

NIMS材料標準化 活動総覧2020

NIMS国際標準化委員会

ご挨拶

日頃より物質・材料研究機構（NIMS）国際標準化委員会の活動にご協力いただき誠にありがとうございます。2020年はオリンピック・パラリンピックが開催されます。国際貢献への意識向上が求められる昨今、国際標準化委員会を代表しご挨拶させていただきます。

文部科学省により2019年に策定された「第6期科学技術基本計画（2021年度～2025年度）に向けた提言」では、今後特に重点的に取り組むべき事項の筆頭として国際活動の推進と科学技術外交が挙げられています。国際機関等との連携強化を通じて、国際動向を分析し、我が国の技術等の国際標準化や、国際機関等における提言、報告書に我が国の意向を反映させていく必要があります、そのような場で活躍する人材の育成も重要であるとされています。

世界貿易機関（WTO）が1995年に発効させたWTO/TBT協定では、規格が国毎に異なることにより貿易の技術的障害(Technical Barriers to Trade: TBT)になるとし、国内規格においても国際規格を尊重すべきとしました。以来、国際標準化の活動は産業立国日本にとってイノベーション戦略の中核を担っております。それゆえ、ISOなどの国際標準化スキームに主導的に参画し、各国代表と対等に議論を展開しつつ協調もしながら国際規格の提案と策定が遂行できる国際標準化人材を育成することが産業競争力の基盤として益々重要となりつつあります。

NIMSは材料分野における国際標準化の重要性を十分に認識しています。第4期中長期計画（2016年度～2022年度）では、「機構の研究活動から得られた材料技術の標準化を目指すとともに、物質・材料分野の国際標準化活動に寄与する」と明記されました。NIMSの国際標準化戦略は、国際的なスキームやネットワークを活用して積極的に材料分野の国際標準化を主導することです。ここで、材料分野の標準化における国際的な協働ネットワークを実現するスキームがVAMAS（Versailles Project on Advanced Materials and Standard）です。1982年にフランス・ベルサイユで開催されたG7サミットにて、先進材料とその試験評価方法のプレ標準化研究を行う国際協力プロジェクトとして誕生しました。以来、40年近くにわたり継続している唯一のプロジェクトです。参加国は2008年に拡大され、中国、韓国、ブラジル、南アフリカ、インド、オーストラリア、メキシコなどの新興国も参加しています。VAMAS国内対応委員会はNIMSが事務局を担っています。また、VAMAS運営委員会（SC）の日本代表委員としてVAMAS全体の運営にも貢献しています。

NIMS では材料技術の標準化と国際標準化に寄与するために、NIMS 国際標準化委員会を設置しました。材料技術の標準化(国内規格、国際規格)に対応するJIS/ISO 対応分科会と国際的なプレ標準化研究を推進する VAMAS 国内対応分科会、さらに事務局から構成され、40 名近い職員が参画しています。本委員会の活動により、材料標準化に係る情報の伝達と発信、普及を迅速かつ効果的に推進する所存です。関係各位のご指導ならびにご協力をよろしくお願いいたします。

2020 年 1 月

国立研究開発法人物質・材料研究機構 国際標準化委員会
委員長 藤田大介

目次

ページ

NIMS 国際標準化委員会委員長ご挨拶

材料標準化活動に関する最近のトピックス

高容量積層セラミックスコンデンサ信頼性評価法の標準化に向けた取り組み 機能性材料研究拠点 安達 裕	1
JIS/ASME 等活動（構造材料関連） 構造材料研究拠点 木村 一弘 構造材料研究拠点 澤田 浩太 構造材料研究拠点 戸田 佳明	3
ACM（Atmospheric Corrosion Monitor）型腐食モニタリングセンサ（ACM センサ）の JIS 化 構造材料研究拠点 篠原 正 構造材料研究拠点 片山 英樹	7
高温破壊試験法の国際標準化 構造材料研究拠点 田淵 正明 構造材料研究拠点 早川 正夫	9
リファレンスフリー蛍光 X 線分析 先端材料解析研究拠点 桜井 健次	11
超伝導の標準化 (VAMAS TWA 16 / IEC TC 90) 機能性材料研究拠点 技術開発・共用部門 西島 元	15
VAMAS TWA2/ISO TC201（表面化学分析）における走査型プローブ顕微鏡法の国際標準化 先端材料解析研究拠点 藤田 大介	17
X 線光電子分光スペクトルのピーク分離の全自動化の試み 統合型材料開発・情報基盤部門 吉川 英樹	21
「世界初の再生医療関連国際標準 ISO19090:2018 の策定」 機能性材料研究拠点 菊池 正紀	24

個人プロフィール

高容量積層セラミックスコンデンサの信頼性試験法の標準化 機能性材料研究拠点 安達 裕	27
GaN 結晶の転位検出方法に関する国際標準化 機能性材料研究拠点 色川 芳宏	28
走査型プローブ顕微鏡に関する国際標準化 先端材料解析研究拠点 大西 桂子	29

金属材料の腐食・防食分野における用語に関する標準化および金属材料の腐食評価手法に関する標準化 構造材料研究拠点 片山 英樹	30
化学分析および機器分析による材料分析法の標準化 技術開発・共用部門 川田 哲	31
医用セラミックスの力学的・生物学的試験法に関する標準化 機能性材料研究拠点 菊池 正紀	32
材料使用条件の信頼性向上に関する標準化 構造材料研究拠点 木村 一弘	33
X 線による材料分析の標準化 先端材料解析研究拠点 桜井 健次	34
発電用設備規格における材料規格化・許容値策定 構造材料研究拠点 澤田 浩太	35
大気腐食モニタリングセンサの JIS 化 構造材料研究拠点 篠原 正	36
ゼーベック係数の温度変化の評価手法に関する標準化 エネルギー・環境材料研究拠点 篠原 嘉一	37
高温破壊試験法の標準化 構造材料研究拠点 田淵 正明	38
発電用火力／原子力設備規格の整備 構造材料研究拠点 戸田 佳明	39
合成生体材料およびラマン分光法および顕微ラマン分光法 エネルギー・環境材料研究拠点 中尾 秀信	40
超伝導材料の各種性質測定方法に関する標準化 機能性材料研究拠点 西島 元	41
セラミック製品、セラミックスの分析技術に関する標準化 構造材料研究拠点 西村 聡之	42
走査型プローブ顕微鏡を用いた材料表界面の構造・機能のナノスケール評価手法に関する標準化 先端材料解析研究拠点 藤田 大介	43
超音波疲労試験方法の規格標準化 構造材料研究拠点 古谷 佳之	44
平行ビーム法を用いた X 線回折法による単結晶薄膜試料の結晶評価法に関する国際標準化 技術開発・共用部門 松下 能孝	45

近接場光学顕微鏡の空間分解能に関する新規国際標準試料の開発 先端材料解析研究拠点 三井 正	46
「生体材料のための抗菌性試験方法」標準化 機能性材料研究拠点 山本 玲子	47
電子分光を主とする表面分析技術の標準化 統合型材料開発・情報基盤部門 吉川 英樹	48

材料標準化活動に関する最近のトピックス

トピックス

高容量積層セラミックスコンデンサ信頼性評価法の標準化に向けた取り組み

安達 裕^{1*}

¹ 電子セラミックスグループ、機能性材料研究拠点

高容量積層セラミックスコンデンサ (MLCC) は、ほとんどすべてのエレクトロニクス機器に搭載されている電子部品であるが、信頼性評価法に関する標準化はまだなされていない。車載応用や航空宇宙応用が進展する中で、MLCC の信頼性に対する要求は今後ますます強くなることが予想されている。この現状を踏まえ、2016 年に東京工業大学鶴見教授を委員長とした MLCC 信頼性評価委員会が、MLCC の信頼性評価法・解析法の標準化に向けて立ち上げられた。まず初めに、委員会参画企業がそれぞれまで独自に行ってきた評価法を用いたラウンド・ロビン・テスト (RRT) が行われた。得られた結果にはばらつきがあり、各社で得られた製品寿命を相互比較することは困難である状況が確認された。その後数回にわたり国内 RRT が実施され、故障の定義、印加電圧および測定温度の設定基準、ワイブル統計処理法などを定めた信頼性評価法・解析法の標準化案が作成された。現在、この標準化案を用いた国際 RRT が進行中である。

1. はじめに

高容量積層セラミックスコンデンサ (MLCC) は、雑音の抑制や電圧の安定化などのために、ほとんどすべてのエレクトロニクス機器に搭載されている電子部品である。例えば、スマートフォンには 1 台あたり約 700 個、ノートパソコンには約 800 個の MLCC が使用されている。MLCC の世界市場は 1 兆円程度あり、このうち 50-70% を日系企業が占めている、日本が強い分野である。

MLCC は図 1 に示すように、誘電体層と内部電極が多層構造を持ったコンデンサで、誘電体層を薄くしたり、積層数を増やして総電極面積を大きくすることによって静電容量の向上が図られている。MLCC の規格としては、チップサイズ、静電容量、温度安定性などについて定められたものがあり、既に国際標準化もなされている¹⁾。しかしながら、MLCC の信頼性評価法、製品の寿命予測に関する標準化はいまだなされていない。車載応用や航空宇宙応用が進展するなかで MLCC の信頼性に対する要求は今後ますます強くなることが予想されるため、早急にこれに対応する必要がある。

この現状を踏まえ、2016 年に東京工業大学鶴見教授を委員長とした MLCC 信頼性評価委員会が立ち上げられ、MLCC の信頼性試験法の標準化に向けた活動が

開始された。筆者は 2017 年から本委員会に出席しており、MLCC 信頼性評価法の標準化への取り組みを間近に見てきた。本稿では、本委員会のこれまでの活動と MLCC の信頼性評価法がどのようなものであるかを紹介したい。

2. MLCC 信頼性評価委員会

MLCC 信頼性評価委委員会は VAMAS の技術作業部会 TWA24 の標準化活動の一環として立ち上げられた。委員会には、日本の主要 MLCC メーカーである村田製作所、太陽誘電、TDK、京セラの 4 社が参加した。本委員会では、まず初めに各企業がそれぞれで独自に

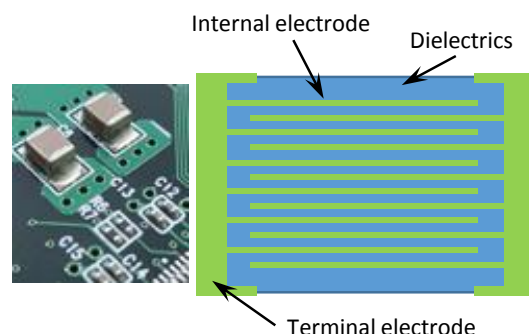


図 1. MLCC の外観と構造

*E-mail: adachi.yutaka@nims.go.jp

行ってきた評価法を用いて、同一規格、同一ロットのサンプルで信頼性評価を行った。信頼性試験法とその解析に使われる基本原理は同じであるにもかかわらず、得られた結果は企業によって異なっており、各社で得られた製品寿命を相互比較することが困難である状況が明らかになった。これは、MLCC が絶縁破壊されたとみなす電流値や、加速電圧、温度の設定指針などの実験条件、得られたデータの統計処理方法などが各社で異なっていたためであった。その後数回のラウンド・ロビン・テスト(RRT)を行って、寿命予測に違いをもたらす原因が洗い出され、2018 年末には各社からの結果がほぼ同じになる信頼性評価法・解析法を得ることができた。2019 年 5 月に米国ボルダーで開催された第 44 回 VAMAS 運営会議で、それら試験法・解析法を用いた国際 RRT が承認され、現在、海外企業数社が参画した国際 RRT が進行中である。

3. MLCC 信頼性評価法

MLCC に求められる信頼性には、静電容量や機械的強度など様々なものがあるが、本委員会を対象とした特性は絶縁抵抗の信頼性である。MLCC は電氣的絶縁体であるので直流電圧を印加してもほとんど電流が流れないが、図 2 に示すように、電圧を長時間印加し続けるとある時点から電流が増加し、やがて誘電体層の絶縁破壊に至る。これは誘電体中で正に帯電した酸素欠陥が、外部から印加された電圧によって負極側に移動・蓄積され、蓄積量が多くなるとそこから絶縁劣化現象が生じるためと考えられている。

MLCC の信頼性試験には、短時間で結果を得ることのできる高加速寿命試験(Highly Accelerate Life Test, HALT)が用いられる。通常の使用環境よりも高温・高電圧下でサンプルのリーク電流測定が行われ、サンプルが絶縁破壊されるまでの時間が測定される。数十から数百個のサンプルを用いた加速試験が行われ、得られた結果をワイブル統計解析することにより平均寿命が算出される²⁾。

この加速試験で得られた結果から、実際の使用温度、電圧下での寿命を求めるために、以下に示すアイリング・モデル式が用いられる³⁾。

$$\frac{L_1}{L_2} = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^n \times \exp\left[\frac{E_a}{k_B}\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)\right] \quad (1)$$

ここで、 L_1 、 L_2 はそれぞれ異なる温度、電圧下での平均寿命、 n は電圧加速定数、 k_B はボルツマン定数、 E_a は活性化エネルギー、 V_1 、 V_2 は印加電圧、 T_1 、 T_2 は試験温度である。この式から、実際に使用する温度、電圧下での製品寿命を求めるためには、電圧加速係数

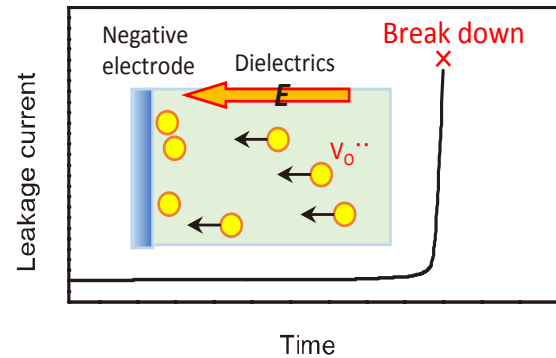


図 2. MLCC のリーク電流と電圧印加時間の関係

と活性化エネルギーを求める必要がある。そのために、温度が一定で電圧が異なる条件での加速試験が 3 水準、電圧が一定で温度が異なる条件での加速試験が 3 水準行われる。得られた平均寿命と、電圧、温度の逆数の片対数グラフから電圧加速係数と活性化エネルギーをそれぞれ算出することができる。この電圧加速係数と活性化エネルギーを用いて、実際の使用環境における MLCC の寿命が推定される。

今回の標準化案では、各社がこれまで独自に設定していた測定装置の仕様、故障の定義、加速温度および加速電圧の設定基準、データの統計処理手順などが定義された。これにより、国内 RRT では各社でほぼ同じ結果が得られるようになった。

4. まとめ

本稿では、MLCC の信頼性評価法とその標準活動について簡単に述べた。今後の自動運転技術や電気自動車の普及により、MLCC の車載用への需要はますます増加していることが見込まれている。車載用の電子部品の信頼性は、他の電子機器と比較してより一層厳しい基準のものが要求される。今回の標準化活動が、MLCC の品質信頼性向上の一端を担うことを期待している。

文 献

- 1) JIS C 5101-22: 2014, IEC 60384-22: 2011.
- 2) JIS R 1625: 2010.
- 3) C. A. Randall, R. Maier, W. Qu, K. Kobayashi, K. Morita, Y. Mizuno, N. Inoue and T. Oguni: *J. Appl. Phys.* **113**, 014101 (2013).

