



文部科学省マテリアル先端リサーチインフラ(ARIM)

ARIM

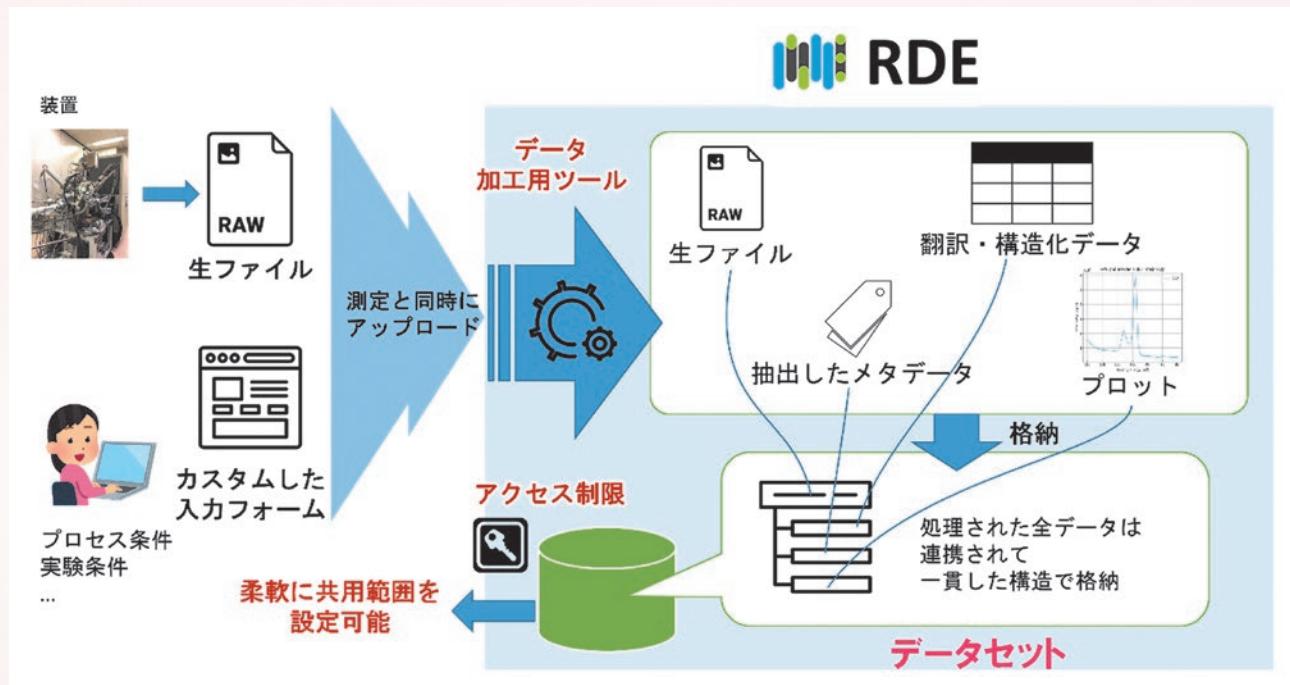
データリファレンスガイド

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:シエンタオミクロン_EW4000-10keV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ドとなる「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: 電子顕微鏡
データ投入者(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の種類(BF/DF/...) : 【TEMの場合】TEMの種類を選択してください
照射半角 : 【TEMの場合】照射半角を記入してください mrad
対物鏡取り扱い(半角) : 【TEMの場合】対物鏡取り扱い(半角)を記入してください mrad
STEMの種類(BF/ABF/ADP/HAADF/...) : BF
収束半角 : 18 mrad
取り込み半角(内側) : 0 mrad
取り込み半角(外側) : 5 mrad
電子流: Schottky emission gun
プローブ電流 : 5 pA
横跨枚数 : 1
結晶方位 : 結晶方位がわかれれば記入してください
測定速度 : 測定速度を記入してください nm

