2023 年 7 月 24 日
分子科学研究所

# XPS 講習会報告書

【概要】測定のノウハウと実例を紹介。得られたデータの解析を中心にした講習【初級～中級】を行った。

【開催日時】 2023 年 7 月 14 日(金)、14:00～15:10

【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

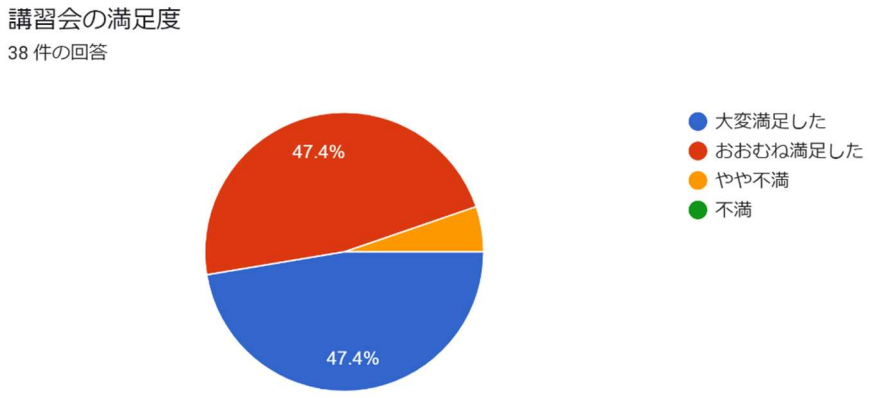
【講師】 下田周平　（北海道大学）

【参加対象者】大学の技術職員、技術支援員（パート、派遣等含む）の方で XPS 装置の使用者・管理者および、今後使用する予定のある方。分析装置初歩セミナー　XPS 基礎を聴講した方が望ましい。