トピックス

JIS/ASME 等活動（構造材料関連）

木村 一弘^{1*}・澤田 浩太²・戸田 佳明³¹ 構造材料研究拠点² 構造材料試験プラットフォーム、構造材料研究拠点³ 耐熱材料設計グループ、接合・造型分野、構造材料研究拠点

構造材料に関連する標準化活動としては、日本産業規格(JIS)、ASME(米国機械学会)ボイラ圧力容器規格以外にも経済産業省が所管する発電用火力設備関連規格や学協会が制定する民間自主規格等がある。JIS 規格に関しては、JIS 規格原案作成に関する活動に加えて、日本産業標準調査会(JISC)における JIS 規格案の審議を通して貢献している。NIMS の研究成果は、JIS Z2384:2019「大気腐食モニタリングセンサ」の制定、発電用火力設備規格に関する高クロム鋼の許容応力と寿命評価式の改正等に反映されている。ASME 規格委員会でも長年にわたって委員として規格活動に参画し、NIMS の研究成果を規格に反映する等の貢献を行っている。

1. はじめに

構造材料に関連する標準化活動としては、日本産業規格(JIS)、ASME(米国機械学会)ボイラ圧力容器規格以外にも経済産業省が所管する発電用火力設備関連規格や学協会が制定する民間自主規格等がある。本稿では、これらの各種規格策定における NIMS 職員の活動状況の概要を記載する。

2. JIS 規格

2.1 日本産業規格(JIS)

JIS 規格の制定・改正・廃止等に係る案は、例えば日本鉄鋼連盟やステンレス協会、腐食防食学会等の数多くの民間団体等によって作成された後、JIS 規格案をそれぞれの主務大臣に申し出る。その後、日本産業標準調査会(JISC)において JIS 規格案が審議され、承認された JIS 規格案が主務大臣に答申されるというプロセスを経て制定される。そのため、JIS 規格に関わる活動は民間団体等における原案作成に関する活動と JISC における JIS 規格案の審議に大別される。

2.2 JIS 規格原案作成

多種類の鉄鋼材料規格に加えて鉄鋼用語や分析方法、引張試験やシャルピー衝撃試験及び各種の硬さ試験等、鉄鋼材料に関する数多くの JIS 規格原案を作成している社団法人日本鉄鋼連盟標準化センター鋼材規格三

者委員会では、緒形特命研究員が副委員長として JIS 規格原案作成に従事している。ステンレス協会では、ステンレス鋼の材料規格及び試験・検査・検定等に関する JIS 規格原案を作成しており、数多くの JIS 規格原案作成において木村が原案作成委員会委員長を務めている。

ガルバニック対を利用した大気腐食モニタリングセンサ(ACM センサ)は、1990 年代に金属材料の腐食速度のモニタリングを目的に研究開発されたセンサであり、近年では橋梁、住宅、化学プラント、電力、自動車等の幅広い分野で腐食寿命予測、腐食環境評価等の目的で多用されている。そのため、ACM センサの品質・信頼性を担保することを目的として、公益社団法人腐食防食学会が原案作成機関となり、ACM センサを研究開発した篠原正特別研究員が原案作成委員会幹事及び分科会主査として取りまとめた JIS 規格原案が、JIS Z2384:2019「大気腐食モニタリングセンサ」として 2019 年 9 月に制定された。

2.3 JIS 規格案審議

産業標準調査会は、業務運営の基本的事項の企画等を行う「総会」の下に「基本政策部会」・「標準第一部会」・「標準第二部会」が設置されており、各部会の下に JIS 規格の審議等を行う専門委員会が設置されている。金属材料に関する JIS 規格案の多くは「金属・無機材料技術専門委員会」で審議され、承認された後に主務大臣に答申される。2019 年 6 月からは長井寿名誉研究員の後任として、木村が金属・無機材料技術専門委員会委員長を務め、標準第一部会委員を兼務するとともに、廣本主幹研究員が同専門委員会委員を務めている。

*E-mail: KIMURA.kazuhiro@nims.go.jp

3. 発電用火力設備規格

発電用火力設備に関する技術基準を定める省令(平成9年通商産業省令第51号。)に定める技術的要件を満たすべき技術的内容を具体的に示したものと、発電用火力設備の技術基準の解釈が制定されている。本解釈には、発電用火力設備に使用することができる材料の許容応力が規定されている。

2004年6月に運転中の超々臨界圧の火力発電所において、高温再熱管が破損したことを受け、原因究明と再発防止対策を検討した結果、破損部の使用材料である高クロム鋼(火 SUS410J3)溶接部のクリープ強度が設計時よりも低いことが明らかとなり、母材についても同様にクリープ強度の低下が認められた。そこで、高クロム鋼の長時間クリープ強度全般について、最新の知見を踏まえて評価検討を行い、その結果を踏まえ、同材料を規定する「発電用火力設備の技術基準の解釈」に規定された当該材料の許容引張応力の見直しが行われた¹⁾。この許容引張応力の見直しには、木村が提唱していた「領域分割解析法」によるクリープ強度の再評価が行われた。さらに、同材料を使用する既存の火力発電所に関しては、引き続き適切な余寿命診断を基本とした維持管理が求められることから、高クロム鋼の余寿命診断を行うため発電用火力設備における高クロム鋼に対する寿命評価式が文書として発出された²⁾。この寿命評価式は、「領域分割解析法」を用いて評価したクリープ破断寿命の99%信頼下限に基づいて設定されている。高クロム鋼の許容引張応力及び寿命評価式はその後数回にわたり見直しが行われているが、いずれの見直しに際しても、木村が提唱した「領域分割解析法」によるクリープ強度評価が用いられており、2019年7月に実施された改良9Cr-1Mo鋼(火 STBA29系鋼)の許容引張応力と寿命評価式の改正³⁾にも貢献している。

4. 国内民間自主規格

4.1 日本機械学会発電用設備規格

我が国では1995年の世界貿易機構(WTO)の発足時にWTO協定へ批准すると同時にTBT(Technical Barriers to Trade)協定を締結した。TBT協定とは、工業製品等の各国の規格及び規格への適合性評価手続き(規格・基準認証制度)が不必要な貿易障害とならないよう、国際規格を基礎とした国内規格策定の原則、規格作成の透明性の確保を規定したものである。これに対応して、1997年に技術基準の『性能規定化』が行われ、設置者の自己責任の下で技術基準への適合性を確認することにより、新技術や民間規格等を活用することが可能となった。

そこで日本機械学会では、1997年10月に発電用設備規格委員会を設置して、発電用設備の規格策定活動を開始した。発足当時は発電用設備規格委員会傘下に火力と原子力の2つの専門委員会が設置された。その後、材料と核融合の専門委員会が設置され、現在は火力、原子力、材料及び核融合の4つの専門委員会が設置されている。各専門委員会傘下には常設組織である分科会と作業会が設置されている。また、特定の検討課題に対応した時限的組織としてタスクが設置されている。

2019年12月時点では、木村が規格委員会委員及び材料専門委員会委員長、澤田が材料専門委員会委員と材料専門委員会傘下の新材料規格化分科会主査を、戸田がいずれも材料専門委員会傘下である新材料規格化分科会と材料規格統合化分科会の委員として、規格策定活動に参画している。さらに、田淵正明クリープ特性グループリーダーが火力専門委員会委員、西川嗣彬疲労特性グループ主任研究員が火力専門委員会傘下の材料分科会副主査、小野嘉則材料強度基準グループ主幹研究員が原子力専門委員会傘下の材料分科会委員として、規格策定活動に参画している。

発電用火力設備の技術基準の解釈は2016年2月25日の改正に際して、新たに第11章「その他規格等の適用」に第167条が制定された。

「第167条 発電用火力設備に属する設備であって、一般社団法人日本機械学会 発電用火力設備規格 基本規定(2012年版)JSME S TA0-2012(一般社団法人日本機械学会 発電用火力設備規格 基本規定(2015年追補)JSME S TA0-2015を含む。)に適合するものにあつては、省令に定める技術的要件を満たすものとする。この場合において、当該設備に係る第2章から前章までの規定は適用しない。」

このことは、民間規格である日本機械学会発電用火力設備規格が国の審査基準として正式に認められたことを意味しており、NIMS研究者もこの審査基準化に対して大いに貢献した。

4.2 日本溶接協会規格(WES)

近年、 10^7 サイクル以上の高サイクル疲労に関する研究が多数報告されている。日本溶接協会では2000～2011年に原子力機器用構造材料の超高サイクル疲労に関する研究が行われたが、その中では超音波疲労試験も採用され、複数機関によるラウンドロビン試験が実施された。この研究の成果として超音波疲労試験に関する様々なノウハウが蓄積されたため、超音波疲労試験の普及促進と超高サイクル疲労データの拡充を図ることを目的として、「金属材料の超音波疲労試験方法」が日本溶接協会規格

WES 1112:2017 として制定された。本規格の原案及び解説の執筆を古谷佳之疲労特性研究グループリーダーが担当しており、古谷氏が長年にわたり研究開発を進めてきた超音波疲労試験方法を基礎として標準化がなされた。

4.3 日本高圧力技術協会規格(HPIS)

日本高圧力技術協会では、圧力設備規格審議委員会を設置して、合理的な高圧力に関する又は圧力設備に係る設計、製造、施工、試験、検査、維持管理技術及び安全性評価技術等を推進するため、最新の技術的知見等に基づく技術基準の制定及び改正等を行っている。圧力設備規格審議委員会には阿部富士雄名誉研究員が委員として参画している。

日本高圧力容器技術協会 圧力容器及びボイラ用材料の許容引張応力表原案作成委員会には木村が委員として参画し、HPIS C104「圧力容器及びボイラ用材料の許容引張応力表(引張強さに対する安全係数 4 対応)」及び HPIS C105「圧力容器及びボイラ用材料の許容引張応力表(引張強さに対する安全係数 3.5 対応)」の原案作成に貢献している。HPIS C104 及び HPIS C105 は、それぞれ JIS B 8265「圧力容器の構造—一般事項」及び JIS B8267「圧力容器の設計」の許容引張応力表に引用されている規格である。また、HPIS C108「核燃料再処理設備規格材料規格」の原案作成委員会に木村が委員として参画した。

5. ASME ボイラ圧力容器規格

米国では、1900 年代初頭にボイラや圧力容器の爆発事故が相次ぎ、多くの死傷者が発生していた。そこで、ボイラ及び圧力容器を安全に設計することを目的として米国機械学会 (American Society of Mechanical Engineers, ASME) ではボイラ圧力容器規格の策定活動を開始した。以前は 3 年毎に規格の改定版が発行され、改訂版が発行されない年には追補 (Addenda) が発行されていたが、2015 年版以降は 2 年毎に規格の改定版が発行されることとなり、追補は発行されなくなった。最新版である 2019 年版規格の構成を表 1 に示す。ASME ボイラ圧力容器規格は Section 1 が発電用ボイラ、Section 2 が材料、Section 3 が原子力設備機器の建設規格であり、全部で 12 のセクションから構成されている。それぞれのセクションに対応した Standard Committee があり、Standard Committee 傘下には数多くの Sub Group, Working Group 及び Task Group 等が設置されている。ASME ボイラ圧力容器規格委員会は、年に 4 回開催される Boiler Code Week 期間中に、200

を超える会議が集中的に行われ、規格案が審議される。

物質・材料研究機構からは阿部富士雄名誉研究員が長年にわたり、Section 2 の材料に関する Committee on Materials, Subgroup on Strength, Ferrous Alloy, Working Group on Creep Strength Enhanced Ferritic Steels, Working Group on Data Analysis, Working Group on Materials Database 等の数多くの委員会メンバーとして活躍している。木村は 2019 年より Section 2 の材料に関する委員会のメンバーを務めるとともに、Section 3 の原子力設備機器の建設規格に関する Subgroup on High Temperature Reactor 及び Working Group on Allowable Stress Criteria のメンバーとして規格策定活動に参画している。これまでの活動の成果としては、9Cr-1Mo-V 鋼 (Grade 91, 改良 9Cr-1Mo 鋼) の最長 50 万時間までの材料強度基準値を提案し、既存規格で制定されていた 30 万時間までの材料強度基準値の改定案と、新規となる 50 万時間の材料強度基準値が承認され、2019 年版規格に反映された。第 4 世代 (Generation IV) 原子炉の設計規格として、日米欧で 50 万時間までの材料強度基準値の策定が検討されている中で、世界に先駆けた 9Cr-1Mo-V 鋼の 50 万時間材料強度基準値の制定に貢献した。現在は、9Cr-1Mo-V 鋼について最長 50 万時間までの溶接継手強度低減係数を制定するための検討を Project Technical Manager として担当しており、審議を進めている。

6. まとめ

本稿では、JIS/ASME 規格とともに、経済産業省が定める発電用火力設備規格や各種の民間規格に対する NIMS 研究者の取り組みの概要を記載した。ここに記載した活動以外にも規格策定活動に対する NIMS 研究者の貢献があるものと思われる。規格化・標準化は社会生活に直接かかわるものであり、NIMS 研究者にとっても重要な業務であり、このような活動をより一層充実させるためにも、組織的な対応が重要である。

文 献

- 1) 発電用火力設備の技術基準の解釈について、経済産業省原子力安全・保安院、平成 17 年 12 月 14 日、NISA-234c-05-8.
- 2) 発電用火力設備における高クロム鋼に対する寿命評価式について、経済産業省原子力安全・保安院、平成 17 年 12 月 14 日、NISA-234c-05-9.
- 3) 発電用火力設備の技術基準の解釈の一部を改正する規程、経済産業省、令和元年 7 月 4 日、20190628 保局第 1 号

表 1 ASME ボイラ圧力容器規格の構成 (2019 年版)

I	Rules for Construction of Power Boilers
II	Materials
	• Part A — Ferrous Material Specifications
	• Part B — Nonferrous Material Specifications
	• Part C — Specifications for Welding Rods, Electrodes, and Filler Metals
	• Part D — Properties (Customary)
	• Part D — Properties (Metric)
III	Rules for Construction of Nuclear Facility Components
	• Subsection NCA — General Requirements for Division 1 and Division 2
	• Appendices
	• Division 1
	– Subsection NB — Class 1 Components
	– Subsection NC — Class 2 Components
	– Subsection ND — Class 3 Components
	– Subsection NE — Class MC Components
	– Subsection NF — Supports
	– Subsection NG — Core Support Structures
	• Division 2 — Code for Concrete Containments
	• Division 3 — Containment Systems for Transportation and Storage of Spent Nuclear Fuel and High-Level
	Radioactive Material
	• Division 5 — High Temperature Reactors
IV	Rules for Construction of Heating Boilers
V	Nondestructive Examination
VI	Recommended Rules for the Care and Operation of Heating Boilers
VII	Recommended Guidelines for the Care of Power Boilers
VIII	Rules for Construction of Pressure Vessels
	• Division 1
	• Division 2 — Alternative Rules
	• Division 3 — Alternative Rules for Construction of High Pressure Vessels
IX	Welding, Brazing, and Fusing Qualifications
X	Fiber-Reinforced Plastic Pressure Vessels
XI	Rules for Inservice Inspection of Nuclear Power Plant Components
	• Division 1 — Rules for Inspection and Testing of Components of Light-Water-Cooled Plants
	• Division 2 — Requirements for Reliability and Integrity Management (RIM) Programs for Nuclear Power Plants
XII	Rules for Construction and Continued Service of Transport Tanks

トピックス

ACM (Atmospheric Corrosion Monitor) 型腐食モニタリング
センサ (ACM センサ) の JIS 化篠原 正^{1*}・片山 英樹¹¹ 腐食特性グループ、構造材料研究拠点

ACM センサは、アノードである炭素鋼(Fe)あるいは亜鉛めっき鋼板(Zn)の上に絶縁層を介して Ag ペースト(カソード)を印刷したもので、異種金属対に流れる短絡電流を測定することにより、環境腐食性に関する情報を実時間的に測定することができる。公益社団法人 腐食防食学会 腐食センターによる認定版として市販され、屋内のような温和な環境から、海洋地域のような厳しい環境に至るまでの環境腐食性評価に幅広く使われている。このセンサの供給と信頼性確保を考慮して、センサの JIS 化を図るべきであるという声が高まった。そこで、腐食防食学会に JIS 原案作成委員会を設立させ、検討の結果、2019 年 9 月に JIS Z 2384:2019「大気腐食モニタリングセンサ (Atmospheric Corrosion Monitoring Sensor)」として制定された。

1. はじめに

ACM (Atmospheric Corrosion Monitor) 型腐食モニタリングセンサ (ACM センサ) は、アノードである炭素鋼(Fe)あるいは亜鉛めっき鋼板(Zn)の上に絶縁層を介して Ag ペースト(カソード)を印刷したもので、異種金属対に流れる短絡電流を測定することにより、環境腐食性に関する情報を実時間的に測定することができる。

このセンサは公益社団法人 腐食防食学会 腐食センターによる認定版として市販され、種々の大気環境における腐食性評価に幅広く使われている。今後のセンサの供給と信頼性確保を考慮して、ACM センサの JIS 化を図るべきであるという声が高まったことから、腐食防食学会に JIS 原案作成委員会を設立させ、JIS を制定することになった。

2. ACM センサ¹⁾²⁾

2.1 ACM センサの構成

ACM センサの構成を図 1¹⁾に示す。アノードである炭素鋼(Fe)あるいは亜鉛めっき鋼板(Zn)の上に、絶縁層および Ag ペースト(カソード)を精密スクリーン印刷技術によって印刷した。これにより、量産性および再現性優れたセンサを作製でき、センサの寿命が数ヵ月程度であっても、これを更新することで長期にわたる腐食情報の採取を可能となった。