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。

```
メタデータスキーマ
{
  "comment": {
    "name": {
      "ja": "コメント",
      "en": "Comment"
    },
    "schema": {
      "type": "string"
    },
    "description": "日本語/Comment",
    "url": "http://nims.go.jp",
    "variable": 1
  },
  "dateTime": {
    "name": {
      "ja": "測定日時",
      "en": "Measurement_Time"
    },
    "schema": {
      "type": "string",
      "format": "date-time"
    },
    "description": "日本語/Measurement_Time",
    "url": "http://nims.go.jp",
    "variable": 1,
    "action": "get_datetime(dateTime)"
  },
  "operator": {
    "name": {
      "ja": "ファイル作成者",
      "en": "Operator_Name"
    },
    "schema": {
      "type": "string"
    },
    "description": "日本語/ファイル作成者/Operator_Name",
    "url": "http://nims.go.jp",
    "variable": 1
  }
}
```

```
出力メタデータ
{
  "constant": 0,
  "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": {
        "value": 1.234,
        "unit": "mm"
      }
    }
  ]
}
```

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	シエンタオミクロン株式会社
製造モデル	EW4000-10keV
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、化学反応リアルタイム測定

保有機関

機関名	機器 ID	ARIM 装置名	モデル
日本原子力研究開発機構	AE-008	硬X線光電子分光装置	EW4000-10keV

■ 装置の特長・目的

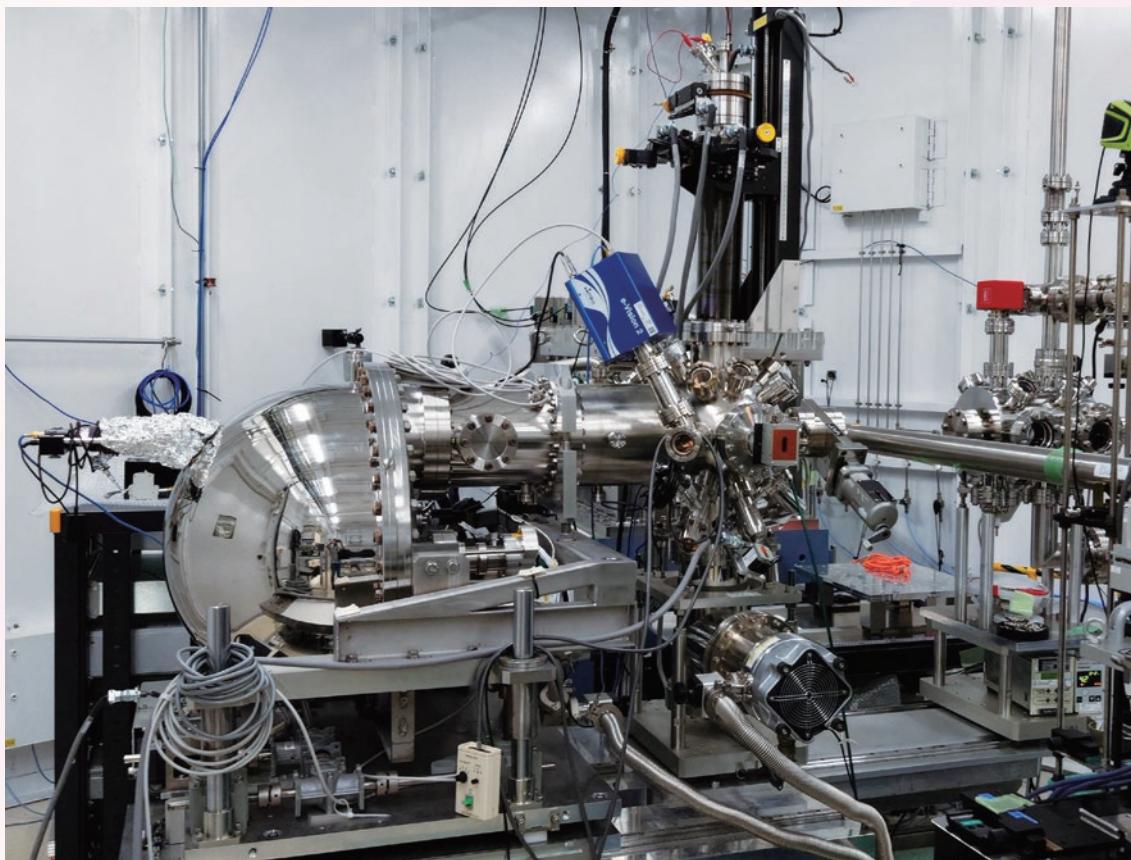
硬X線光電子分光法 (HAXPES) は、固体・薄膜試料表面に硬X線 (6 ~ 10keV) を照射し、物質内部から放出される光電子のエネルギーを分析することで、固体・薄膜の化学状態や電子構造を解析する手法です。HAXPES は、従来の軟X線光電子分光法 (XPS) と比較してより深部情報を得ることが可能で、以下の特徴を持ちます。