https://www.eqnet-portal.jp/eq-study/documents?docs_taxonomy=docs_10

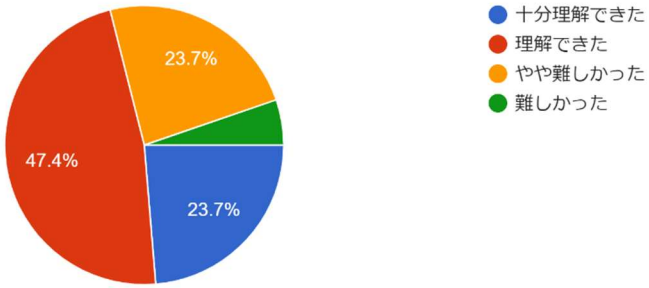
【参加者数】55 名

【アンケート】回答数　38



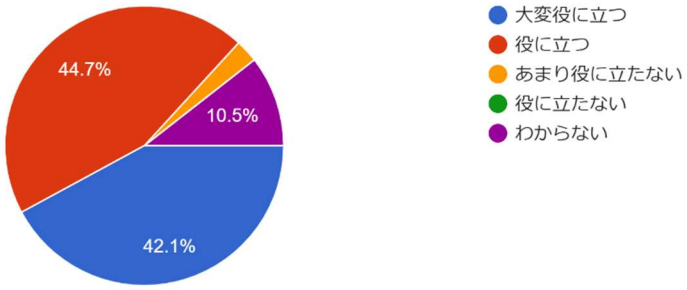
講習会のレベルはいかがでしたか

38 件の回答




今回の講習会は今後の業務に役に立つでしょうか

38 件の回答



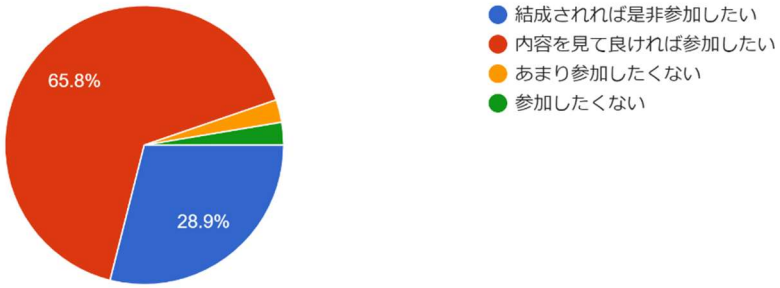

今後 XPS の講習会でどのような内容を希望されますか？

- データ処理について(遷移金属元素のデータ処理など)
- 角度分解 XPS の原理、事例紹介等を聴講したいです。
- スペクトル解析の講習など
- 化学状態分析について
- XPS 担当の技術職員の皆様が交流できる対面型講習
- 解析方法について知りたいです。特に BG の処理方法や定性・定量分析について
- 深さ方向分析のノウハウなど
- 条件の決め方、装置の構成、他の機器との使い分け、実際あったトラブルとその対応
- XPS オプションの講習会等
- 今回でも教えていただけましたが、いろいろなピーク分離の例
- 波形分離などの解析方法がメインの講習会
- データ解析、メンテナンス

- 解析の状態分析(ピーク分離)について聞きたいと思います
- 高度なデータ処理について。TFA や膜厚測定、状態密度など
- 困難だった測定事例があれば教えて頂きたいです。
- データの解析方法について
- 実際に解析ソフトを使用しての生データからのピークフィッティング。
- ・測定においては条件検討のしかた（良いデータがとれた条件だけでなく、うまくいかなかった例や試行錯誤した例など） ・解析の実演
- XPS の経験が浅いため、XPS の基礎的な知識、及び装置の維持管理の講習を希望します。
- データ処理や解釈などに関する情報
- 装置のメンテナンス
- チャージシフトしている時のまだ判断がつきにくいのでチャージシフトやピークの形状がゆがんでいるかどうかの判断などチャージアップの例の話などあったらいいなと思います。
- 測定経験も現状ないので、べつに希望はありません。
- 頻繁に論文で見られる元素の波形分離について、気をつける点や意識する点を、より詳しく学びたいと思いました。
- 特になし
- 見学や情報交換
- 今回の様な基礎部分を含めた内容が良いと思います。
- 帯電中和の方法、コツなど
- 波形分離に関する講習会
- 真空管理
- UPS 測定でどのようなことが分かるか、および解析方法など
- 様々なサンプルの測定方法に関する講習
- 今回の内容のような、実際の測定データに対する解析方法や解釈について、他の事例のお話も伺ってみたいです。
- 試料のマウント方法のノウハウなど
- エネルギーキャリブレーションに関する内容
- もし可能でしたら、生物試料の XPS 測定に関する内容を希望いたします。
- より多くの測定例の紹介を希望したいです。

XPSのコミュニティーについて

38 件の回答




今回の講習会の感想、改善点、良かった点、質問等

- 面白かったです。お疲れさまでございます。
- 大変興味深い内容だったが、足早に感じた。2 回に分けるなどしてより詳細に説明を受けることができるとよいのではないか。
- 解析方法(定量)について段階的に、丁寧に説明いただき分かりやすかったです。
- オンラインの開催は気軽に参加できるのが良い.
- わかりやすく説明していただいた点。
- XPS に対して無知である私にとっては、理解が追い付かない部分もありましたが、大変勉強になりました。 下田さん、お疲れ様でした。
- 測定する元素の組み合わせから X 泉源を選定する必要があるのは、知らなかったので良かった。使用する XPS には X 線源が 1 種類しかないので、注意が必要だと感じた。
- 分析を依頼する立場であり、実際に測定する方が良く言われていた補正がいかに難しい問題なのかが良く分かった。これまでいくつか講習を受けてきたが、基本的な話でとどまっていたので、チャージの問題やエッチングのノウハウなど、これまで不明だったものがわかりやすく説明頂いたのでとてもありがたかった。
- 理解が追いついていないため、見直したい。資料が欲しい。
- 大変興味深く拝聴させていただきました。深く感謝申し上げます。 スライドデータなどが有ると大変助かります。 本日は、誠にありがとうございました。
- サテライトピークについての説明がよかったです。
- 特になし
- 実際の測定例などを交えて細かくご説明いただき、とても勉強になりました。 いくつか質問させて下さい。 1.X線ターゲットの酸化ですが、メーカー問わず、すべての装置で起こると思ってよいでしょうか？また、仮にターゲットが酸化しても、モノクロメータがついていれば問題ないでしょうか？ 2.ユーザー（自身で装置を操作する方）へのトレーニング時間はどのくら