2.2 大気腐食研究への ACM センサの適用

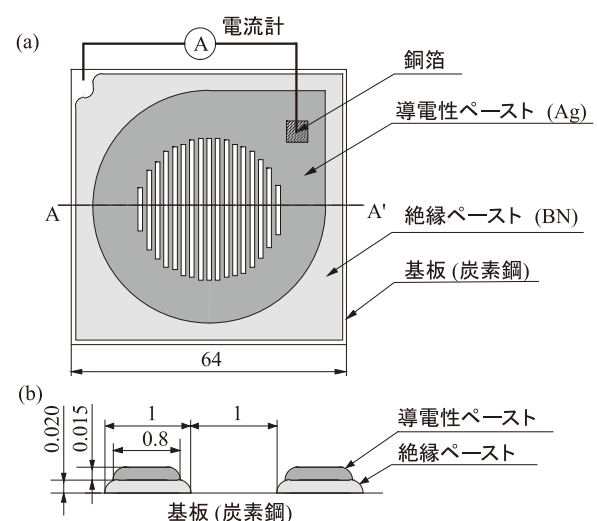
2.2.1 環境因子のモニタリング

ぬれ時間

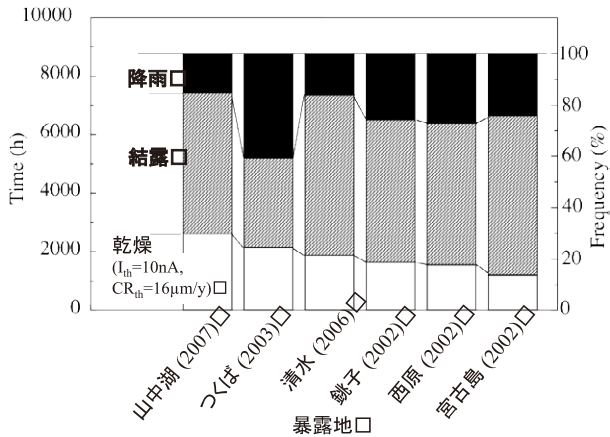
ACM センサ出力の大きさと経時変化は降雨時と結露時とで異なるため、結露・乾燥および降雨の各期間を検出し、各々の時間を求めることができる(図 2)。

海塩付着量

ぬれ期間におけるセンサ出力と相対湿度(RH)、および予め所定の量の海塩を付着させて求めておいた両者の関係(較正曲線¹⁾²⁾)とから、海塩付着量が実時間的に測定できる。海塩付着量の定常値(W_s)を暴露地ごとに求めた結果を表 1 にまとめた。

図 1. ACM センサの構成¹⁾²⁾

*E-mail: SHINOHARA.Tadashi@nims.go.jp

図 2. 各暴露地での結露・乾燥および降雨の時間¹⁾²⁾

2.3 直接雨がかりのない環境での腐食挙動

雨が直接当たらない種々の環境中で、鉄試片および QCM から求めた鉄の腐食速度と ACM センサ出力の日平均電気量(Q)との関係を調べたところ、

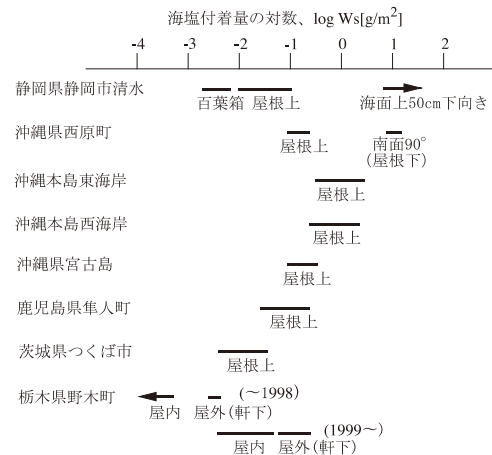
$$\log CR [\text{mm/y}] = 0.378 \log Q [\text{C/day}] - 0.636 \quad (1)$$

で表されることが確認された (図 3)。このことは、海塩付着量や湿度条件などの環境条件によらず、Q から腐食速度を推定できることを示す。

3. ACM センサの JIS 化の動き

2. で述べたように、ACM センサによって、大気環境の腐食性評価が行えるとともに、雨係りのない環境では腐食速度の推定も行える。このため ACM センサは、屋内のような温かな環境から、海洋地域のような厳しい環境に至るまでの環境腐食性評価に幅広く使われるようになった。近年では、アジア地域においても需要が高まっており、今後のセンサの供給と信頼性確保を考慮して、ACM センサの JIS 化を図るべきであるという声が高まった。そこで、腐食防食学会に JIS 原案作成委員会を設立させ、日本規格協会を通じて JIS を制定することになった。

2018 年 1 月に JIS 原案作成委員会および分科会が正式発足し、議論を重ねた上で 2018 年 10 月に JIS 原案がまとめられ、日本規格協会へ提出された。その後、日本規格協会と腐食防食学会との間での内容の推敲が行われ、2019 年 6 月の JISC (日本産業標準調査会) 金属・無機材料技術専門委員会での審議を経て、2019 年 9 月に JIS Z 2384:2019 「大気腐食モニタリングセンサ (Atmospheric Corrosion Monitoring Sensor)」として制定された。

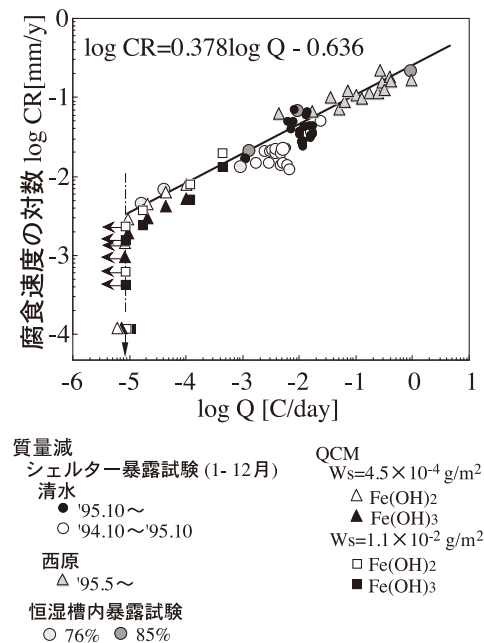
表 1. 各地の海塩付着量 ($Ws[\text{g/m}^2]$)¹⁾²⁾

4. まとめ

ACM センサは量産性と再現性に優れ、屋内のような温かな環境から、海洋地域のような厳しい環境に至るまでの環境腐食性評価に幅広く使われている。近年では、アジア地域においても需要が高まっており、今後のセンサの供給と信頼性確保を考慮して、ACM センサの JIS 化を図り、2019 年 9 月に JIS Z 2384:2019 「大気腐食モニタリングセンサ (Atmospheric Corrosion Monitoring Sensor)」として制定された。

文 献

- 1) 元田慎一、鈴木揚之助、篠原 正、児島洋一、辻川茂男、押川 渡、糸村昌祐、福島敏郎、出雲茂人：材料と環境、**43**, 550 - 556 (1994).
- 2) 篠原 正：材料と環境、**64**, 26(2015).

図 3. 鉄の腐食速度と ACM センサ出力 (Q) との関係¹⁾²⁾

トピックス

高温破壊試験法の国際標準化

田淵 正明^{1*}・早川 正夫²¹クリープ特性グループ，構造材料研究拠点²環境疲労特性グループ，構造材料研究拠点

高温構造物の安全性評価や余寿命診断においては，検出されたき裂の高温クリープおよびクリープ疲労下での成長の可能性や成長速度を破壊力学により予測する技術の確立が重要である。クリープき裂成長試験法については，これまでの VAMAS 活動 (TWA11, TWA19, TWA25, TWA31) により，ASTM E1457 規格，ISO/TTA 5: 2007(E) が作成された。現在は，ISO/TTA5 に溶接部の取り扱い，および，ひずみ制御クリープ疲労き裂成長試験を加えて，新規規格の提案を目指している。このためのラウンドロビン試験 (RRT) を実施中である。

1. はじめに

高温機器部材では使用中に発生したき裂が時間とともに成長する現象があり，クリープき裂成長とよばれる。発電プラントや化学プラントなどの高温構造物の安全性評価や余寿命診断においては，検出されたき裂の高温クリープおよびクリープ疲労下での成長の可能性や成長速度を破壊力学により予測する技術の確立が重要である。クリープき裂成長試験法については試験法標準がなかったことから，1987 年に VAMAS の課題に取り上げられ，TWA11 (耐熱鋼)，TWA19 (低延性合金)，TWA25 (構造部材)，TWA31 (溶接部) と課題を変えながら活動を続けている。その間，ASTM E1457 規格の作成と改訂¹⁾，ISO/TTA 5: 2007(E)²⁾の作成を行った。

石炭火力発電プラントは CO₂ 排出量が多いため高効率化が求められている。超々臨界圧 (USC) 発電プラントや次世代の先進超々臨界圧 (A-USC) 発電プラントで使用される耐熱鋼，Ni 基合金の使用条件は過酷になり (高温高压，起動停止，多軸応力など)，寿命予測技術の開発と標準化が求められている。現在 TWA31 では，経済産業省 省エネルギー等に関する国際標準の獲得・普及促進事業委託費 (平成 29~31 年度) により，USC，A-USC プラント等で使用される高 Cr 耐熱鋼，Ni 基合金およびそれらの溶接継手を対象とし，高温クリープ疲労条件下でのき裂の発生・成長を予測するための試験評価法の開発をととした国際標準化を目指している。本研究により，USC，A-USC プラント用高温構造材の安全性，信頼性の向上に資する。

2. 試験方法

クリープおよびクリープ疲労き裂成長試験は，高温で試験片に定荷重または変動荷重や変動ひずみを与えることによりき裂を発生・成長させ，その挙動を観察することを目的とする。試験では，1) 試験片を所定の温度に加熱する。2) 試験片に所定の荷重または変位を与える。3) き裂開口変位 (荷重線変位) およびき裂長さを，十分な精度で計測する。高温炉中のき裂長さは，直流電位差法で測定し，き裂長さに換算する。試験片に一定電流を流し，き裂を挟む 2 点間の電位差を測定する。き裂の成長に伴う断面積の減少により電位差が上昇する。クリープ疲労き裂成長試験では，繰り返しの荷重および変位の変化を，十分な精度で測定することも必要である。

3. 試験結果

3.1 クリープき裂成長試験

600℃級の USC プラントでは，9~12%の Cr を含有する高 Cr フェライト鋼 (Gr.91 鋼，Gr.92 鋼，Gr.122 鋼など) が使用されている。長期間使用された高 Cr 鋼の溶接熱影響部に Type IV と呼ばれるクリープ損傷が発生した事例が報告されている。このため，VAMAS TWA31 では，溶接部におけるクリープき裂成長試験法に関する国際共同研究を行ってきた^{3), 4)}。研究結果をふまえて，ASTM E1457 規格の改訂を行った¹⁾。

700℃級の A-USC プラントの高温部では，Ni 基合金が使用される。そこで，A-USC 用 Ni 基合金の Alloy 617 を対象に，クリープき裂成長の RRT を実施した。得られたクリープき裂成長速度と高温破壊力学パラメータ (C*) の関係を図 1 に示す。700℃では，750℃

*E-mail: TABUCHI.Masaaki@nims.go.jp

よりもき裂成長速度が速いがこれは温度によって材料のクリープ延性が異なるためである。RRT の結果、Alloy 617 のクリープき裂成長特性は、高 Cr フェライト鋼と大差ないことが明らかとなった。

3.2 ひずみ制御クリープ疲労き裂成長試験

高温機器では、クリープ変形が拘束を受けると、機器の起動停止があることから、ひずみ制御クリープ疲労下でのき裂成長速度データが必要となる。しかし、この試験はあまり行われていない。TWA31 では、USC, A-USC プラント用高 Cr フェライト鋼、Ni 基合金および溶接継手を対象とし、ひずみ制御クリープ疲労き裂成長試験の RRT を実施している。環状切欠試験片に、引張りひずみ保持台形波の繰り返しひずみを与え、繰り返し数に伴うき裂長さの変化を、直流電位差法を用いて測定した。図 2 は、Alloy 617 について RRT (ひずみ範囲: $\pm 0.2\%$, 引張りひずみ保持時間: 10 min, 試験温度: 700°C) を実施した結果である。引張り側ピーク応力および圧縮側ピーク応力と繰り返し数の関係を示す。NIMS と Imperial College London で得ら

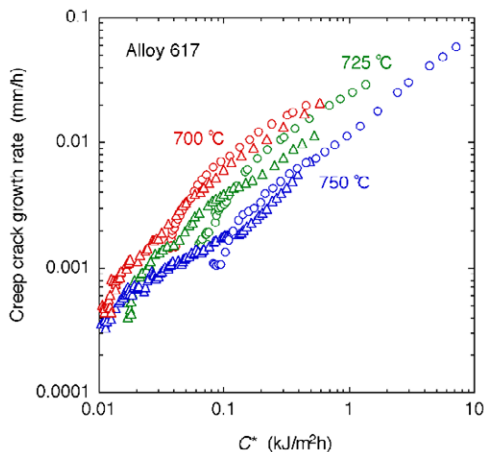


図 1. Alloy 617 のクリープき裂成長速度

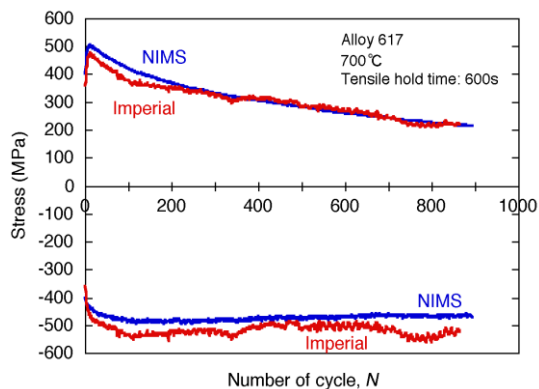


図 2. Alloy 617 のひずみ制御クリープ疲労き裂成長試験の RRT

れたデータはよく一致している。Ni 基合金は繰り返し硬化するため、試験の初期には引張り側ピーク応力が上昇するが、すぐにき裂が発生し繰り返し数とともに成長するため、引張り側ピーク応力は徐々に減少することがわかる。

図 3 は、9Cr 鋼 (Gr91 鋼) の母材と溶接継手について、10 min 保持と 1 h 保持のひずみ制御クリープ疲労き裂成長試験を行った結果である。溶接継手では、母材と比較してき裂成長速度が速いことがわかる。また、母材では保持時間 (t_H) の影響は小さいが、溶接継手では保持時間が長くなるとき裂成長速度が速くなることがわかる。これは溶接熱影響部のクリープ強度が母材よりも低く、変形拘束の影響を受けるため、クリープ損傷の影響を受けやすいことを意味している。

4. ISO 規格の提案

上記の VAMAS TWA31 の活動成果について、ISO/TC164/SC1 の国際会議 (2019 年 9 月, ウルム, ドイツ) で講演し、試験方法について NP 提案を行うこととなった。RRT の結果等を踏まえて、ISO 規格原案 (金属材料の高温クリープ/疲労き裂成長試験法) を作成し、ISO/TC164/SC1 に提出した。2019 年 12 月に NP 投票が開始された。

文 献

- 1) ASTM E1457-15: Standard Test Method for Measurement of Creep Crack Growth Times in Metals.
- 2) ISO/TTA 5: 2007(E): Code of Practice for Creep/Fatigue Testing of Cracked Component.
- 3) M. Tabuchi et al: Engineering Fracture Mechanics, 77 (2010) pp.3066-3076.
- 4) M. Tabuchi et al.: Strength, Fracture and Complexity, 9 (2015) pp.31-41.

