

# X線光電子分光装置を使用した教育・研究支援の取り組み

○上野 悠一、近藤 みずき、豊田 英之

長岡技術科学大学 技術支援センター

## 1. はじめに

X線光電子分光装置(XPS:X-ray Photoelectron Spectroscopy)は、表面から深さ数 nm 領域の元素分析及び化学結合状態解析を行う手段として、広く使用されている。2020年12月に導入した Thermo Fisher Scientific 社製の Nexsa(以下、本装置)は、表面分析、深さ方向分析の他、紫外光電子分光(UPS:Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy)をはじめとする4種類のオプションを併用し測定出来ること等の特長を有する。

本装置は2021年3月より学内共用を開始し、学内外からの依頼測定にも対応している。また、遠隔測定サービスを提供し、遠隔地から協働的に測定を行うことが出来る。現在まで、学外からの依頼測定に遠隔測定サービスが利用され、論文等の成果に繋がっている。また、装置担当技術職員の共著者や謝辞への掲載実績も生まれている。

学内共用後の取り組みとしては、技術資料の作成や共有、データ解析環境の改善等を行っている。

本報告では、本装置における教育・研究支援の取り組みとして、学内共用後の問題点と対処、遠隔サービスの詳細と実績、今後の目標等を報告する。

## 2. 本装置の紹介

### 2.1 XPSの概要

XPSは、試料表面に軟X線を照射し、発生した電子(光電子)の運動エネルギー分布を測定し、結合エネルギーに変換することで、試料最表面の組成や化学結合状態を測定出来る装置である。光電子の脱出深さは、電子が物質と相互作用せずに走れる距離(非弾性平均自由行程:IMFP)に等しく、おおよそ0.3 nm~3 nm程度である<sup>[1]</sup>。全信号強度の90%、95%に相当する深さはそれぞれIMFPの2.3倍、3.0倍程度である<sup>[1]</sup>。

つまり、固体表面から10 nm未満程度の領域の組成や化学結合状態を分析出来る。

### 2.2 本装置の特長

以下に、主な特長を記載する。下記の特長が測定の際、広く活用されている。

- ① 10  $\mu\text{m}$ ~400  $\mu\text{m}$  スポットの微小領域測定が可能で、カメラ画像を確認しながら任意の領域の点分析、線分析、マッピング分析が行える。
- ② アルゴンイオンを単原子で照射するモードとクラスターイオンで照射するモードが選択できるイオン銃(MAGCIS)を搭載する。このことで、無機物の他、スパッタに弱い有機化合物や高分子材料の深さ方向分析が行える。
- ③ 帯電中和銃を搭載し、XPS測定時に同時照射することで、チャージアップ(非導電性試料等で発生するピーク位置のずれ)を抑制出来る。
- ④ XPSの他、計4種類(紫外光電子分光:UPS,反射エネルギー損失分光:REELS,イオン散乱分光:ISS,ラマン分光)を測定出来るオプションを搭載する。
- ⑤ オプションサンプルホルダーであるトランスファーベッセルを利用することで、大気非暴露で試料導入出来る。

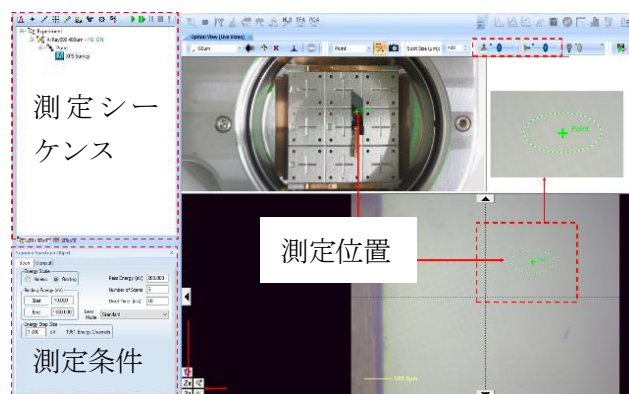


図1 本装置の測定・観察画面

### 3. 遠隔測定サービスの提供と実績

遠隔測定サービスは、長岡技術科学大学で構築した遠隔システムを用い研究機器を遠隔で相互利用する他、装置担当者により測定指導やデータ解析サポート等も提供する一連のサービスである。