いでしょうか？また、差し支えなければトレーニングの方法（動画 or ペーパーor ハンズオン…、またそれぞれの割合）が知りたいです。 3.C（炭素）は真空引き中にポンプオイルなどが、サンプルに付着すると聞いたことがあるのですが、間違いないでしょうか？（仮にそうだった場合、ポンプオイルの性状が変化した場合、Cのピークが変化する？） 4.フリーの XPS データ解析ソフトで、ご存知のものがありましたらお教えいただけないでしょうか？ 5.本日の発表資料を頂戴することは可能でしょうか？ 勝手な質問ばかりで大変恐縮ですが、どうぞよろしくお願いいたします。

→ 1.メーカー問わず線源の酸化はおきます。モノクロ測定をするときは分光結晶を使うため、OKα線を除去できます。2.ユーザーへは基本的に対面講習のみです。初回講習にて 1 日かけて数サンプル測定をします。別日にてユーザー補助で 1 日一緒にマニュアルを見ながらユーザーに操作してもらいます。3 回目以降は 1 人で測定をしていただいております。3.RP ポンプを利用しているとオイルがサンプルに付着する可能性はあります。その場合オイルの C が付着するため C のピークが複雑になります。4.フリーの XPS ソフトは使っていないためわかりません。

- X 線に関係する基本的な事項(疑似ピークなど)について、うろ覚えになっていた部分に気づくことができてよかったです。あらためて勉強になりました。 私も日本電子の XPS と解析に CasaXPS を使用しているので、いろいろとお話をしてみたいと感じました。 一つ質問ですが TiO2 のスパッタで Ti3+や Ti2+が現れるのは、内部構造が見えているというより選択スパッタリングの効果のように思いましたがどうでしょうか。

→ 選択スパッタリングの可能性はあるかと思います。実際に Ti3+を厳密に判断できていなかったかもしれません。

- 装置トラブルにより途中参加しました。前半の内容が閲覧できるのであれば教えてほしいです。
- 少し難しいと感じるところもあったが、勉強が足りない点だと気づくことが出来てよかったです。経験が少なく、気付けることが少ないので、話をもっと聞きたいと思いました。ありがとうございました。
- 具体的で実践的な内容が多く勉強になりました。
- 実際の測定データからどのような点を注意して解析をしているのかなど、とても丁寧に解説をして頂き、とても勉強になりました。可能なら講習会の様子はアーカイブ配信などをして頂き、4 月に新たに研究室配属された学生や新しく着任した技官などの勉強のために動画を視聴できるような環境になるとありがたいです。
- 内容は非常に参考になるものでしたが、少し説明が早く追いきれない部分があったため資料や動画の公開があると助かります。
- 講習ありがとうございました。

- 良かったです。
- 測定事例による解析方法の説明がありよかったです。
- とてもわかりやすくて勉強になりました。最近、講習をしていた時に初めて見たシェークアップピークの意味が見た目がこうだねくらいにしかわからなかったので意味が分かって良かったです。ただ今回 1 回しか見てないので判断がつきにくいので、またの機会があればそれぞれのピークをまたピックアップした講習会をしてくれたらうれしいです。
- 講演者の方が、測定結果を論文に提供し共著者として名を連ねており、 それを具体的に見聞きできてよかったです。 今後行われる別の共用機器に関する講習会でも、 機器で得られた実験データがどのような形で論文中に 生かされているのかを、どんどん示してほしいものです。
- 今まで炭素材料の炭素や酸素、ケイ素のピークしか見てこなかったので、X 線源の使い分けや帯電についてはあまり考慮してなかったが、その辺りについて学ぶことができて良かったです。
- 講師の方の説明が分かりやすく参考になった。
- ついていけない部分もあったので、初歩動画も見ながら勉強したいと思います。
- 大変有意義な講習会をいただきありがとうございました。途中で学生対応が必要になり聴くことが出来なかった部分が多くある為（1 章途中～3 章途中）、今回の動画を掲載頂けるようであれば、視聴したい所です。もしご対応頂けるようでしたら、恐れ入りますが、どうぞよろしくお願いいたします。
- 実際の解析の際、帰属の問題になりそうなピークについて具体的なデータで例を示して説明して下さったので理解しやすかったです。可能であれば、事前に資料を配布していただけましたら、予習や手元で内容をメモしながら講習を受けることができるので、理解がより深まったと思います。
- OJT 教育実施中で装置担当 2 年目の後輩と一緒に参加させていただきました。初級者から分かりやすい内容で大変良い機会になりました。
- 資料配布があるとよいかと思います
- X 線源の注意点(Mg Kα 使用時に他方の Al Kα が混入する、ターゲット表面の酸化)については本研修で初めて知ることができました。また各サテライトピークの説明なども大変参考になりました。
- X 線源についての知見を広げることができました。
- 実務的な見地からのご説明を聞くことができて大変参考になりました。
- 初級向けの動画は見て臨みましたが、中級者向けだったので、内容は難しく感じました。経験を積んで理解できるようになりたいです。