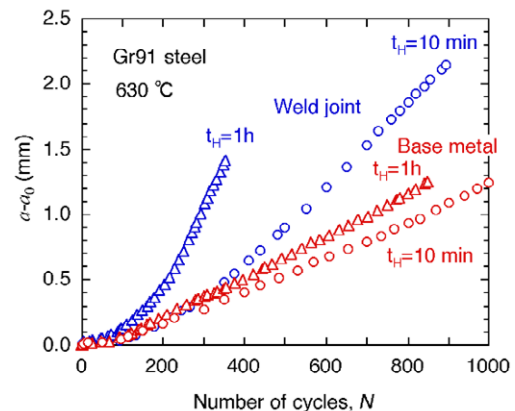


図 3. 9Cr 鋼の母材と溶接継手のクリープ疲労き裂長さとの繰り返し数の関係 (630°C)

トピックス

リファレンスフリー蛍光 X 線分析

桜井 健次*

先端材料解析研究拠点

リファレンスフリー分析は、定量分析に際し、標準試料群を用いた実験的な検量線を使用せずに同等の効果を得ようとする新しい分析のスタイルである。数ある元素分析の技術群のなかでも、蛍光X線分析法がリファレンスフリー分析におけるトップランナーの位置をしめている。測定のための物理的な過程と装置の特性がよく理解されており、その大部分を理論式で示すことができ、試料の化学組成に対応した測定結果が十分に予測可能であることが重要なポイントになる。分析技術が世の中で広く利用され、新たなイノベーションの契機にもなることは、大いに喜ばしいことではあるが、現実問題として、分析の専門家ではない作業者がブラックボックス的に取り扱うことも多く、十分吟味されていない分析値の一人歩きが招くリスクが心配される。2013年秋に開催されたリファレンスフリー分析のためのX線の物理定数（ファンダメンタルパラメータ）に関する国際会議をきっかけにして、民間企業11社、産総研と NIMS からなるアライアンスが生まれ、高信頼性のリファレンスフリー蛍光 X 線分析をめざす活動を行っている。

1. はじめに

蛍光 X 線分析法を含め、多くの元素分析法では、検量線とよばれる信号強度（蛍光 X 線強度）と濃度または絶対量の関係を用いて定量分析を行うのが通例である。いわゆるマトリックス効果を考慮する必要があるため、たまたま手元にある検量線 1 本で、あらゆる試料に適用するというわけにはいかない。検量線を得るためには、測定したい未知試料ときわめて類似した主成分元素からなり、かつ注目元素の濃度や絶対量を系統的に変化させた標準試料群が必要である。標準試料は、分析対象が異なれば、その都度作製する必要がある。これは定量分析に必須の要件であるとこれまで考えられてきた。

リファレンスフリー分析は、定量分析に際し、実験的な検量線を使用せずに同等の効果を得ようとする新しい分析のスタイルである。分析の目的や対象によっては、検量線を作るための標準試料をあらかじめそろえることが容易ではない場合がある。そのため、現場で良い標準試料を作製することを支援する各種のツールの開発を進める一方で、リファレンスフリー分析の方法を確立し、その信頼性を高めていくことが重要である。リファレンスフリー分析の前提になるのは、測定に関わるすべての物理的な過程と装置の特性がよく理解されており、その大部分を理論式で示すことができ、マトリックス効果も含めたあらゆる効果が

十分に予測できることである。現時点でリファレンスフリー分析がもっとも進歩しているのは、蛍光 X 線分析法である。原理が比較的単純で、60 年以上前にすでに理論¹⁻⁴⁾が作られ、その後コンピュータが発達し、今では誰でも容易に利用できるようになったことが、その背景にある。化学分析法の多くはまだ検量線法の採用を必須とする段階と考えられるが、50 年、100 年先も見据えたトレンドとしては、リファレンスフリー分析を選択肢に取り入れた定量分析の方向に向かっていくと考えてよいだろう。

本稿では、リファレンスフリー蛍光 X 線分析法の信頼性に関する取り組みを報告する。

2. 信頼性ツールとしての認証標準物質

蛍光 X 線分析法は、1 次 X 線を試料に照射したときに放出される元素に固有な蛍光 X 線を測定し、試料の化学組成を分析する方法である。その定量分析には通常、元素の濃度と蛍光 X 線強度の関係をプロットした検量線が使用される。蛍光 X 線強度は、元素の濃度だけでなくマトリックスの化学組成にも依存するので、検量線を作成するためには、マトリックスが類似しており、かつ元素の濃度が既知の標準試料群をあらかじめ準備し、蛍光 X 線スペクトルを実測しておく必要がある。他方、応用分野によっては、そのような分析試料と類似度の高い標準試料群をそろえることが必ずしも容易ではない場合もある。そのようなときリファレンスフリー蛍光 X 線分析はきわめて有用であ

*E-mail: sakurai@yuhgiri.nims.go.jp

る。リファレンスフリー蛍光 X 線分析は Sherman の式⁷⁾あるいは白岩・藤野の式⁸⁾ともよばれる蛍光 X 線の理論強度式を主に用いてマトリックス効果を補正し、実質的に検量線法と同じ効果を得ようとする方法である。定量分析の操作が簡便、容易であることは、応用上有利である。最近では、バッテリー駆動で持ち運び、ができるハンドヘルド・モバイル型の蛍光 X 線分析装置にもリファレンスフリーの定量分析が多く導入され、これまでにない応用範囲の広がりを見せている。その結果、分析を専門としない人たちが、機器やソフトウェアの内部動作を熟知しないまま分析を行い、分析値を扱うことも珍しくなくなってきた。コンピュータのはじき出す分析値が独り歩きし、その裏付けに誰も自信がもてない不安定な状況が生まれることは社会にとってのリスク要因である。分析のエキスパートが不在の現場では特に懸念される。

日本全国のあらゆる場所に散在するすべての X 線分析機器について、そこで行われているリファレンスフリー蛍光 X 線分析の信頼性を確認するための 1 つの方法は、全国共通で、使用可能な認証標準物質の開発と普及である。認証標準物質(certified reference material, CRM) とは、「分析機器の較正、分析方法の評価など、化学計測における測定値を決定するために、各元素の濃度、絶対量などについて、計量学的に妥当な手順によって値付けられた標準物質」のことをいう。認証標準物質には、認証書とよばれる文書が付属し、そこには各元素の濃度、絶対量などおよびその不確かさや計量学的トレーサビリティが記載されているアメリカの国立標準技術研究所(National Institute of Standards and Technology, NIST)のものが世界中で流通しており有名であるが、わが国でも産総研が計画的に開発を行っている。また、それぞれの専門学会ごとに認証標準物質を開発する取り組みがあり、日本分析化学会では蛍光 X 線分析に有用な認証標準物質が明治大学の中村利廣らによって開発されてきている。従来の検量線法では、分析試料とマトリックス組成がよく類似し、かつ着目している元素の濃度や絶対量を系統的に変化させた濃度・量既知の標準試料を用いて検量線を作成する。リファレンスフリー蛍光 X 線分析では、そのような意味での標準試料は必要とはしないが、実際に認証標準物質の測定を行い、所定の値が得られるかどうかを点検することにより、機器や採用している測定条件の妥当性についての確証を得ることで、信頼性を確実なものとすることができる。

さらに詳しく述べると、リファレンスフリー蛍光 X 線分析において、認証標準物質には、少なくとも次の

3 通りの用途がある。

- (1) 分析値の妥当性検証
- (2) 感度係数の較正
- (3) ルーチン分析の安定性の確認

(1) 分析値の妥当性検証とは、認証標準物質とほぼ同等もしくはきわめて類似した組成や層構造の試料の分析の妥当性を点検、確認するために、その試料の測定の前後に認証標準物質も同条件で測定することである。

(2) 感度係数の較正とは、認証標準物質のデータを装置のソフトウェアに登録することにより、装置のソフトウェアによって得られる分析値と認証値の差が最小になるように感度係数を補正することである。ただし、この較正を行う以前に、認証標準物質を測定して得られる分析値と認証値があまりにも大きく異なる場合は、分析条件、測定条件が適正で、あるかどうかを先に点検することが望ましい。

(3) ルーチン分析の安定性の確認とは、認証標準物質を定期的に測定し、得られるスペクトルや分析値の繰り返し再現性を確認することにより、日々のルーチン分析が正しく行えていることを確認、管理することである。その際には、認証書に記載されている拡張不確かさを参考にする。あらゆる測定には不確かさがつきまとうが、要因ごとにばらつき(繰り返し測定の標準偏差)を管理することができる。あらゆる要因の不確かさの 2 乗和の平方根が標準合成不確かさであり、信頼区間などを考慮し、係数をかけたものが拡張不確かさである。係数 2 を用い、約 95% の信頼の水準をもつ区間の半分の値で示している例はよくみられる。認証標準物質に付属する認証書には上記の説明も記載されている。不確かさなどについての取り扱い、欧州分析化学連合(Eurachem)の出している文書⁵⁾に詳しい(日本語訳⁶⁾も出版されている)。

3. ラウンドロビンテストの経験^{7,8)}

欧州では 2008 年以降、ドイツの物理工学研究所(Physikalisch-Technische Bundesanstalt, PTB)とフランスの国立計量試験所(Laboratoire National de métrologie et d'essais, LNE)を中心に、EU のプロジェクトとして FP international initiative (International initiative on X-ray fundamental parameters) が進行中である。リファレンスフリー分析に使用される X 線の物理定数を放射光などの実験によって、あるいは理論計算によって拡充し、これまでよりも正確さの点で、優れたデータベースを築くことを主な目的としている。日本の X 線分析

の関係者とも恒常的に連絡をとりあい、相互に連携も行っている。欧州では X 線物理定数のテーブルを充実させ完成度を高める努力が主であるのに対し、日本の活動は欧州とは多少異なる特色も有している。リファレンスフリー X 線分析の信頼性の向上を通じたイノベーションを主要なゴールとし、X 線物理定数の問題に高い関心をもって接しつつも、分析上の各種の課題の解決を重視し、そのために認証標準物質や類する知識・技術の開発に取り組もうとしている。

日本国内に拠点をもち主要な X 線分析の企業、ユーザー企業、国立研究機関の協力は 2012 年頃に始まり、リファレンスフリー蛍光 X 線分析の信頼性をいかに向上させるかという課題に関して、継続的に検討を行っている。

2016 年、民間企業 11 社（ブルカー・ジャパン（株）、（株）堀場製作所、（株）リガク、（株）テクノエクス、（株）島津製作所、（株）東芝、（株）日立ハイテクサイエンス、日本電子（株）、東芝ナノアナリシス（株）、キヤノン（株）、スペクトリス（株）パナリテイカル事業部）と国立 2 研究機関（産総研、NIMS）は、リファレンスフリー蛍光 X 線分析の信頼性を高めるためのオールジャパンでの活動の一環として、めっきなどのアプリケーションでの利用を想定した金属多層膜の共通試料を用い、ラウンドロビンテストを実行した。2 つの試料（Sample1, Sample2）が配布され、毎週 1 社が測定し、終了後、いったん管理機関（NIMS）に返却し、次週に別の会社が測定するという作業を 11 週にわたって連続的に行った。ラウンドロビンテストの中でも単純なタイプではあるが、回覧中の変化などを把握するためにいったん管理機関に戻すことから、ペダル型ともよばれる方式である。

ラウンドロビンテストに用いられた共通試料は、クロムコートされた石英ガラス基板上に表面側から金／ニッケル／銅を積層した構造を有している。後に、産総研の計量標準総合センターによる認証（走査型電子顕微鏡による試料断面観察および化学分析（誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-OES)、ICP 質量分析法(ICP-MS)、および、同位体希釈 ICP-MS)を受け、2017 年 5 月に認証標準物質 NMIJ CRM 5208-a として頒布された。各層の形状膜厚と面密度（蛍光 X 線分析では質量膜厚とよぶことが多い）の 2 つの値が認証されている。このラウンドロビンテストを行った時期は、そのような値付けが行われるずっと前のことである。ラウンドロビンテストの参加者は、測定に際し、どのような X 線管、出力、フィルタ、検出器などを使用してもよく、報告結果は 2 つの試料についての各層の質量膜厚のみ

である。

図 1 は、ラウンドロビンテストの集計結果である。参加企業は 11 社であるが、複数の機器、複数の分光器（波長分散型とエネルギー分散型など）で分析した結果を報告した会社もあったため、データセットの総数は 15 になった。Grubbs 検定 3) により 2 データを除外した場合とあえて残した場合の両者を検討した。表 1 は 2 データを除外して 13 データを集計した結果に対応する。検討の結果、直ちに次の点が明らかになった。

第 1 に、異なる装置、異なる分析視野など、相互に異なる条件で独立に行われた測定であるにもかかわらず、報告値のばらつきは、いずれの試料、いずれの層についても 5~8% の範囲内に収まっており、きわめて良好な結果を示した。リファレンスフリー蛍光 X 線分析は、標準試料をそろえ検量線を作って分析しているわけではないため、これまで、分析値のばらつきに懸念をもつ専門家も少なくなかったと思われるが、現実には、これほどまでに良好な精度（再現性、安定性）が得られる。

第 2 に、得られた値が真値もしくは他の方法によって知り得た分析値に対しどの程度近いものであるか

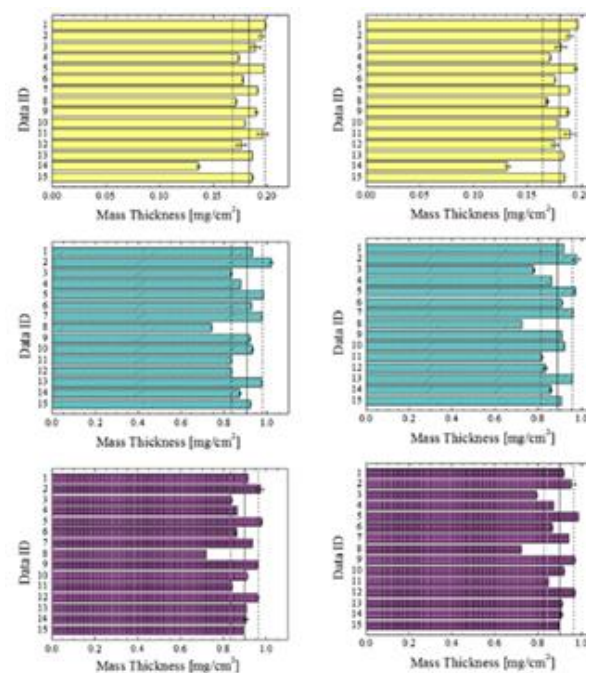


図 1. ラウンドロビンテストの集計結果⁷⁾
ラウンドロビンテストに参加した 11 社から 15 のデータセットが報告された。左が Sample1, 右が Sample2 の結果である。上から金、ニッケル、銅の質量膜厚である

	XRF		Chemical analysis
	Sample 1	Sample 2	
1 st layer (Au)	0.187 ± 0.008 4.3%	0.184 ± 0.008 4.3%	0.184 (0.005)
2 nd layer (Ni)	0.921 ± 0.059 6.4%	0.900 ± 0.059 6.6%	0.869 (0.017)
3 rd layer (Cu)	0.909 ± 0.048 5.3%	0.907 ± 0.053 5.8%	0.880 (0.014)

表 1. ラウンドロビンテストの集計結果⁷⁾

Sample 2 は後に認証標準物質になった。その認証値を得るのに使われた化学分析の値と拡張不確かさ（カッコ内）を示す

が強い関心をもたれるところであるが、今回の試料の製作時の設計値（Au 層：0.1 μ m, Ni 層、Cu 層：それぞれ 1 μ m）に十分近い値であった。また、Sample2 について、破壊分析による化学分析値との比較では、一見、蛍光 X 線分析の方が高い値を与える傾向があるようにもみえるが、その差は高々数%以内である。その化学分析の各層の不確かさが上層からそれぞれ、2.7%, 2.0%, 1.6%であることを考慮すれば、むしろ一致の度合いも良好で、あることがわかる。

第 3 に、このラウンドロビンテストよりも前に実施した類似のテストの経験から、実施前には試料の経時変化も懸念されていた。夏の暑い時期、金属の薄膜と石英ガラス基板では熱膨張係数の違いにより、比較的厚い膜は剥離しやすくなる。このラウンドロビンテストで報告された値にはそのような変化は認められなかった。毎週点検、観察を行ったところでは試料表面のわずかな汚れこそ確認されたが、試料の剥離などの兆候は一切みられなかった。今回準備した標準物質は、経時変化にも強いことが確認された。

第 4 にラウンドロビンテストの参加企業は事前には知らされていなかったが、Sample 1 と Sample2 はコーティングの条件が異なり、わずかではあるが違いがあるのだが、そのような差もラウンドロビンテストの結果から確認された。Sample 1 には場所による分布（傾斜）があるが、一部の参加企業は蛍光 X 線マッピングによる不均一性評価を行った結果を報告しており、ほぼ全容理解が X 線のみで非破壊的になされた。以上のとおり、ラウンドロビンテストにより、非破壊的でリファレンスフリーな蛍光 X 線分析法によって非常に高信頼性のデータが得られること、このような試料を日常的に所有、使用することの重要性、有用性が明らかになった。

4. まとめ

蛍光 X 線分析の分野では、他の分析法に先駆け、リファレンスフリー分析という新しい分析のスタイルを実現し、いまなお発展の途上にある。リファレンスフリー分析は、定量分析に際し、実験的な検量線を使用せずに同等の効果を得るため、事前に分析試料とマトリックス組成がきわめて近い標準試料群を準備できない場合にも用いることができる。この大きな利点ゆえ、今後も応用分野は拡大の一途をたどるだろう。

最近、ラウンドロビンテストの参加者とともに、リファレンスフリー蛍光 X 線分析に関する書籍⁹⁾を出版した。リファレンスフリー蛍光 X 線分析に関する世界で初めての書である。関心のある方は手に取って頂けると幸いである。

文 献

- 1) J. Sherman, "The theoretical derivation of fluorescent X-ray intensities from mixtures", Spectrochim. Acta, 7, 283-306 (1955). [https://doi.org/10.1016/0371-1951\(55\)80041-0](https://doi.org/10.1016/0371-1951(55)80041-0)
- 2) T. Shiraiwa and N. Fujino, "Theoretical calculation of fluorescent X-ray intensities in fluorescent X-ray spectrochemical analysis", Jpn. J. Appl. Phys., 5, 886-899 (1966).
- 3) J. W. Criss and L. S. Birks, "Calculation methods for fluorescent X-ray spectrometry - Empirical coefficients vs. fundamental parameters", Anal. Chem., 40, 1080-1086 (1968). <https://doi.org/10.1021/ac60263a023>
- 4) D. Laguitton and W. Parrish, "Simultaneous determination of composition and mass thickness of thin films by quantitative X-ray fluorescence analysis", Anal. Chem., 49, 1152-1156 (1977). <https://doi.org/10.1021/ac50016a023h>
- 5) S. L. R. Ellison and A. Williams eds., Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd Edition, EURACHEM/CITAC Guide CG4, Eurachem (2012). https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf
- 6) 日本分析化学会監修、米沢伸四郎訳、分析値の不確かさ一求め方と評価、丸善出版(2013). 5)を日本語に翻訳したもの
- 7) K. Sakurai and A. Kurokawa, X-Ray Spectrometry, 48, 3-7 (2019). <https://doi.org/10.1002/xrs.2978>
- 8) 桜井健次、水平学、青山朋樹、松永大輔、山田康治郎、池田智、大森崇史、西埜誠、中村秀樹、沖充浩、深井隆行、大柿真毅、衣笠元氣、小沼雅敬、野間敬、山路功、「リファレンスフリー蛍光 X 線分析における標準物質の使用について—金属多層膜の認証標準物質 NMIJ CRM 5208-a での経験を中心に」、X 線分析の進歩, 49, 77-82 (2018).
- 9) 桜井健次編著、「リファレンスフリー蛍光 X 線分析入門」(講談社, 2019).