図2に本装置における遠隔システムの概略図を示す。遠隔システムは、操作画面を遠隔地へ共有することで装置担当者と協働的に測定を行う半遠隔システムの外、遠隔地から単独で分析操作を行うことが出来る完全遠隔システムがある。



図2 本装置における遠隔システムの概略

図3に本装置の遠隔利用接続システムの外観を示す。本装置の場合はリモートコントロールソフトにより装置制御 PC を中間 PC から LAN 接続で制御し、さらに中間 PC の画面を TV 会議システムの画面共有機能を用いて遠隔地へ転送することで制御する。半遠隔および完全遠隔の両方に対応出来る。

加えて、ワイヤレスマイクシステムにより遠隔地との会話が可能である。ワイヤレスマイクシステムはスピーカーフォンと比較して、他方向からの雑音を拾いにくく、装置本体の駆動音が入りにくい利点が考えられる。

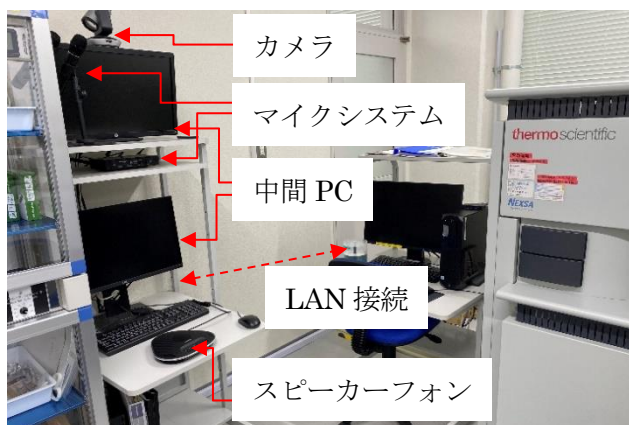


図3 本装置の遠隔利用接続システムの外観

本装置において、遠隔利用サービスにより現在まで3件の論文が成果物となっている。そのうち、装置担当技術職員は共著1件、謝辞2件に掲載頂いている。

### 4. 教育・研究支援の取組み

#### 4.1 取り組みの背景

利用者からの問い合わせの中にはデータ解析に関する内容も多く、その中で、ピーク分離作業に関する内容が多かった。そこで、利用者に対する研究支援の一つとして、データ解析に関する技術資料を作成し、共有することが必要であると考えた。

#### 4.2 本装置における取り組み

本装置の利用者に向けた独自の取り組みとして技術情報を掲載した google ドライブを作成し、2024年7月から共有を開始した。この google ドライブ内には、装置担当技術職員が作成した原理や解析テクニック等を説明した資料やメーカー資料があり、最新情報を適宜アップロードし、利用者へ提供することで、教育・研究支援効果を狙っている。

