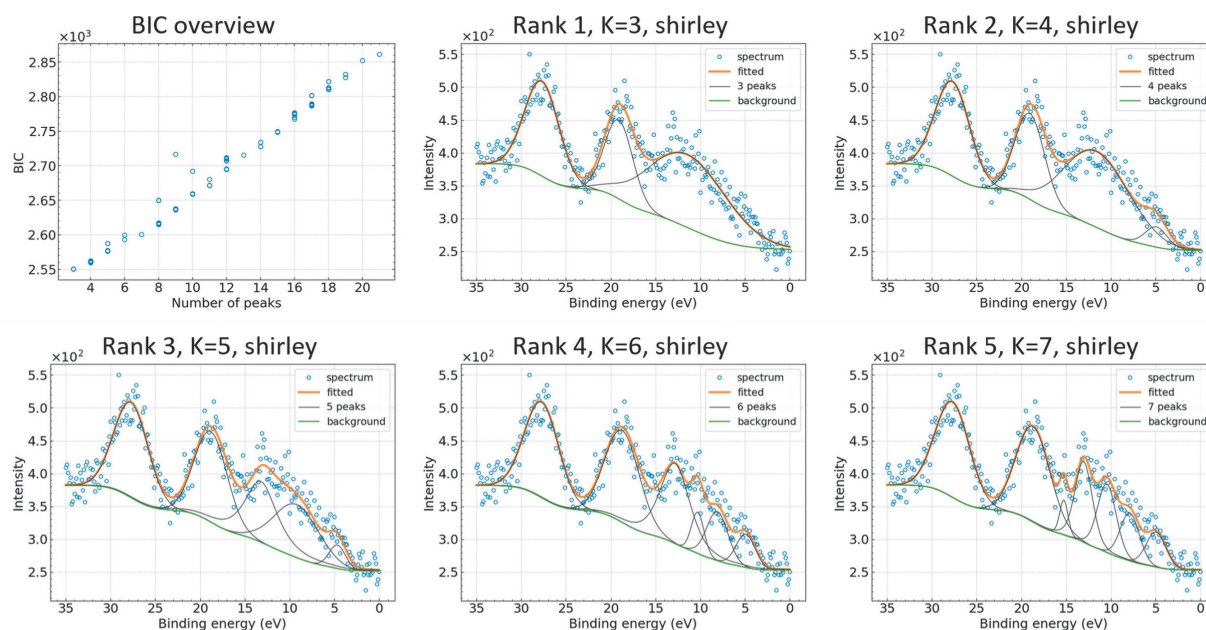
## データ構造化処理・データ解析

### 概要：BIC fitting ツール [1]

XPS のナロースペクトルのピーク分離を自動化した BIC fitting ツールは、さまざまなピーク本数から成る最大 155 通りの初期値を元にピークフィッティングならびにバックグラウンドの自動推定を実行し、その結果をベイズ情報量規準 (Bayesian information criterion, BIC) で評価して上位の解のパターンを出力します。

以下に示す 6 枚の図のうち、左上の図はフィッティングの解を構成するピーク本数  $K$  に対する BIC の値です。BIC はフィッティングの良さとモデルの複雑さをバランスよく評価する指標で、BIC の小さい解はピーク数が少なくかつフィッティングが良好なものとなります。その他の図は解の候補で、BIC の小さい順にランクの値を付け、ピーク本数  $K$  の値とともに示されます。図中の shirley は Shirley のバックグラウンドを用いることを示します。

Fitting models selected by BIC, grouped by number of peaks



## 参考文献

- [1] H. Shinotsuka *et al.* "Automated information compression of XPS spectrum using information criteria", *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.*, **239**, 146903 (2020).  
<https://doi.org/10.1016/j.elspec.2019.146903>

## 謝辞

日本電子 (株) には、推奨実験条件、試料ホルダーへのセッティング方法ならびに校正方法や消耗品の内容について、貴重なご助言をいただきました。厚くお礼申し上げます。



# MEMO

A series of horizontal dotted lines for writing.





# ARIM データリファレンスガイド

## (X線光電子分光装置：日本電子編)

---

発行日 2025年1月(第1版)

編集・発行 国立研究開発法人物質・材料研究機構  
マテリアル先端リサーチインフラセンターハブ  
〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1  
URL : [https://nanonet.mext.go.jp/data\\_service/](https://nanonet.mext.go.jp/data_service/)  
E-Mail : [arim\\_data@ml.nims.go.jp](mailto:arim_data@ml.nims.go.jp)