トピックス

超伝導の標準化 (VAMAS TWA 16 / IEC TC 90)

西島 元^{1,2*}¹ 高温超伝導線材グループ, 機能性材料研究拠点² 低温応用ステーション, 技術開発・共用部門

NIMS は、超伝導材料を工業材料に発展させるべく、前身の金属材料技術研究所時代から、超伝導材料開発にとどまらず超伝導応用機器開発、応用技術標準化に取り組んできた。本稿では、NIMS における超伝導に関する標準化活動の概要を紹介する。

1. はじめに

NIMS は、前身の科学技術庁金属材料技術研究所時代を含め、Nb₃Sn 超伝導線材開発へのブロンズ法適用¹⁾、17.5 T 超伝導磁石開発²⁾、18.1 T 超伝導磁石開発³⁾、Bi 系超伝導体発見⁴⁾、21.1 T 超伝導磁石開発⁵⁾、ハイブリッド磁石による定常磁場世界記録更新⁶⁾、920 MHz (21.6 T) NMR 超伝導磁石開発⁷⁾、930 MHz (21.9 T) NMR 超伝導磁石開発⁸⁾、1020 MHz (24.0 T) NMR 超伝導磁石開発⁹⁾、高温超伝導コイルを用いた 30 T 発生¹⁰⁾等、超伝導材料研究だけでなく、応用超伝導研究においても世界を牽引する重要な成果に貢献してきた。特に、超伝導材料の標準化には早くから取り組んできた。本稿では、NIMS における超伝導に関する標準化活動の概要を紹介する。

2. 超伝導標準化の経緯

2.1 原稿のレイアウト

VAMAS における超伝導材料部会 (TWA 16) は 1986 年に超伝導・低温構造材料部会 (TWA 6) として活動を開始し、1993 年に超伝導材料を専門に扱う部会として独立した¹¹⁾。初代部会長は故太刀川恭治博士 (当時金属材料技術研究所筑波支所長) であり、事務局も金材技研におかれた。以降、和田仁博士 (元強磁場ステーション長)、故伊藤喜久男博士 (元超伝導材料センター主席研究員)、北口仁博士 (現機能性材料研究拠点副拠点長) と、NIMS の研究者が部会長を務めてきた。2014 年より筆者が部会長を務めている。

一方、IEC においては、1989 年に 90 番目の専門委

員会として TC 90: Superconductivity が設置され、当時日本における超伝導研究開発が活発であったことから、日本が幹事国となった¹²⁾。

VAMAS TWA 16 は IEC TC 90 設立当初から正式なリエゾン関係にあり、TC 90 でこれまでに発行された 25 件の国際規格の大半が、VAMAS で行われたラウンドロビンテストや技術的な検討結果に基づいて作成されたものである。

3. 最近発行された国際標準

3.1 Bi 系高温超伝導線材の曲げ後の臨界電流維持測定方法

Bi 系高温超伝導線を用いた機器開発において、撚線や巻線の作業でプーリを通すことによる曲げが想定される。この曲げによって臨界電流が劣化する可能性があり、その評価方法について定めた標準である。線材を図 1 に示すような型に沿わせて曲げた後に液体窒素中で臨界電流測定を行う。2014 年度に NIMS を含む日本、韓国、ドイツの 5 機関で国際ラウンドロビンテストを実施し¹³⁾、2018 年 6 月 18 日に発行された¹⁴⁾。



図 1. Bi 系高温超伝導線材の室温曲げ方法

*E-mail: NISHIJIMA.Gen@nims.go.jp

3.2 RE 系高温超伝導線材の室温における機械的性質測定方法

RE 系高温超伝導線材の室温における機械的性質試験（室温引っ張り試験）方法について定めた標準である。超伝導線材は一般的な金属材料とは異なり、細く（薄く）脆いことが多い。特に高温超伝導線材は非常に薄いテープ形状であることから、ひずみ測定における注意が必要である。2013 年度に日本、韓国、ドイツ、中国の 7 機関で国際ラウンドロビンテストを行い¹⁵⁾、2018 年 8 月 29 日に発行された¹⁶⁾。

4. 現在進行中の国際標準

4.1 RE 系高温超伝導線材の臨界電流測定方法

臨界電流測定は超伝導線の電氣的性質を調べる上で最も基本的な測定である。現在商品化されている超伝導線のうち、NbTi、Nb₃Sn、Bi 系の臨界電流測定方法についての標準は発行されていたが、RE 系線材についてはまだであった。特に線材メーカーからの要望もあり、2014 年度に日本、韓国、米国、イタリア、フランスの 11 機関で国際ラウンドロビンテストを行い¹⁷⁾、2017 年に新規提案した¹⁸⁾。現在委員会原稿投票（CDV）ステージであり、最終ドラフト（FDIS）に向けて審議が続けられている。

4.2 高温超伝導線材の極低温中機械的性質測定方法

高温超伝導線材を用いた機器は液体窒素温度程度以下の極低温中で運転される。運転によって線材に歪が印加されることが考えられ、その特性評価のためには極低温中の引っ張り試験が欠かせない。この試験方法を標準化するために、ドイツのカールスルーエ工科大学を中心として、タフツ大学（米）、トゥエンテ大学（蘭）等 6 カ国 8 機関で国際ラウンドロビンテストを実施した¹⁹⁾。現在新規提案に向けて準備中である。

4.3 高温超伝導線材の引張応力下臨界電流測定方法

液体窒素中で運転される高温超伝導機器を想定し、超伝導線材に引張応力を印加した状態で臨界電流測定を行う、いわば上記 4.1 と 4.2 を合わせた形の測定である。韓国の安東国立大学を中心に国際ラウンドロビンテストのガイドラインを検討中である。

5. まとめ

VAMAS TWA 16(超伝導材料) は活動開始以来、ブレ標準化として国際ラウンドロビンテストの実施、技術的な観点からの検討等を行い、これまで IEC TC 90 で発行されてきた国際規格の大半に貢献してきた。ここ数年は予算削減の影響もあり、十分な貢献ができていたとは言い難い部分もあるものの、今後も可能な範囲で貢献していく。

文 献

- 1) K. Tachikawa, Proc. ICEC-3, Illiffe Science and Technology Publications, Surrey (1970) 339.
- 2) W.D. Markiewicz et al., IEEE Trans. Magn. MAG-13 (1977) 35.
- 3) K. Tachikawa et al., IEEE Trans. Magn. MAG-23 (1987) 907.
- 4) H. Maeda et al., Jpn. J. Appl. Phys. 27 (1998) L209.
- 5) M. Oshikiri et al., Physica B, 201 (1994) 521.
- 6) T. Asano et al., Physica B, 294-295 (2001) 635.
- 7) T. Kiyoshi et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. 12 (2002) 711.
- 8) T. Kiyoshi et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. 15 (2005) 1330.
- 9) G. Nishijima et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. 26 (2016) 4303007.
- 10) 理研、NIMS、JASTEC、JST 共同プレスリリース「2 種類の高温超電導を用いて 30 テスラ超の高磁場発生-1.3 ギガヘルツ NMR に向けた大きな一歩」
https://www.nims.go.jp/news/press/2019/09/20190924_0.html
- 11) 佐藤謙一, SEI テクニカルレビュー, 180 (2012) 1.
- 12) 佐藤謙一, SEI テクニカルレビュー, 175 (2009) 35.
- 13) Y. Yamada et al., Supercond. Sci. Technol., 29 (2016) 025010.
- 14) IEC 61788-24:2018 Superconductivity – Part 24: Critical current measurement – Retained critical current after double bending at room temperature of Ag-sheathed Bi-2223 superconducting wires.
- 15) K. Osamura et al., Supercond. Sci. Technol., 27 (2014) 085009.
- 16) IEC 61788-25:2018 Superconductivity – Part 25: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test on REBCO wires.
- 17) G. Nishijima et al., IEEE Trans. Appl. Supercond., 28 (2018) 6601205.
- 18) 経済産業省プレスリリース
<http://www.meti.go.jp/press/2017/05/20170530001/20170530001.html>
- 19) N. Bagrets et al., Supercond. Sci. Technol., 32 (2019) 024005.

トピックス

VAMAS/TWA 2 と ISO/TC 201（表面化学分析）における 走査型プローブ顕微鏡法の国際標準化

藤田 大介^{1*}

¹ 先端材料解析研究拠点

国際標準化の推奨されるプロセスではプレ標準化を担当する VAMAS（新材料及び標準に関するベルサイユプロジェクト）と国際標準策定を担当する ISO（国際標準化機構）の 2 段階で構成される。VAMAS/TWA 2 は VAMAS の技術作業分野（TWA）として 1985 年に設置されて以来、表面化学分析分野のプレ標準化段階での国際共同試験を推進している。ISO/TC 201 は ISO の技術委員会の一つとして 1991 年に設立され、表面化学分析に関する国際標準策定を所掌する。ISO/TC 201 は VAMAS/TWA 2 の国際協働から誕生した経緯があり、互いに密接にリエゾンする関係にある。過去 30 年にわたる表面化学分析分野の技術的発展は著しく、様々な新たな計測手法が市場に登場した。特に走査型プローブ顕微鏡（SPM）法は表面電子分光法と並び、表面化学分析手法の主要な手法として大きく成長した。VAMAS/TWA 2 と ISO/TC 201 の双方における SPM 法の国際標準化の動向ならびに最近のトレンドについて紹介する。

1. はじめに

ISO/TC 201 (Surface Chemical Analysis) と ISO/TC 202 (Microbeam analysis) は 1991 年に設立されたが、両 TC は学振マイクロビームアナリシス第 141 委員会のメンバーが中心として設立に尽力した経緯があった。そのため、両 TC に対応する国内審議団体として“表面化学分析技術国際標準化委員会（JSCA）”が 1992 年に日本産業標準調査会（JISC）の傘下に設置された。JSCA には国研、大学、企業から日本を代表する分析・計測分野の研究者と技術者約 80 名が参加している。TC 201 の所掌する表面化学分析は材料の表界面における化学状態や組成を原子層レベルの分解能で調べる分析法である。オージェ電子分光、X 線光電子分光、二次イオン質量分析、グロー放電分析、走査型プローブ顕微鏡、X 線反射率測定・全反射蛍光 X 線分析、生体材料表面分析等が含まれる。JSCA の代表理事ならびに ISO/TC 201 に対する JISC 代表は筆者が務めている。

1982 年にフランスのベルサイユにて開催された先進七か国（G7+EU）首脳会議において、新材料と標準に関するベルサイユプロジェクト（VAMAS: Versailles Project on Advanced Materials and Standard）の推進が合意された。以来、40 年近くにわたり継続している唯一のベルサイユプロジェクトである。2008 年に VAMAS は拡大され、中国、韓国、ブラジル、南アフリカ、イ

ンド、オーストラリア、メキシコなどの新興国も参加している。図 1 は 2019 年に米国ボルダーの国立標準技術研究所（NIST）で開催された第 44 回 VAMAS 運営委員会（SC44）の集合写真である。筆者は VAMAS 運営委員会への日本代表委員の一人として参加しており、VAMAS 全体の運営にも積極的に貢献したいと考えている。2020 年の VAMAS 運営委員会（SC45）は日本（東京臨海副都心）で開催される予定である。



図 1. 第 44 回 VAMAS 運営委員会の集合写真

VAMAS/TWA 2 は最初に設置が承認された四つの作業部会（TWA）の一つであり、表面化学分析が所掌分野である。VAMAS/TWA 2 は 1985 年設置当初から VAMAS で最も活発にプレ標準化研究を推進している技術作業部会（Technical Working Area）である。その組織構成ならびに ISO/TC 201 との関係を図 2 に示す。英国国立物理研究所（NPL）の I. Gilmore 博士が議長、C. Clifford 博士が副議長を務めている。VAMAS/TWA 2 では表面化学分析手法に関する定量性、感度、分解能等

*E-mail: FUJITA.daisuke@nims.go.jp

に関するプレ標準化の国際共同試験を各国の実験室間の持ち回り試験すなわちラウンドロビンテスト (Round Robin Test: RRT) を通じて行う。表面化学分析手法は多岐にわたることから、計測手法としての属性ごとに、質量スペクトロメトリー (Mass Spectrometry), 走査型プローブ顕微鏡法 (Scanning Probe Microscopy, SPM), 電子分光・光学的分光 (Electron & Optical Spectroscopy), データ駆動計測 (Data Workflow, Methods and Best Practices) の4つのプログラムテーマが設置されている。各々のテーマに対して, J. Bunch 博士 (NPL), 筆者 (NIMS), A. Shard 博士 (NPL), 筆者と J. Lau 博士 (NIST) がプログラムチェアとして当該分野に関連する RRT プロジェクトのマネジメントを行っている。4 番目のデータ駆動計測分野は 2018 年に設置され, その正式名称は, 「マルチモーダル分光法とハイパースペクトルイメージングのためのデータワークフロー, 方法, およびベストプラクティス」 (Data workflow, methods, and best-practices for multimodal spectroscopy and hyperspectral imaging) である。飛躍的にビッグデータ化する多次元スペクトルイメージング型表面化学分析手法に対応し, データ科学を活用した表面化学分析法の横断的分野である。

本稿では筆者が担当してきた走査型プローブ顕微鏡法の国際標準化の動向について, 主に VAMAS/TWA 2/SPM と ISO/TC 201/SC 9 (SPM) における活動ならびに最近のトピックスを中心に紹介する。

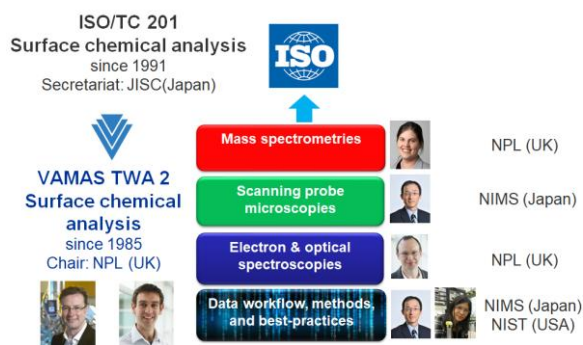


図 2. VAMAS/TWA 2 の構成：主要 4 分野とコーディネーターならびに ISO/TC 201 とのリエゾン

2. SPM 標準化の背景

走査型トンネル顕微鏡 (STM) は Binnig と Rohrer らによって 1981 年に発明された¹⁾。表面原子の可視化を実現した顕微鏡である STM の設計開発の功績により, 二人は 1986 年にノーベル物理学賞を受賞した。STM

の発明以前に先駆的な開発が米国 NIST の Young らにより行われていたことは注目すべきである。1971 年に Young らは表面と探針間の電流を用いることにより表面形状を顕微計測できることをトポグラフィナー (Topografiner) と呼ばれる装置により実証した²⁾。当時は原子分解能を実現できなかったが, STM の主要構成要素を備えた先駆的な計測装置であった。1986 年には導電性試料のみならず絶縁体にも適用可能な顕微鏡として, Binnig, Quate, Gerber によって原子間力顕微鏡 (AFM) が発明された³⁾。その後も様々なタイプの SPM が開発され, 多様な表面物理量のナノスケール計測が実現された。SPM 測定ヘッドは小型化しやすく, 環境適合性に優れている。液中, 超高真空, 極低温, 高温, 高磁場, 応力場などの多様な環境・極限場で使用できる⁴⁾。探針-表面原子間の近接相互作用を利用して, 原子操作, ナノドット創製, ナノリソグラフィ, 周期構造制御などのナノテクノロジーの加工ツールとしても応用される⁵⁾。

SPM の中で AFM は絶縁体に適用できることから汎用的なナノスケール表面計測手法としてグローバルに成長する市場形成に成功している。研究開発のみならず産業分野における検査機器としても用いられる。STM は導電性試料表面の原子分解能での電子状態計測が可能であり, 主にハイエンドな超高真空 STM システムとして AFM に次ぐ市場が形成されている。