担当職員により独自に作成した各種技術資料は、利用者が待ち時間に自由に読むことが出来る様、装置制御 PC 付近に配備した。

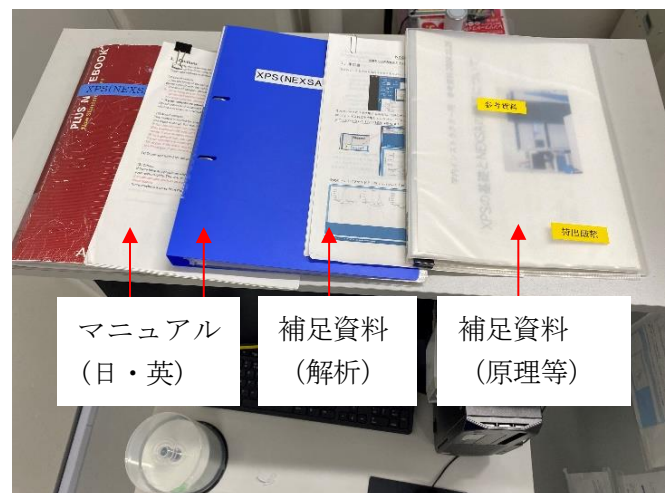


図4 装置制御 PC における各資料の配備状況

### 5. 利便性向上のための取組み

#### 5.1 取り組みの背景

分析計測センターでは、各分析機器のデータ解析を行うことのできる PC を集約したデータ解析室があり、予約不要で利用できる。学内公開後、本装置のデータの解析を行うことのできる PC 1 台がデータ解析室内に設置された。しかし、学会シーズン等の特定の時期に混み合うことで利用者の利便性を阻害し、対応を検討する必要が生じた。

## 5.2 データ解析環境整備の取り組み

本装置の場合、他装置と比較してデータ解析に時間を要する場合があること、全体の解析時間の見通しが立たない場合があることが利便性阻害の一因であると考えた。

この対応策として、本装置の解析 PC の利用を予約制とし、PC を 2 台に増設することで、利用効率の向上を図った。また、装置制御 PC 付近に配備したデータ解析のテクニックや解釈等を説明した補足資料をデータ解析用 PC 付近にも配備した。

以降、利用者が本装置専用の解析 PC を利用できなくなる事態は発生せず、利便性の向上に寄与したものと考えている。

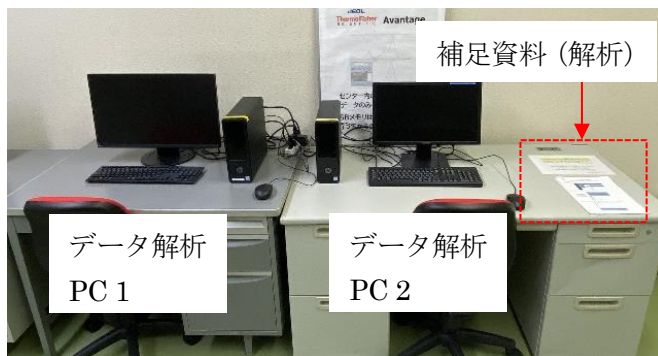


図 5 本装置のデータ解析 PC の外観

## 6. XPS コミュニティについて

XPS コミュニティ(以下、本コミュニティ)は XPS を担当する技術職員の交流の場として、北海道大学触媒化学研究所の下田周平氏により 2023 年 7 月に発足した。本コミュニティでは講習会や座談会が数多く企画され、全国の XPS を担当する技術職員の意見交換や技術交流が行われている。また、専用のメーリングリストおよび Discord が存在し、日ごろより XPS を担当する技術職員が交流している。

本学の装置担当技術職員も 2023 年 8 月より参加している。本コミュニティを活用することで全国の XPS 装置担当者との交流を深め、更なるスキルアップを目指したい。

## 7. 現在の課題と今後の目標

今後は、担当技術職員による自発的な基礎データの取得と利用者への情報提供により、更なる教育・研究支援を図りたい。具体的な目標としては、下記 3 点を検討している。

- ① データ解析や測定のコツ等を更に詳細にまとめた資料の作成を行う。
- ② 利用者からある問い合わせの 1 つに「XPS 測定の高さ方向分析の際、どの程度の深さが掘れているのかを知りたい」というものがある。この回答に対応できるデータの取得に至っていない為、分析計測センター内の深さを測定することのできる他装置等を横断的に利用することでエッチングレートの基礎データを取得し、利用者への情報提供を目指す。
- ③ 現状、全オプションの利用実績が少ない。まずは担当職員間でオプションを併用した操作トレーニングを重ねることでスキルを高め、測定例の蓄積を目指す。

## 参考文献

- [1] X 線光電子分光法 日本表面科学会編 丸善, 1998

## 謝辞

本報告の作成にあたりご協力いただきました、北海道大学触媒化学研究所 触媒材料研究部門 技術専門職員の 下田周平様、長岡技術科学大学 分析計測センターの皆様にご感謝申し上げます。