- ・放射光の硬X線を用いることで、数十 nm 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
- ・検出下限はおよそ 0.1 atomic% 程度
- ・数 10 μm 程度の微小領域分析が可能
- ・基本的に非破壊分析であり、表面から深部に至るまでの化学情報を取得可能
- ・金属、半導体、セラミックス、有機材料など多岐にわたる材料に対応
- ・超高真空環境下で高精度な分析が可能

HAXPES は、より深部の化学状態を取得できるため、薄膜や積層膜の深部情報や界面分析、熱処理や環境劣化による内部変化の解析、半導体デバイスの内部状態分析など、表面だけではなく材料全体の構造や挙動の解明に役立ちます。

このような特性から、HAXPES は次世代材料研究やデバイス開発、薄膜の活性化過程のその場観察など、幅広い分野で重要な役割を果たしています。

■ 装置外観



1 装置編

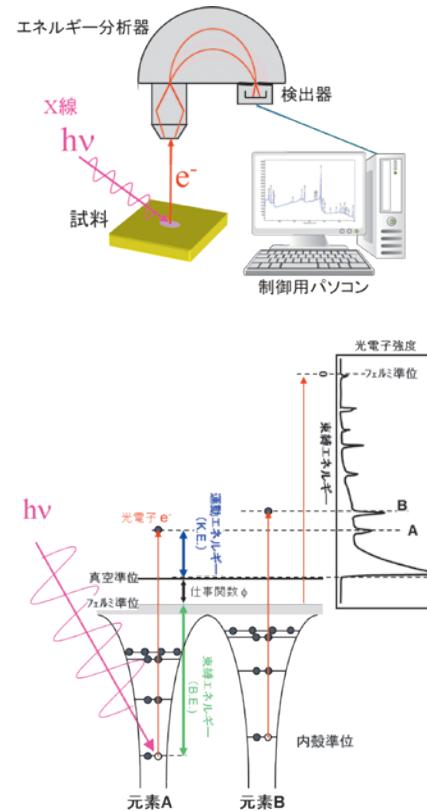
計測原理

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運動エネルギー保存則が成り立ちます。

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

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：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：

横方向に 5 mm × 10 mm、厚さ 1 mm 程度

・前処理：

1. 試料加熱時の試料取り付け

加熱処理を伴う測定の場合、試料は Mo (モリブデン) 製の抑え板を使用して Mo 製ホルダーに固定します (図 A 参照)。加熱中の脱ガスを最小限に抑えるため、以下の手順を実施します。

