

掲示板

ラウンドロビン「スペクトル強度分散評価」経過報告

福島 整*

物質・材料研究機構 共用基盤部門分析支援ステーション 〒305-0047 つくば市千現 1-2-1

*Fukushima.sei@nims.go.jp

(2009年6月24日受理)

2008年3月(大宮)で提案されたデータ処理法評価の標準化を目的とした標準ノイズデータベースに対して、昨年(2007)の第32回研究会でその利用に関する実験的な正当性を与える必要性が指摘され、ラウンドロビン実施の運びとなった。ここでは、その結果の一部について提示し、討論を行った結果について報告する。

Round-Robin Experiment of “the Evaluation of the Property of the Dispersion of the Spectral Intensity”

S. Fukushima*

Materials Analysis Station, Dept. Mat. Infrastructure, NIMS, 1-2-2 Sengen, Tukuba 305-0047, Japan

*Fukushima.sei@nims.go.jp

(Received: June 24, 2009)

The standard noise database, which might be important for the standard procedure of the evaluation of the several data processing methods, was proposed at the 31st meeting of SASJ. The importance of giving the experimental correctness for the utilization of the database was pointed out at 32nd meeting of SASJ, and then the round-robin experiment has been carried out. In this report, the progress report and the future plan of the result of the round-robin experiment will be presented.

1. 経緯

さる2008年3月に大宮で行われた第31回研究会で、産総研中部センター・後藤敬典先生より次のような提案がなされた。すなわち、「XPSのピーク検出を一つの焦点として、スペクトルのノイズの標準的な取り扱いについてのプレスタンダード研究を、SASJのプロジェクトテーマとして取り上げられないか」ということである。翌月に、後藤先生及びアルバック・ファイ田中彰博氏によるブレーンストーミング、及び手順書を決定するための田中氏の提案による方法に基づいた報告者による予備実験が行なわれた。さらに、その結果に対して軽井沢で行われた第32回研究会にて討議が行われ、ラウンドロビンとして実施する運びとなった。

報告者により手順書の原案が作成され、仙台で行われたPSA-09で実施のアナウンスを行うとともに参加者を募った。仙台での会場の手渡し、及びSASJメーリングリストでの呼びかけに答えた方々にメールでお送りするかたちで手順書の原案を配布し、11月末の完成を目指しメールでの検討を行った。ほぼ議論が出尽くしたことから予定通りに11月末で討論を終了させ、最終的にラウンドロビン参加の意思を確認した後、手順書及び試料を送付し、当面のデータ提出締め切りを2009年5月末としてラウンドロビンを開始した。

試料を送付した機関は22機関であり、本研究会(第33回)直前までに結果を送付、もしくは送付予定を連絡してきた機関は19機関であった。

今回の討議に参加された方々は、後藤先生、田中氏の他に、荒木祥和氏（㈱日産アーク）、岩井秀夫氏（物材機構）、奥井真人氏（神津精機㈱）、境悠治氏（山梨大学）、高倉優氏（日本電子㈱）、佐藤美知子氏（富士通クオリティ・ラボ㈱）、木村昌弘氏（日鉱金属㈱）、安福秀幸氏（㈱リコー）（以上、順不同）及び報告者の11名である。

2. 討論の内容

2.1. XPSによるラウンドロビン結果の中間報告

まず、現時点での進捗状況の報告があった。

次に、データ解析の中間報告として、メーカー4社のXPS装置によるデータの比較が示された。それらの検討から、以下のような結論あるいは指摘がなされた。

まず、本ラウンドロビンの目的である「平均値＝分散は成り立っているか？」という点であるが、メーカー製にかかわらず成立しているという結論が得られそうであるという見解が得られた。したがって、このまま行けば、ノイズデータベースを実用化の際の実験的な根拠を与える結果となる可能性が高いとの見通しが得られた。

また一方で、信号強度の強い領域（約2000 counts以上）、もしくは線源や分光系の分解能を高くすると、装置個々の特徴が見出されやすくなることが指摘された。さらに、マルチデテクタタイプの検出系では、データ記録時に挿入等を行っている場合があり、正確なノイズの評価になっていない可能性がある事も指摘された。後者は重要な指摘であり、一部の参加者に再度測定を御願いし直さねばならない可能性もある。

2.2. AESによるラウンドロビンのための予備実験報告

また、本ラウンドロビン参加者の山内康生氏（矢崎総業㈱）より、CMAタイプAES（PHI 680）による予備実験のデータが提供された。それに対する処理結果についても示され、討議が行われた。

その結果、CMAタイプのAESにおいても「平均値＝分散は成り立っている」可能性が指摘された。これは、大変重要な可能性であり、基本的にAESもXPSも電子分光である以上信号の振る舞いは同じであるという仮説も検証できることを意味する。また、

最終目的としている標準ノイズデータベースが、AESにも用いることが出来る実験的根拠を与えうることも意味する。

またあわせて、実験条件に対する指摘も何点かなされた。これを基に、再度予備実験条件を検討し直し、1～2機関の協力を仰ぐことでラウンドロビンの可能性を明確にすべきだという結論となった。

2.3. 今後の予定と方針について

今後の予定であるが、当初の予定通り8月末までに処理を終了させる事を目標として、報告者により作業を進める。解析が終了したデータは、まずその結果を提出者に提示し、公表のための使用許可を得る。その手順を経た後、本ラウンドロビンの結果をPSA-09で公開する予定である。その後、ドキュメント化を行う。

また、ノイズデータベースの正当性に対する実験的根拠が与えられる見通しとなったので、実際のデータベース構築に向けて、どのようなノイズデータを作製すべきかの議論にはいるべきであるとの指摘がなされた。この点でのディスカッションを、後藤先生、田中氏を中心として進める。

さらに、CMAタイプAES（PHI 680）による予備実験について、実験条件をさらに検討し予備実験を進めるべきであろうという指摘があり、ラウンドロビン実施に向けた作業を続けることとなった。

3. 謝辞

まず、何よりも本業の多忙な合間を縫ってデータを提出して頂いたラウンドロビン参加者に深く感謝する。また、本小文におけるデータ公開の許可をラウンドロビン参加者から頂いていないので、ここでの関連データの提示は行わない事を了解されたい。

また、今回の討論及びラウンドロビン全体に対してご指導ご協力を頂いた田中氏、後藤先生、および手順書案のブラッシュアップに大きくご貢献頂いた富田二三代氏（太陽誘電㈱）にこの場をお借りして感謝する。

なお、試料として配布した金属Agについては、物材機構分析支援ステーションにVAMAS TWA-2の活動の一環としてご支援頂いた。ここに記して、感謝申し上げます。