- 何故、帯電中和機構を働かせなかったのでしょうか。 Ti を基準にキャリブレーションされていた内容があったと思いますが、Ti は価数が安定せず言うなれば 0 価から 4 価までどの価数でも準安定な酸化物を作ると承知しています。従って TiO2 と思われるピークを基準にしたり、得られているピークを特定価数の酸化物として取り扱うのは無理があるような気がするのですがいかがでしょうか。 明らかに帯電する条件で測定した場合、sweep の回数によっては測定の最初と最後でエネルギー値が変動して、見かけ上複数のピークがあるように見えてしまい、正しい解析ができない気がするのですがいかがでしょうか。 カーボンの測定において、下地のカーボンテープ由来のピークが出るのがわかっているのであれば、出ない方法で測定した方が良いのではないでしょうか。 全体的に化合物を決め打ちして、それに合うようにピーク分離しているような印象を受けたのですが、そのような解析方法が一般的なものでしょうか。 私自身は固体の定量分析は、大まかな比率を確認するくらいで、数値を基準とした解析は意味が無いと考えています。その辺はどうお考えになりますか。 長文になり大変失礼いたしました。

  → 今回の講習では中和銃の説明をしていないため利用しておりません。TiO2 の場合は安定していると考えておりピークシフトに利用しております。チャージがおきているサンプルの場合はおっしゃる通り最初と最後でエネルギー値が変動する可能性はあります。最初と最後の測定結果を出してチャージを確認した方がよさそうです。講習会では測定範囲を変動させることを説明しておらず、全体範囲測定のため下地も測定しております。サンプルの結合がわかっている場合は結合状態から解析するのも一つの方法だと考えております。定量分析には正確な値を求めているわけではなく、比率での説明をしたため、CaO から 1/3 が CaCO3 に変化した形だと考えております。

- XPS の使用経験がない自分にとって、理論だけでなく実際の測定事例を含めて説明していただけて良かったです。 特に検出データの説明の部分がわかりやすかったです。 講習会後に思いついた質問として、サンプルによるエネルギー損失は、表面の汚れや酸化以外に起因するものはありますでしょうか？

  → サンプルによるエネルギー損失はチャージアップが考えられます。

- 貴重なお時間をいただきありがとうございました。装置の原理から知ることができ、大変勉強になりました。

XPS 以外で希望される講習会がありましたら記入ください。

- SIMS や TOF-SIMS による分析
- EPMA,SEM,TEM
- XRD, PPMS など。
- 電子線回折の講習会
- 蛍光 X 線分析(XRF)

- AFM
- FE-SEM など
- XRD、SEM 試料調製などで、座学よりは実演、実習などがある講習
- TEM に関する講習会。
- SEM-EDS、AFM
- AAS（原子吸光分析）に関する講習会
- NMR MS DSC TG SQUID ラマン IR 等を使用しています
- XRD 関係の講習
- 溶液分析や他種の固体分析を日常業務で行っている職員向けに、職員自身の技術習得や分析依頼ユーザーへの対応に役立てることができるような、表面・化学状態分析の基礎～実務についての講習（漠然としていて申し訳ありません）があればと思いました。
- ラマン、ICP-MS
- SEM（特に希望いたします。）、AFM
- 特にありません。

-以上-