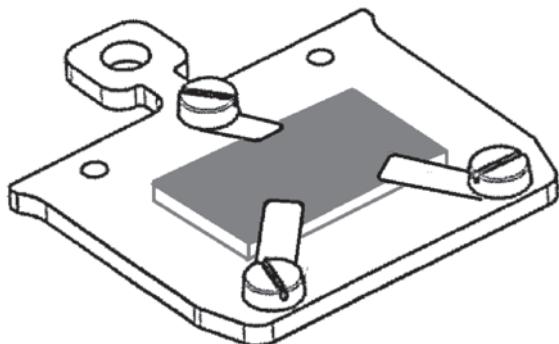
1) ホルダーの洗浄

ホルダーをアルコールおよび超純水で洗浄し、汚染物質を完全に除去します。洗浄後、エアーブローまたは乾燥機でしっかりと乾燥させます。

2) 試料の取り付け

ホルダーに清潔な環境下で、Mo 製の抑え板とねじを使用して試料を固定します。取り付け後、試料が加熱時に動かないことを確認します。

図A：試料の試料ホルダーへのセッティング方法について



2. 室温時の試料取り付け

室温で測定を行う場合、試料はカーボンテープを使用して Cu (銅) または BeCu (ベリリウム銅) 製のホルダーに固定します。導電性を確保しながら、以下の手順で取り付けを行います。

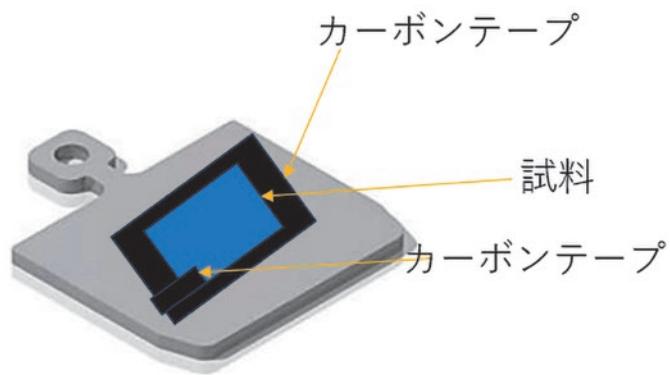
1) ホルダーの洗浄

Cu または BeCu 製ホルダーをアルコールや超純水で洗浄し、汚染物質を除去します。乾燥後、試料取り付け面が平坦であることを確認します。

2) 試料の取り付け

試料の裏面にカーボンテープを適切なサイズにカットして貼り付けます。カーボンテープを用いて、試料をホルダーの平坦な面に固定します (図B)。必要に応じて試料押さえを追加し、試料が安定していることを確認します。

図B：試料の試料ホルダーへのセッティング方法について



3) 取り付け確認

試料とホルダー間の電気的接続が確保されていることを導通テスターなどで確認します。試料の位置や角度が測定条件に適していることを確認します。

・注意事項：

- ・室温および加熱時のどちらの場合も、真空環境を汚染しないように清潔な状態を維持してください。
- ・試料が測定中に動かないよう、取り付け状態を十分確認することが重要です。
- ・室温の場合、必要に応じてカーボンテープ等で表面コンタクトをとってください。

・計測条件：

推奨実験条件を次の表 1、2 に示します (ピンクでハッチングされた項目が該当条件)。

表1：Survey scan の推奨実験条件

<wide scan> normal

項目名	単位	値
装置機種名		EW4000-10keV AE-008 硬X線光電子分光装置
装置メーカー名		Scienta Omicron
提案機関		JAEA
X線源		放射光(8keV)
X線出力	W	—
Pass Energy	eV	200*
前述のPass Energyでのエネルギー分解能	Ag $3d_{5/2}$ のFWHM	eV
	計算値	eV
	Auフェルミ端	eV
計測するBinding Energyの最小値	eV	−5
計測するBinding Energyの最大値	eV	3000
Energy Step	eV	0.5

※信号強度が10E6 counts を大きく超える場合は、パスエネルギーを100eV とすること

表2：Narrow scan の推奨実験条件

<narrow scan> normal

項目名	単位	値
装置機種名		EW4000-10keV AE-008 硬X線光電子分光装置
装置メーカー名		Scienta Omicron
提案機関		JAEA
X線源		放射光(8keV)
X線出力	W	—
Pass Energy	eV	200*
前述のPass Energyでのエネルギー分解能	Ag $3d_{5/2}$ のFWHM	eV
	計算値	eV
	Auフェルミ端	eV
Energy Step	eV	0.05