SPM 標準化への対応は米国が最も早く, 1990 年代から ASTM においてガイド的文書としての標準化が進展した⁶⁾。VAMAS における SPM のプレ標準化プロジェクトは 2002 年頃から開始された。まず TWA 29 (Materials Properties at Nanoscale) が NIST 主導により設置され, カンチレバー探針のバネ定数校正法などの国際 RRT が実施された。一方, 表面化学分析を担当する TWA 2 においても SPM 標準化に係るプロジェクトが 2011 年頃から開始されている。

計量標準の立場から AFM を寸法測定法として定量化する試みは 1990 年代後半から世界各国の国立標準研究所 (National Metrology Institute, NMI) の研究者を中心として進められた。AFM によるナノスケール段差測定やピッチ測定などの長さ測定に関する国際共同研究が開始されている⁷⁾。国際度量衡委員会 (International Committee of Weights and Measures, Comité international des poids et mesures, CIPM) の長さ諮問委員会のプロジェクトとして計量標準の立場から実施されたものである。

3. ISO/TC 201 における SPM 国際標準化

SPM が汎用的な解析ツールとして普及し、多様に派生化するに伴って、まず用語法 (Terminology) の標準化ニーズが高まった。当時、SPM に用いられる技術用語はベンダー間で統一されておらず、同一手法に対して異なる名称が用いられていた。SPM 市場が世界的に拡大するなかで、産業応用を念頭においた用語法の統一を最優先として、国際標準の早期策定が望まれるようになった。このような観点から ISO/TC 201 において SPM を所掌する分科会 (Sub-Committee) として SC9 が 2004 年に設置された。TC201 において、SPM は表面化学分析法の一つとして国際標準化を推進するように位置づけられている。

2006 年に筆者らが提案した SPM 国際標準化へ向けた工程表では、最優先作業項目は SPM 用語の標準化であった⁸⁾。TC201 において用語の標準化を担当する SC1 において Seah 博士 (NPL) をプロジェクトリーダーとして規格化が進められ、ISO 18115-2 として 2010 年に発行された。本規格では SPM に関する略語、SPM 手法の定義、SPM や接触力学に関する用語の定義と頭字語について記載されている。一方、SPM は技術開発が極めて活発であり、新たな計測モードやプローブが次々に開発される。技術の進展を取り入れるため、既に成立した ISO 18115 の改訂が早くも 2013 年に行われた。また、我が国における SPM 産業の進展と利用者の利便性を高めるために、ISO 18115 に対応した翻訳 JIS 化が JSCA の SPM-WG メンバーを主体として行われ、JIS K 0147-2:2017 として 2017 年に発行された。

図 3 の工程表に示すように用語規格を出発点として二つの方向ベクトルへ国際標準化は発展すると考えられる。一つはデータ書式や画像処理などのデータ管理に関する方向である。もう一つは校正法や標準物質などの定量化に関する方向である。TC201 では SC3 がデータ管理を所掌する。各 SPM ベンダーは独自のデータ書式を用いるためデータ互換性がなく、データの相互比較が困難であった。そのため SPM データ転送フォーマットの標準化を JISC から筆者がプロジェクトリーダーとして提案し、2011 年に ISO 28600:2011 として発行された。データの交換性と統一されたデータ処理プログラムの開発を容易にし、定量性の向上に寄与すると期待される。データ管理に関する次のステージでは、探針形状評価やイメージ補正などのデータ処理法の標準化を進めることになる⁹⁾。最終到達目標は共通データ処理環境と統合された SPM データプラットフォームの構築である。

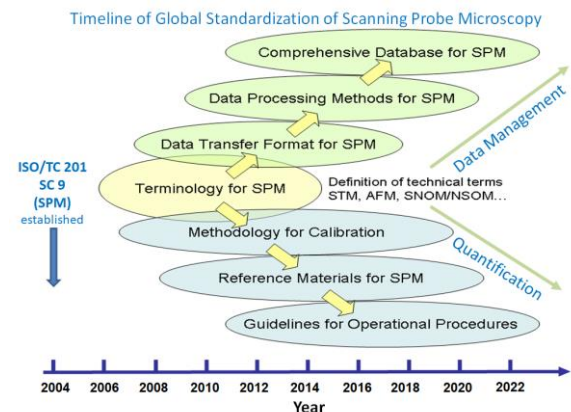


図 3. SPM における国際標準化のタイムライン

4. SPM 標準化の最近の動向

AFM による表面形状計測において本質的なアーティファクトは、用いられる探針先端の寸法が有限であることから引き起こされる探針先端形状効果に起因する。AFM 形状像は数値形態学における“膨張 (Dilation)”演算により表現できる¹⁰⁾。AFM 形状像 $z(x, y)$ は、真の表面形状像 $s(x, y)$ を探針形状関数 (PSF) $t(x, y)$ により Dilation されたものに相当する。アーティファクトを含む AFM 形状像は数値形態学における“浸食 (Erosion)”演算により再構成することが可能である。その結果、真の表面トポグラフィーの近似像 $r(x, y)$ を抽出することが可能である。しかしながら、Erosion 処理はデコンボリューションと異なり再生不可能な領域が付随することに注意を要する。一方、既知のナノスケール形状を有する標準物質 (RM) の AFM 形状像計測から探針先端形状を抽出することも可能である¹¹⁾。探針評価プロトコルや RM の標準化を進めることにより、探針先端形状を定量的に評価する探針特性関数 (PCF) や PSF を得ることができ¹²⁾。PCF は、曲率半径やコーン角度などの探針特性量とともに探針先端の先鋭度の定量的指標となる。PSF を用いて補正処理を施すことにより、真値に近いトポグラフィー像を再構成することができ。ナノデバイスの寸法や形状を定量的に評価する CD 計測の高度化には、探針形状関数の測定と再構成処理が不可欠である。

上記の観点から、2019 年 ISO/TC 201/SC9 において筆者がプロジェクトリーダーとして新規作業項目提案していた「有限プローブ寸法により膨張した AFM 画像の修復手順」(Guideline for Restoration Procedure for AFM Images Dilated by Finite Probe Size) の投票が行わ

れ、賛成多数により採択された。この新規作業項目 (NP 23729) は、VAMAS/TWA 2 での RRT プロジェクト (A15: Reproducible Restoration Methodology for AFM Topography Images using Probe Shape Function) に基づき、提案プロトコルの有効性実証を経て JISC より提案されたものである。今後、筆者がプロジェクトリーダーとして国際標準 (IS) 規格文書の策定を各国のエキスパートと共に推進する予定である。

4. まとめ

2019 年 10 月に ISO/TC 201 第 28 回総会と分科会会合ならびに VAMAS/TWA 2 年会在茨城県つくば市のつくば国際会議場にて開催された。図 4 に示すように、欧州、北米、北東アジアからの代表団約 70 名が参加した。JSCA-JISC からは TC 201 総会ならびにサテライト会合 (10/30~11/2) に 30 名の代表団を送った。ISO/TC 201 総会の開催に当たっては JSCA-JISC がホストとして開催準備と当日運営に当たるとともに NIMS 国際標準化委員会ならび NIMS 先端材料解析研究拠点から多大なサポートを得た。SPM 分野の国際標準化活動では、日本からの新規作業項目に関する提案が最も多く行われた。先端計測分析において世界を主導する我が国の役割が益々重要になりつつある。

SPM 標準化を担当する SC9 会合には 7 名のエキスパートが JSCA-JISC から参加した。SPM は定性分析から定量分析へ成熟する段階にあり、多様な手法に対応

するエキスパートの参加が益々必要とされる。今後、ソフトマテリアルやデバイス等の力学的・電磁氣的物性の定量計測へ標準化ニーズが指向すると考えられる。産学官が協力して行う国際協働の一環として、SPM を定量的なナノ物性解析手法へ進化させる国際標準化活動に一層の協力をお願いする。

文 献

- 1) G. Binnig and H. Rohrer, *Helv. Phys. Acta* **55**, 726 (1982).
- 2) R. Young, J. Ward and F. Scire, *Rev. Sci. Instrum.* **43**, 999 (1972).
- 3) G. Binnig, C.F. Quate and Ch. Gerber, *Phys. Rev. Lett.* **56**, 930 (1986).
- 4) H. X. Guo and D. Fujita, *Rev. Sci. Instrum.* **82**, 123706 (2011).
- 5) D. Fujita and K. Sagisaka, *Sci. Technol. Adv. Mater.* **9**, 013003 (2008).
- 6) ASTM E1813-96, "Standard Practice for Measuring and Reporting Probe Tip Shape in Scanning Probe Microscopy", (1996).
- 7) T. Kurosawa, *J. Surf. Anal.* **11**, 178 (2004).
- 8) D. Fujita, H. Itoh, S. Ichimura and T. Kurosawa, *Nanotechnology* **18**, 084002 (2007).
- 9) D. Fujita, K. Onishi and M. Xu, *J. Phys. Conf. Ser.* **159**, 012002 (2009).
- 10) M. Xu, D. Fujita and K. Onishi, *Rev. Sci. Instrum.* **80**, 043703 (2009).
- 11) C.M. Wang, H. Itoh, J.L. Sun, J. Hu, D.H. Shen, and S. Ichimura, *J. Nanosci. Nanotechnol.* **9**, 803 (2009).
- 12) K. Onishi and D. Fujita, *Anal. Sci.*, **27**, 157 (2011).



図 4. 2019 年の第 28 回 ISO TC201 総会 (日本・つくば会議) における集合写真

トピックス

X 線光電子分光スペクトルのピーク分離の全自動化の試み

吉川 英樹^{1*}¹ 統合型材料開発・情報基盤部門 (MaDIS)
材料データプラットフォームセンター

X 線光電子分光において、実測スペクトルから試料中に含まれる化合物種の同定ならびに化合物の組成評価を行うためには、実測スペクトルのピーク分離が必須となる。現状では、このピーク分離作業において、完全な自動化がされておらず、ピークの各パラメータ（エネルギー位置、半値幅など）の初期値を手動で選ぶ作業を含んでいる。そのためピーク分離の解が、手動作業に強く依存し再現性に問題を生じる。この問題を解決するためには、ピーク分離の全自動化が必要になるが、そのためのアルゴリズムの開発の現状について紹介する。

1. はじめに

X 線光電子分光 (X-ray photoelectron spectroscopy: XPS) は、試料表面層に存在する化合物種の同定や組成比、化学結合状態、電子状態を計測する手法として、材料開発の現場で広く使われている。XPS で評価する試料中の化合物種の有無は、各化合物に特有の 1 つまたは複数のピークから成る XPS スペクトルのエネルギー位置および形状から判断される。そのため XPS のデータ解析において、ピーク分離は最も重要な作業である。しかしながら、多数の化合物から成る混合物試料の場合、スペクトル形状が複雑になり、そのピーク分離の結果が、解析者が設定するピークの各パラメータ（結合エネルギー値、半値幅、強度、疑似 Voigt 関数における Gaussian/Lorentzian の混合比）の初期値に強く依存してしまい、ピーク分離の再現性に問題を生じる。

ピーク分離の再現性を担保するために、XPS 装置構成、実験条件、ピーク分離のアルゴリズムとソフトウェアの種類、ピーク分離時にソフトウェアに入力した初期パラメータや拘束条件等を詳細に記述する必要がある。このピーク分離に関するレポーティングについて、2015 年 11 月発行の ISO 19830 (Surface Chemical Analysis - Electron spectroscopies - Minimum reporting requirements for peak fitting in X-ray photoelectron spectroscopy) で規定されていることは、前回のレポートで報告した[1]。ただし、この ISO 19830 に規定されているレポーティングだけでは、ピーク分離の再現性

が完全に保証されている訳ではないことに注意する必要がある。ピーク分離の再現性を完全に保証することが困難な本質的な理由は、統計ノイズを含むピークの分離作業が、数理の視点では非線形最小二乗法の解法に対応しておりソフトウェア実行時の初期値に依存した局所解となりがちなためである。

そこで、初期値をメタヒューリスティックに変化させ最適解を探索する初期値依存性のない全自動のピーク分離の試みがなされているので紹介する。

2. XPS のピーク分離の自動化の方法

2.1 ピークとバックグラウンドの自動分離

XPS スペクトルのピーク分離の作業において最初に行う作業は、光電子が試料内を走行する際に非弾性散乱を受けて生じるバックグラウンドを除去することである。通常 XPS のバックグラウンド除去法としては、その簡便さから Shirley 法が良く用いられているが、Shirley 法ではバックグラウンドを評価するエネルギー領域の端点を手動で与える。この Shirley 法を自動化するために、ピークとバックグラウンドをそれらの因果関係を考慮しつつ自己無撞着に求める active Shirley 法が提案されている[2, 3]。active Shirley 法では、対象とするエネルギーの端点を自動調整するため、自動調整後の端点は理想的には初期値に依存しないものとなっている。この active Shirley 法を含む XPS バックグラウンドの除去方法は、ISO TR 18392 (Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Procedures for determining backgrounds) に紹介されている。

*E-mail: YOSHIKAWA.Hideki@nims.go.jp

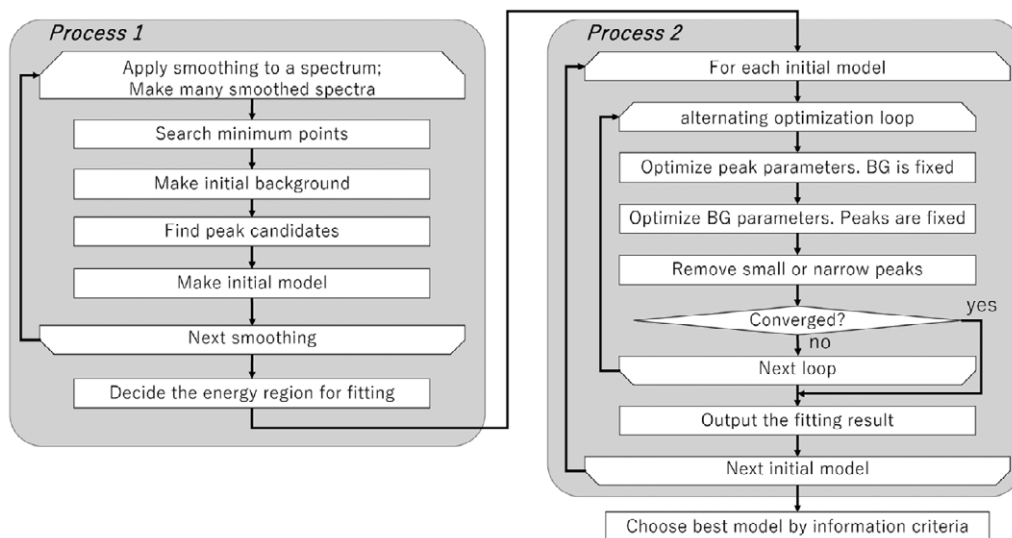


図 1. XPS スペクトルの全自動ピーク分離のフローチャート [4]

スムージングの程度を変化させることで多数の初期ピークを発生させ、ピークとバックグラウンドの自己無撞着な分離、その後の情報量基準を用いた解の選別を経て自動でピーク分離の最適解を求める

2.2 ピークの初期値を変化させた解の自動探索

ピークの本数ならびに各ピークのパラメータ（結合エネルギー値、半値幅、強度、疑似 Voigt 関数における Gaussian/Lorentzian の混合比）の初期値を種々に変化させて、その多数個の初期値に応じた多数のピークの解を求め、それらの解の中から最適解を抽出する作業を行う。初期値の変化のさせ方として、統計ノイズを含む XPS スペクトルにスムージング処理（Savitzky-Golay のアルゴリズムを使用）を行い、そのスムージングの程度を徐々に強めることによって、ピークパラメータの初期値を変化させるメタヒューリスティックな方法を採用した。なお、スムージングの程度を強めるほど、当然ながら初期値としてのピーク本数は少なくなる。以上をフローチャートにまとめたものが図 1 である。

このようにして得られた多数の解の中から最適解を求めるために情報量基準値を用いた。カイ二乗値ではなく情報量基準値を用いたのは、カイ二乗値では過大な数のピークを使って実験値を説明する、いわゆるオーバーフィッティングになりがちなため、それを回避するためにピーク本数が増えるほどペナルティ項が付加される情報量基準値を用いた。その結果を図 2 に示す。図 2 は、Polyvinyl methyl ketone の価電子帯の XPS スペクトルで、それにスムージングの程度を変えながら求めた初期ピークの本数と、その初期ピークを使って実験値を最も良く説明する（勾配法で収束さ

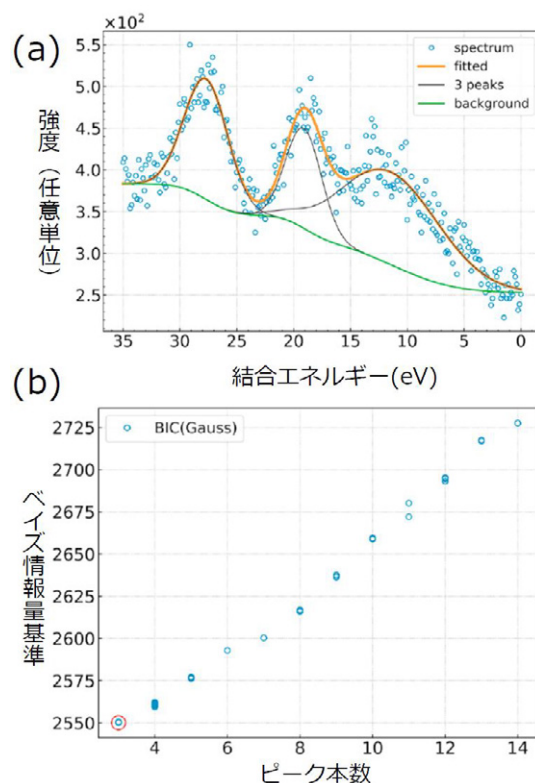


図 2. Polyvinyl methyl ketone の価電子帯の XPS スペクトル解析 [4]

XPS スペクトル ((a)の青点) とそれを種々の初期ピークで分離した際のピーク本数とベイズ情報量基準の関係(b)及び最適解 ((a)の実線)

せた後の) 解のピークについてベイズ情報量基準で評価したものが図 2(b)である。この図よりピーク本数 3 本の場合が最もベイズ情報量基準の値が小さくなり最適解と判断された。そのピーク分離の結果を示したものが図 2(a)の実線で示したものである。この図 2(a)の最適解を求める作業は全て自動で行っており、同一の XPS の実測スペクトルに対して常に同じピーク分離の解を与えることが、本報告の重要なポイントである。

なお、ベイズ情報量基準以外に赤池情報量基準も指標として使用したが、ベイズ情報量基準を指標に使用した方が、より少ないピーク本数の最適解を与える傾向があり、かつ XPS の専門家の判断に近い最適解を与えたため、ベイズ情報量基準をより望ましい指標として本レポートでは採用した。

本レポートは、文献[4]の概略を示したものであり、今後の XPS ピーク分離のラウンドロビンテストに活かすことを検討している。

文 献

- [1] 吉川英樹, NIMS 材料標準化活動総覧(2020)
- [2] A. Herrera-Gomez, M. Bravo-Sanchez, O. Ceballos-Sanchez, M.O. Vazquez-Lepe, Surf. Interface Anal. 46 (2016) 897–905.
- [3] R. Matsumoto, Y. Nishizawa, N. Kataoka, H. Tanaka, H. Yoshikawa, S. Tanuma, K. Yoshihara, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 207 (2016) 55–59.
- [4] H. Shinotsuka, H. Yoshikawa, R. Murakami, K. Nakamura, H. Tanaka, K. Yoshihara, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 239 (2020) 146903-1-7.

トピックス

ISO/TC 150（外科用体内埋没材）

菊池 正紀^{1*}¹ バイオセラミックスグループ，機能性材料研究拠点

TC 150 は外科用体内埋没材全般を扱う TC ということもあり，IEEE との連係や他の TC との積極的な連係が必要となる学際領域的な TC である。最近では Additive manufacturing や Biotechnology との連係をすすめていくなど，新しい技術に貪欲な TC でもある。本稿では，生体材料研究者（デバイスではなく）として筆者が貢献している，SC 1（材料）とその WG，SC 7，WG 14 について，現状を報告する。

1. はじめに

ISO/TC 150 Implant for surgery は，2019 年 11 月 19 日現在で，29 の参加国と 17 のオブザーバ国から構成され，表 1 の通り，直下に 6 つの Working group (WG, 作業部会) と，6 つの Subcommittee (SC) を持っている。

表 1. ISO/TC 150 の組織

WG 7	Fundamental standards
WG 10	Use and retrieval of surgical implants
WG 12	Implant coatings
WG 13	Absorbable metal implants
WG 14	Models of tissues for mechanical testing of implants
WG 15	Neurosurgical implants
SC 1	Materials
SC 2	Cardiovascular implants and extracorporeal systems
SC 4	Bone and joint replacements
SC 5	Osteosynthesis and spinal devices
SC 6	Active implants
SC 7	Tissue-engineered medical products

全体の議長（chair）は 2019 年末まで米国 Food and Drug Administration（FDA）の John Goode 氏（満期）が務め，2020 年からの新議長も FDA から選出さ

れる予定である。また，幹事国であるドイツより委員会マネージャー（CM，昨年までの Secretary に代わり，Committee manager という職名になった）として Klaus Zeier 氏が就任している。SC のうち，SC 7 の幹事国は日本であり，国衛研の中岡竜介氏が CM を務めている。それ以外に WG 14 では東北大学の太田信氏が，SC 1/WG 3 では筆者がそれぞれコンビーナを務めている。なお，日本における業務委員会委員長兼日本代表団団長は京大名誉教授の堤定美氏が今年度末まで務められる予定である。

本稿では，本年の Lund 会議を中心に，主として筆者がエキスパートとして参加している SC 1，SC 7，WG 14 における日本のアクティビティについて述べる。

2. TC 150 の活動

2.1 SC 1/WG 3（セラミックス）

SC 1/WG 3 の共同コンビーナは筆者と英国の Andy McCabe 氏である。本年討論された標準関連文書 7 件のうち，3 件は筆者がプロジェクトリーダー（PL）であり，2 件は日本人が PL（筆者はエキスパートとして参画）である上，残りの 2 件も筆者がエキスパートとして内容に深く関わっている案件である。そのこともあり，コンビーナとして議事進行をすると同時に，4 件は筆者が文書の説明をしたこともあり，非常に疲れた会議であった。以下，これらの内容を簡単に説明する。

ISO/AWI 13175-3（PL:米国 Ian Dunkley 氏）はシステムティックレビュー（SR）で改定することになった案件であり，圧縮試験，インデンテーション試験，気孔率，気孔径の測定法などがもともと日本案

*E-mail: KIKUCHI.Masanori@nims.go.jp

として筆者が盛り込んだ内容であることから、エキスパートして改定に参加している。これは、ほぼ e-meeting で改訂が進められている。

「生体模倣環境下の曲げ試験」と「生体模倣環境下の簡易ねじり試験」については、筆者が PL として進めており、全社は PWI として WD あるいは CD へ向けての文書改定が進んでおり、後者は PWI に向けての文書再構成を進めているところである。

ISO/DIS 18531 は骨ペーストに関する標準試験法であるが、再アクティベートのため、改定に関する討議を筆者が PL として行い、近いうちに DIS ステージ文書として回覧、投票にかけられる予定である。

ISO 23317 は擬似体液による材料のアパタイト形成能試験法の標準であるが、SR 時に米国から強い「廃案」の意思表示があったため、廃案も含めた改定作業に入っている。PL は JFCC の橋本雅美氏であるが、Lund 会議に参加できなかったため、今後 e-meeting で議論を詰めることになった。

将来提案として、インプラントの抗菌性試験について、京セラの池田潤二氏が説明をし、国際ラウンドロビンテストの結果を待って、プレリミナリーコンサルテーションで回覧することが決まった。

ISO 13779-3 については、昨年の中版発行後に技術的間違いがあったので、英国の Richard White 氏を PL として amendment を作成することになった。

2.2 SC 1/WG 5 (プラスチック)

SC 1/WG 5 は米国の Ryan Siskey 氏がコンビーナを務めている。審議案件はほぼ無く、国衛研の迫田秀行氏が将来提案として、昨年に引き続き「超高分子量ポリエチレンのデラミネーション試験」について説明した。残念ながら PWI に進むことはできなかった。

2.3 SC 1 (材料)

SC 1 は英国の Andy McCabe 氏が議長を、ドイツの Petra Bischoff 氏が CM を務めている。本年は、ほとんどが前述した WG のリコメンデーションを受け入れる決議となったが、SC 1 全体の戦略的事業計画として、「ISO/TC 261 Additive Manufacturing との Joint WG は SC 1 レベルでは無く、TC 150 レベルで構築すること（なお、コンビーナは阪大の村瀬康平氏が就任予定）」「抗菌性試験」「バイオグラス」「コンポジット」を標準化の案件として考慮していただくことが記載されることになった。

SC 1 における日本の寄与は、SR などによる改定作業時のものも含め PL が多いこと、新規提案はセラミックスが主であるが日本からのものが多いことなど、日本のバイオセラミックス研究が他の国を主導している面が、標準化の面でも良い方向に出ていると考えられる。一方で、特に金属材料に関しては新規提案はほとんどないが、生体内溶解性金属材料は TC 150 直下の WG 13（現時点では e-meeting のみの WG）として別立てになっていることもあり、今後の展開に注意が必要であると考えている。

2.4 SC 7 (組織工学製品)

SC 7 は米国の David Kaplan 氏が議長を、国衛研の中岡竜介氏がコミッティマネージャーを務めている。2019 年末で議長を満期退任する Kaplan 氏に代わり、次期議長も米国の Carolyn Young 氏が就任する予定である。

現時点では、「一般的要求事項」が国際標準として審議が進められている唯一の案件で、日米中で検討中の「再生軟骨の評価」に関しては、非臨床（日米）、臨床（中）ともテクニカルスペシフィケーションとして文書化していく予定である。また、「バイオセラミックス上への細胞播種方法」を産総研の廣瀬志弘氏が提案準備として、Lund 会議で説明している（エキスパート、ラウンドロビンテスト参加と筆者も協力体制にある）。

2.5 WG 14 (体内埋没罪の機械的評価のための模擬組織)

コンビーナを東北大学の太田信氏が、Secretary を産総研の鎮西清行氏が務めている。現在、PWI 22926（解剖学的合成骨モデルの試験法）がプレリミナリーコンサルテーションに入るほか、「Biofidelity」と「海綿骨モデル」が将来案件として説明されている。


Liund 会議では主としてロードマップが議論され、下記の分類に併せて標準化を進めることが了承された。

- ・ 組織モデルの「材料」に対する試験法
- ・ ブロック状の組織モデルを用いた「インプラント」に対する試験法
- ・ インプラントの機械的試験法に用いる「人工解剖学的組織モデル」に対する試験法
 - 平均的組織モデルを用いる方法
 - 患者特異的なモデルを用いる方法

3. まとめ

前述の通り、バイオセラミックス分野を初め、いくつかの分野では、日本からの提案が多く、活発な議論が進められている。TC 全体では CM 1 名、コンビーナ 3 名と決して少ない数ではないが、経産省指針に則り、本 TC においても日本人議長（TC のみならず SC）の獲得を目指して行きたい。

個人プロフィール

材料標準化課題名	高容量積層セラミックスコンデンサの信頼性試験法の標準化	
所 属	機能性材料研究拠点電子セラミックスグループ	
氏 名	安達 裕	

◆材料標準化活動略歴◆

2017～ NIMS国際標準化委員会VAMAS国内対応委員会TWA24
MLCC信頼性評価委員会

◆最近の材料標準化活動概要◆

現在、高容量積層セラミックスコンデンサ（MLCC）の市場は1兆円程度であり、このうち 50-70%を日系企業が占めている。MLCC の性能には、チップサイズ、静電容量、温度安定性という「外見」の部分と信頼性という「中身」の部分がある。最近、ユーザから要求が強いのは「中身」の部分で、この中身の部分を目に見えるようにすることが重要になってきている。

MLCC の規格は、これまでチップサイズ、静電容量、温度安定性などについて定められており、既に国際標準化もされている。しかしながら、高温加速寿命試験(HALT)の試験法および寿命予測については各社で方法が異なり、相互比較ができない状況である。車載応用や航空宇宙応用が進展するなかでMLCC の信頼性に対する要求は今後ますます強くなることが予想されるため、早急にこれに対応する必要がある。

2016年に東京工業大学鶴見教授を委員長としたMLCC信頼性評価委員会（国内主要企業4社が参加）が立ち上げられ、MLCCの信頼性試験法の標準化に向けた国内プレ・ラウンド・ロビン・テストが数回にわたり行われてきた。2019年にそれら結果に基づいた信頼性試験法・解析法が取りまとめられ、それを用いた国際ラウンド・ロビン・テストが現在進行中である。

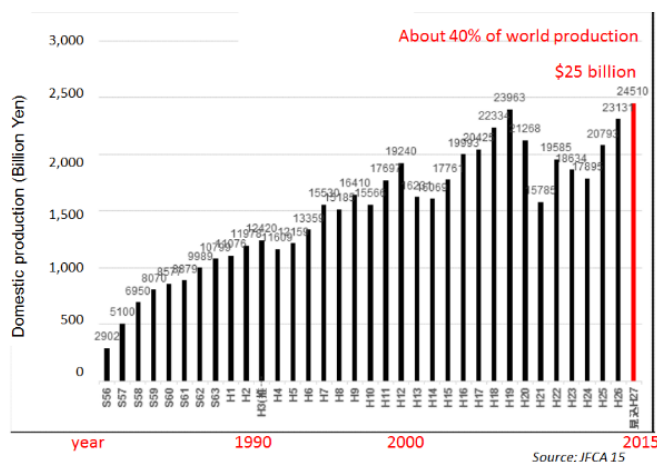



図 1. MLCC の国内生産量の推移。

材料標準化課題名	GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化	
所 属	機能性材料研究拠点ワイドギャップ半導体グループ	
氏 名	色川 芳宏	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化を目的としたGaN結晶欠陥転位の分類WGの外部委員として従事し、本年度は年に3回開催された委員会で、標準化に関する助言を行った。

GaNは材料物性的にバンドギャップが大きいために(3.4eV)、古くからパワーデバイスへの応用が期待されている。近年、デバイス作製に必要とされる様々な要素技術も積極的に研究開発されてきており、実用化が進んでいる。とりわけ、GaN結晶の品質はデバイス特性を左右する大きな要因になっているが、現状では、結晶欠陥や転位を検出する方法は標準化されておらず、各研究機関が各々の手法で測定を行っている状況である。GaN結晶には多くの転位(現在市販されている基板では $\sim 10^6/\text{cm}^2$ 程度)が含まれており、これらの転位を検出・分類して、それらの検出法および分類法を標準化することは極めて重要であり、そのための場が本委員会「GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化」である。NIMSは、現在、文部科学省「省エネルギー社会の実現に資する次世代半導体研究開発」事業を受託しており、GaN結晶およびデバイスの評価を担当している。この事業では、GaN結晶を様々な手法で解析・評価しており、「GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化」の場と相互作用することで、より実用的価値をもつ材料標準化を目指している。

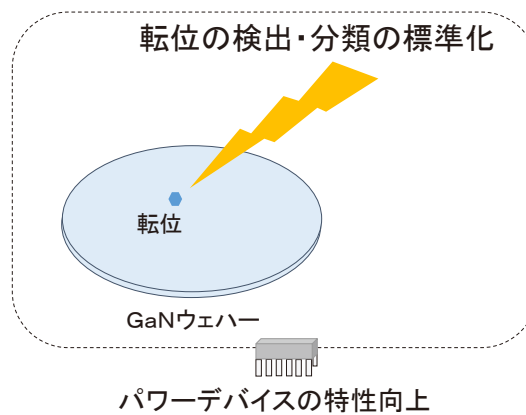



図1. GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化について

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

材料標準化課題名	走査型プローブ顕微鏡に関する国際標準化	
所 属	先端材料解析研究拠点表面物性計測グループ	
氏 名	大西 桂子	

◆材料標準化活動略歴◆

2016～ 表面化学分析技術国際標準化委員会SPM-WG 幹事

2016～ VAMAS TWA 29 コンタクトパーソン

2015～ 表面化学分析試料の準備及び取付けに関する指針に関するJIS原案作成委員

2014～ 表面化学分析技術国際標準化委員会共通問題WG SC1対応幹事

2014～ 表面化学分析技術国際標準化委員会 事務局

2013～ 走査型プローブ顕微鏡で使用する用語に関するJIS原案作成委員

2010～ 表面化学分析技術国際標準化委員会SPM-WG 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

表面化学分析技術国際標準化委員会の委員として、年間数回(平成31年度は計12回)開催される委員会に出席し、走査型プローブ顕微鏡(SPM)に関する国際標準化及び表面化学分析で使用する用語に関する国際標準化などの活動を行っている。

ケルビンプローブフォース顕微鏡によるナノスケール電位計測に関する国際標準化の提案に向けて、国際ラウンドロビンテストの準備を行っている。この結果を技術報告書として取りまとめ、その内容に基づいて作業原案を作成し、ISO/TC201/SC9に新規作業項目提案を行う予定である。原子間力顕微鏡によるナノ粒子の形状及び大きさの計測方法に関する国際標準化は、国際ラウンドロビンテスト結果をもとに作業原案の作成中である。原子間力顕微鏡のカンチレバーのガイドラインの原案は、引き続き各国エキスパートのコメントに基づく修正作業中である。

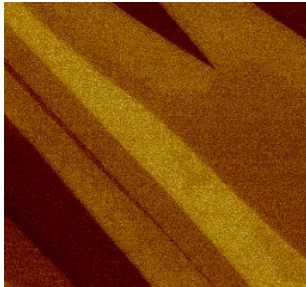
その他、事務局や幹事として、国内審議委員会のとりまとめを行っている。

獲得した下記外部資金により、7つの規格の提案・策定に向けた活動を行った。

政府戦略分野に係る国際標準化活動「走査型プローブ顕微鏡法による定量的な材料ナノ計測に関する国際標準化」(平成28年～平成30年)