※信号強度が10E6 counts を大きく超える場合は、パスエネルギーを100eV とすること

■ 較正 / キャリブレーション

標準サンプル	高純度のAu箔またはAu板
実施者	装置管理者
実施頻度	真空解放(試料交換)の度に実施。放射光のエネルギー条件変更の度に実施。
較正方法	清浄な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。 1. 放射光フォトンエネルギー決定: 放射光の光学系調整後、Au試料の価電子帯を測定し、Fermi端の位置からフォトンエネルギーを決定する。

■ 運用条件 (主な消耗品)

中和錠フィラメント

MCP 検出器

イオングージフィラメント

試料ホルダー

2 データ編

■ 登録ファイル

ARIM 登録ファイル
測定データ : *.txt
追加メタデータ : *_metadata.json

■ 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
Annotation	アノテーション	Annotation		
Form	サンプル形状	Form	[粉末, フィルム, バルク, 線材, その他]	
Sample Mounting	サンプルのホルダーへのマウント方法	Sample Mounting		
Charge Neutralization On	帯電中和の有無	Charge Neutralization On		
Ion Sputtering On	イオンビームスパッタの有無	Ion Sputtering On		
Ion Beam Species	イオンビームスパッタのイオン	Ion Beam Species		
Ion Beam Acceleration Voltage	イオンビームスパッタのイオン銃の加速電圧	Ion Beam Acceleration Voltage		V
Ion Sputtering Time	イオンビームスパッタ時間	Ion Sputtering Time		sec
Take off Angle (TOA)	サンプルホルダーとアナライザーの角度関係(取り出し角)	Take off Angle (TOA)		deg
Vacuum	真空度	Vacuum		10^-8 Pa
BIC-Fitting On/Off	BIC-Fittingの有無	BIC-Fitting On/Off	BIC-Fittingを実行する場合はチェックしてください。	
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してください。default: 200.0	eV
remark	備考	Remark	測定にかかる特記事項があれば記入してください	

■ 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
RAW File Name	RAWファイル名	RAW File Name	
Version	ソフトウェアバージョン	Software Version	
Region Name	リージョン名	Region Name	
Lens Mode	レンズモード	Lens Mode	
Pass Energy	パスエネルギー	Pass Energy	eV
Number of Sweeps	積算回数	Number of Sweeps	
Excitation Energy	励起光エネルギー	Excitation Energy	eV
Energy Scale	エネルギーースケール	Energy Scale	
Acquisition Mode	データ取得モード	Acquisition Mode	
Center Energy	エネルギー中央	Center Energy	eV
Low Energy	低エネルギー端	Low Energy	eV
High Energy	高エネルギー端	High Energy	eV
Energy Step	エネルギーステップ	Energy Step	eV
Step Time	1ステップあたりの時間	Step Time	msec
Detector First X-Channel	検出器最初のXチャネル	Detector First X-channel	
Detector Last X-Channel	検出器最後のXチャネル	Detector Last X-channel	
Detector First Y-Channel	検出器最初のYチャネル	Detector First Y-channel	
Detector Last Y-Channel	検出器最後のYチャネル	Detector Last Y-channel	
Number of Slices	スライス数	Number of Slices	
Spectrum Name	スペクトル名	Spectrum Name	
Instrument	装置名	Instrument	
Location	場所	Location	
User	ユーザー名	User	
Sample	試料名	Sample	
Comments	コメント	Comments	
Date	日付	Date	
Time	時間	Time	
Time per Spectrum Channel	チャンネル毎の積算時間	Time per Spectrum Channel	
DetectorMode	検出器モード	Detector Mode	
Name	アナライザーモード	Name of Run Mode	
Number of Points	測定点数	Number of Points	
Sample-X	マニピュレータX軸座標	Sample-X	mm

出力計測パラメータ	日本語語彙	英語語彙	単位
Sample-Y	マニピュレータY軸座標	Sample-Y	mm
Sample-Z	マニピュレータZ軸座標	Sample-Z	mm
Sample-Theta	マニピュレータθ軸座標	Sample-Theta	deg
Base-Z	架台の高さ	Base-Z	
Gas inlet	ガスバルブのパルス	Gas Inlet	
Sample-X end	マニピュレータX軸終了座標	Sample-X End	mm
Sample-Y end	マニピュレータY軸終了座標	Sample-Y End	mm
Sample-Z end	マニピュレータZ軸終了座標	Sample-Z End	mm
Sample-Theta end	マニピュレータθ軸終了座標	Sample-Theta End	deg

■ データ構造化処理・データ解析

・運動エネルギーから結合エネルギーへの変換

データ構造化処理時の運動エネルギーから結合エネルギーへの変換は、2種の方法で装置編の較正/キャリブレーションで決定した放射光フォトンエネルギーを登録することで行われる。

A) 放射光フォトンエネルギーを、測定ソフト (SES) の測定条件表の Excitation Energy に入力して測定データに登録する。

B) 放射光フォトンエネルギーを入力した JSON 形式の追加メタデータファイルを、データファイルと一緒に RDE に登録する。

ファイル名：“対象データ名_metadata.json”

入力例：

```
{  
    "Excitation Energy": "放射光フォトンエネルギー"  
}
```

A) と B) が両方登録されている場合は、B) が優先される。

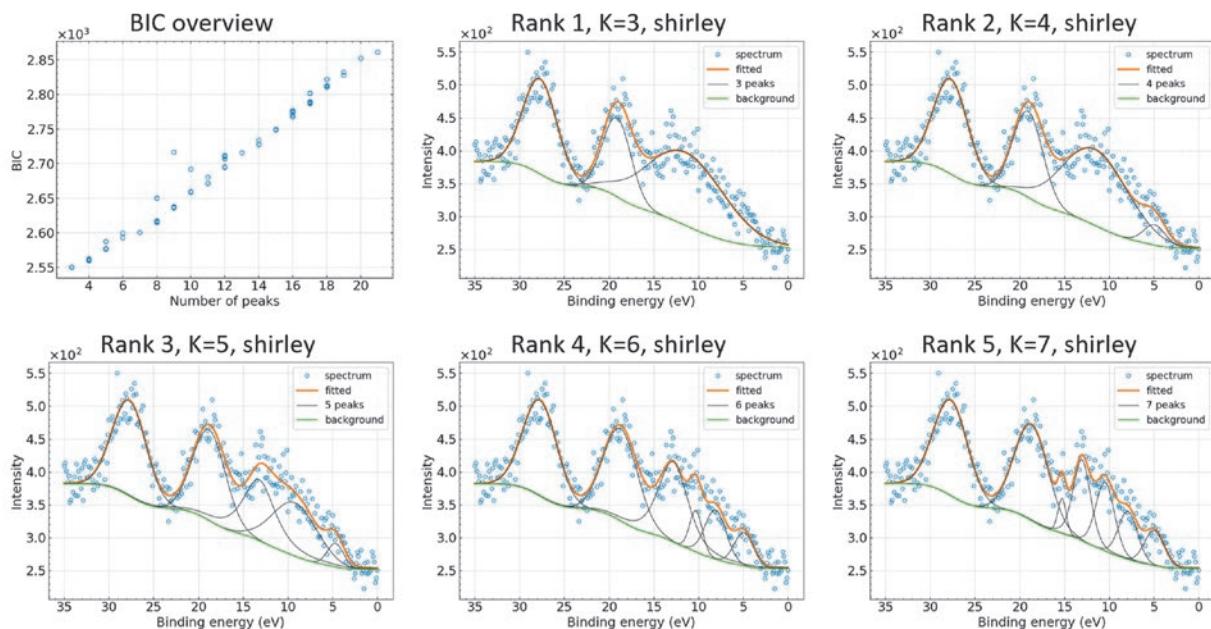
・BIC fitting ツール^[1]

BIC fitting ツールの概要

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>



ARIMデータリファレンスガイド

(X線光電子分光装置：シエンタオミクロン_EW4000-10keV編)

発行日 2025年12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Hブ

〒305-0047茨城県つくば市千現1-2-1
URL: https://nanonet.mext.go.jp/data_service/
E-Mail: arim_data@ml.nims.go.jp