省エネルギー等国際標準開発(国際標準分野)「ケルビンプローブフォース顕微鏡(KPFM)によるナノスケール電位計測に関する国際標準化国際ラウンドロビン試験関連業務」(平成31年～令和3年)

(1)



(2)

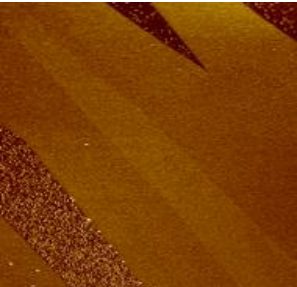


図 1. グラフェン/SiO₂/Si の KPFM 計測画像

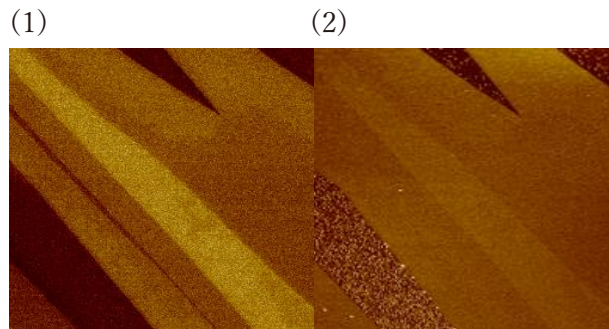
(1)高さ分析 (2)ポテンシャル分布

走査範囲: 30μm × 30μm

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆


2015～ JIS原案作成委員として JIS K 0154:2017 の策定に従事

2013～ JIS原案作成委員として JIS K 0147-2:2017 の策定に従事

図 1. グラフェン/SiO₂/Si の KPFM 計測画像

(1)高さ分析 (2)ポテンシャル分布

走査範囲: 30μm × 30μm

材料標準化課題名	金属材料の腐食・防食分野における用語に関する標準化 および金属材料の腐食評価手法に関する標準化	
所 属	構造材料研究拠点腐食特性グループ	
氏 名	片山 英樹	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ ISO/TC156/nWG4 国内委員会 委員

2017～ ISO/TC156 対策委員会 委員

2017～ ISO/TC156/nWG1 国内委員会 委員長

2015～2016 JIS Z 2381大気暴露試験方法通則 改正原案作成委員会 委員

2015～ ISO/TC156/nWG6 国内委員会 委員

2012～2013 JIS Z 1535気化性さび止め紙 改正原案作成委員会 委員

2007～ ISO/TC35/SC9/WG29 国内委員会 委員

2005～ ISO/TC35/SC9/WG27 国内委員会 委員

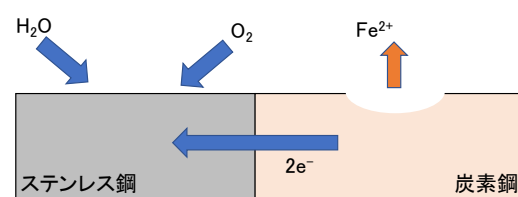
2003～ ISO/TC35/SC9 国内委員会 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

・2017年よりISO/TC156/nWG1 (Terminology) 国内委員会委員長として従事し、2018年の総会 (Paris) および2019年の総会 (北海道大学)において用語に関する技術的討論を行った。日本からは原案に対し、便利に使用できることからINDEXをつけるように要求した。原案修正後、ISO8044(Corrosion of metals and alloys - Vocabulary)がFDIS投票にかけられ、修正後にINDEXがつけられていたことから、国内委員会で議論し、賛成票を投じた。最終的な結果として、ISO8044 (Ed 5)は賛成多数で承認された。

・ISO/TC156/nWG6 国内委員会においては、外部委員として腐食生成物の除去法に関する助言を行うとともに、国内からの要望を受け異種金属接触腐食(図1参照)に関する新たな原案作成に向けてサブWGを立ち上げ、提案内容について議論している。

・ISO/TC156の2019年の総会が北海道大学で開催され、そのTFメンバーとして、各国委員の招聘や開催の準備などに従事した。2020年の総会は、6月初旬にスウェーデンのストックホルムで開催される予定となっている。



ステンレス鋼 炭素鋼


アノード反応; $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^-$
カソード反応; $\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-$

図 1. 異種金属接触腐食のモデル

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

2015～2016 JIS Z 2381大気暴露試験方法通則 改正原案の策定

2013～2014 JIS Z 1535鉄鋼用防せい(錆)紙 改正原案の策定

材料標準化課題名	化学分析および機器分析による材料分析法の標準化	
所 属	技術開発・共用部門 材料分析ステーション	
氏 名	川田 哲	

◆標準化活動略歴◆

2018～ ISO/TC201/SC8 グロー放電分光法/国際幹事、鉄鋼標準物質委員会/委員

2016～ ISO/TC183 国内業務委員会/副委員長

2015～ ISO・JISフェロアロイ分析・サンプリング原案作成委員会/委員

2014～ 規格調整委員(日本規格協会)、標準物質認証委員(産総研)

2011～2017 ISO/TC201/SC8 国内WG-GDMS委員

◆最近の標準化活動概要(2019年度の活動概要)◆

・ISO/TC201/SC8国際幹事に関する活動

(1) ISO/TS 25138 “グロー放電発光分析による金属酸化膜の分析”→改正作業終了

(2) WG5:ISO/TS WD 15338 “グロー放電質量分析-操作手順-”→改正作業終了

(3) SG1:ISO/NP 24417 “グロー放電発光分析による鉄基材上の薄膜の分析”→新規プロジェクト発足

グロー放電発光分析法およびグロー放電質量分析法に関する分析規格は、基幹産業である鉄鋼・非鉄金属のみならずアルミニウム、シリコンなど日本の素材輸出において重要な材料品質の評価に欠くことのできないものであり、将来にわたり日本の優位性を確保するために戦略的な活動が必要となっている。

・フェロアロイ協会における分析法標準化活動

JIS G1317-1, G1317-2, G1317-3, G1317-4, G1317-5, G1317-6の, G1317-8改正

・日本鉱業協会における分析法標準化活動

JIS H1121, H1123改正、委員長

・日本規格協会における規格調整委員活動

JIS G1232-1, G1232-2, G1235-1, G1235-2など15規格の審査

・日本鉄鋼連盟における鉄鋼標準物質開発に参画

◆これまで従事した規格開発や標準化◆

以下のJISなどの標準化に関して原案作成、改正作業を行った。

2018年 G1318-1, G1318-2, G1318-3, G1318-4, G1318-5, G1318-6, M8102

2017年～JIS G1318-1, G1318-2, G1318-3, G1318-4, G1318-5, G1318-6

2015年 JIS A5011-1, A5011-4, K0212, H1551, H1560

2014年 JIS H1270, H1287, H1288, H1289


2013年 JIS H1111, H1113, K0147


2011年 JIS K0211, 日本薬局方第十六改正(ICP分析法関係)

2008年 JIS K0119

2007年 JIS K0133, Z2615, Z2616

2006年 JIS H1699

材料標準化課題名	医用セラミックスの力学的・生物学的試験法に関する標準化	
所 属	機能性材料研究拠点バイオセラミックスグループ	
氏 名	菊池 正紀	
◆材料標準化活動略歴◆		
2011～ ISO/TC 150/SC 1/WG 3 コンビーナ		
2007～ ISO/TC 150/SC 7 幹事国業務委員会 委員		
2006～ ISO/TC 150 国内業務委員会 委員		
2006～2012 日本バイオマテリアル学会標準化委員会 委員		
2004～2012 VAMAS TWA30 国際幹事及び国内委員会 委員		
◆最近の材料標準化活動概要◆		
<p>・日本提案予定のバイオセラミックス上における細胞の播種法について、ラウンドロビンテスト、テスト方法の改善を国内委員会で議論し、エキスパートとして中国米国エキスパートとの参加交渉などを進めた。</p> <p>・ISO 13175-3の改訂作業に従事している。(e-meeting)</p> <p>・ISO/TC 150 Lund総会に出席し、</p> <ul style="list-style-type: none">・ISO/TC 150(外科用インプラント)/SC 1(材料)/WG 3(セラミックス)コンビーナとして、関連の規格化原案などに関する会議を開催し、議事を進めた。その結果、日本案を後述のように推進した。・模擬生体組織(WG 14)にエキスパートとして参加し、コンビーナ(太田氏)らを強くサポートした。 <p>・時間切れ廃案となったISO/DIS 18531(骨ペーストの標準化)について、共同プロジェクトリーダー(PL)として説明し、DISステージからの再開が認められた。</p> <p>・PLとして生体模倣環境下における曲げ試験の改訂版を説明し、PWI登録が認められた。</p> <p>・PLとして生体模倣環境下における簡易ねじり試験の新規提案を説明し、文書の再構成後、プレリミナリーコンサルテーションに進めることになった。</p> <p>・生体材料の抗菌性試験の提案(京セラ: 池田氏)をコンビーナ、エキスパートとして強くサポートし、また、ドイツエキスパートの紹介など、提案を投票に繋げるための活動を行った。</p> <p>・ISO 23317(日本提案)がシステマティックレビュー(SR)で投票されたところ、廃案を強く主張する米国と一部グループ(スイスの研究者)が現れたため、e-meetingで提案国エキスパートとして、不参加であったPL(JFCC: 橋本氏)に代わり廃案圧力に抵抗した。その結果、継続審議となった。</p>		
◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆		
2012～2018 ISO13779シリーズの改訂作業に従事		
2010～2018 ISO19090の新規手法提案・ISO原案作成から提案・IS策定にPLとして従事		
2009～2010 JISR1600の改訂作業に従事		
2008～2013 ISO 13175-3の気孔率/気孔径測定法、圧縮強度/インデンテーション試験法について、エキスパートとして日本提案方式を盛り込んだ。		
2007～2018 ISO/DIS18531にエキスパートとして従事(年限取下となったが前述の如くPLとして再稼働、標準化を推進中)		

材料標準化課題名	材料使用条件の信頼性向上に関する標準化	
所 属	構造材料研究拠点	
氏 名	木村 一弘	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ 日本産業(工業)標準調査会 金属・無機材料技術専門委員会、標準第一部会委員

2009～ ステンレス協会 JIS規格原案作成委員会

2008～ ASME Boiler and Pressure Vessel Code Committee
Standard Committee on Materials, SG-SFA (Strength, Ferrous Alloy)
SG-ETD (Elevated Temperature Design), SG-HTR (High Temperature Reactor)
WG-ASC (Allowable Stress Criteria)

2003～ 日本高圧力技術協会 圧力容器規格委員会 圧力容器材料規格分科会

1997～ 日本機械学会 発電用設備規格委員会(2007～2011, 2013～)
火力専門委員会(1997～2017)／材料分科会(1998～2017)
材料専門委員会(2008～)／新材料規格化分科会(2014～2017)

◆最近の材料標準化活動概要◆

1. 日本機械学会発電用設備規格委員会
2017年より材料専門委員会委員長を務めるとともに、発電用設備規格委員会委員として火力・原子力・核融合関連の各種規格の制定・改訂・廃止等の審議に参画

2. 日本高圧力技術協会 圧力容器規格委員会 圧力容器材料規格分科会
HPIS C104／C105「圧力容器及びボイラ用材料の許容引張応力表」の改正原案等の審議に参画

3. ASME Boiler and Pressure Vessel Code Committee
年4回開催されるBoiler Code Committee Meetingに出席し、規格案の審議に参画するとともに、担当する規格案の書面投票対応を実施

4. ステンレス協会 JIS規格原案作成委員会
2016年よりJIS規格原案作成委員会委員長として、改正原案の審議に参画

5. 日本産業(工業)標準調査会 金属・無機材料技術専門委員会
2018年に委員に就任した後、2019年より委員長として、JIS規格案の審議に参画

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

高クロム鋼の許容応力見直し、発電用火力設備における高クロム鋼に対する寿命評価式

日本機械学会 発電用火力設備規格 基本規程、詳細規程


日本機械学会 発電用設備規格関連の材料事象に関する解説

日本高圧力技術協会 圧力容器及びボイラ用材料の許容引張応力表 HPIS C104, C105

日本高圧力技術協会 核燃料再処理設備規格 材料規格 HPIS C108

JIS G0802, G3320, G4303, G4304, G4305, G4308, G4309, G4311, G4312, G4313, G4314, G4315, G4317, G4318, G4902 の改正原案作成

ASME BPV Code, Sec.Ⅲ, Div.5, 9Cr-1Mo-V鋼の50万時間までの材料強度基準値: S_{mb} , S_b , S_r

材料標準化課題名	X線による材料分析の標準化	
所 属	先端材料解析研究拠点	
氏 名	桜井 健次	

◆材料標準化活動略歴◆

2016～ 現在 ISO TC201/SC10(X-ray Reflectometry(XRR) and X-ray Fluorescence(XRF) Analysis)

2008～2016 ISO TC201/WG3 (X-ray reflectivity)

2008 APEC の X線反射率の Inter lab Comparison に参加

2005～ VAMAS TW2/A10 X線反射率の国際標準化 ラウンドロビンテストにも参加

2005 蛍光X線分析通則(JIS K 0119:2008)原案作成委員

1996 X線回折分析通則(JIS K 0131:1996)原案作成委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

リファレンスフリー分析は、定量分析に際し、標準試料群を用いた実験的な検量線を使用せずに同等の効果を得ようとする新しい分析のスタイルである。数ある元素分析の技術群のなかでも、蛍光X線分析法がリファレンスフリー分析におけるトップランナーの位置をしめている。測定のための物理的な過程と装置の特性がよく理解されており、その大部分を理論式で示すことができ、試料の化学組成に対応した測定結果が十分に予測可能であることが重要なポイントになる。分析技術が世の中で広く利用され、新たなイノベーションの契機にもなることは、大いに喜ばしいことではあるが、現実問題として、分析の専門家ではない作業者がブラックボックス的に取り扱うことも多く、十分吟味されていない分析値の一人歩きが招くリスクが心配される。2013年秋に開催されたリファレンスフリー分析のためのX線の物理定数(ファンダメンタルパラメータ)に関する国際会議をきっかけにして、民間企業11社、産総研とNIMSからなるアライアンスが生まれ、高信頼性のリファレンスフリー蛍光X線分析をめざす活動を行っている。定例研究会を開催し、金属多層膜の認証標準物質 NMIJ CRM 5208-a を開発、公開頒布を行う等の経験をもとにリファレンスフリー蛍光X線分析に関する知識、技術を啓蒙する書籍を出版した。



図 1. リファレンスフリーX線分析研究会 (2019年1月17日)



図 2. リファレンスフリーX線分析に関する国内外初めての書籍を出版 (2019年11月12日三省堂本店の書架)

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

(進行中) 角度走査を行わないX線反射率法の標準化(TC/201 SC10 SG1)


表面近傍の非破壊深さ分析の標準化(TC/201 SC10 WG1)

積層膜のリファレンスフリー膜厚決定の標準化(TC/201 SC10 WG1)

(制定) ISO 16413:2013 Evaluation of thickness, density and interface width of thin films by X-ray reflectometry — Instrumental requirements, alignment and positioning, data collection, data analysis and reporting

JIS K 0119:2008 蛍光X線分析通則

JIS K 0131:1996 X線回折分析通則

材料標準化課題名	発電用設備規格における材料規格化・許容値策定	
所 属	構造材料研究拠点 構造材料試験プラットフォーム	
氏 名	澤田 浩太	

◆材料標準化活動略歴◆

2013～2017 日本機械学会発電用設備規格委員会 使用済燃料貯蔵施設分科会
キャスク材料検討作業会 委員

2013～ 同上 材料専門委員会 新材料規格化分科会 主査

2008～ 日本機械学会発電用設備規格委員会 材料専門委員会 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

○日本機械学会発電用設備規格委員会における活動

同委員会傘下の材料専門委員会において、火力発電や原子力発電で使用される新規材料の材料仕様や許容値の策定、既に策定されている許容値のレビューなどを実施している。これらの活動のベースとなるのは、NIMS 構造材料データシート事業で取得した引張、疲労、クリープなどの強度特性や材質劣化・損傷機構に関する知見である。

最近の担当案件は下記のとおりである。

①金属キャスク材料の球状黒鉛鋳鉄(JIS G 5504:2005)、ホウ素添加ステンレス鋼板(JSME使用済燃料貯蔵施設規格)、低温用合金鋼鍛鋼品 GLF1 相当 ASME SA350 Gr.LF5の許容値レビューの実施と結果のとりまとめ

②JIS材料規格における引張試験の独自規定に関する技術評価（ひずみ速度規定の妥当性確認）

③改良9Cr-1Mo鋼および316FR 時間依存型許容値50万時間への拡張のレビュー

④Alloy263およびAlloy141の発電用火力設備規格における規格化

材料仕様(熱処理条件、化学成分、常温規格値など)と許容応力値の策定作業の実施

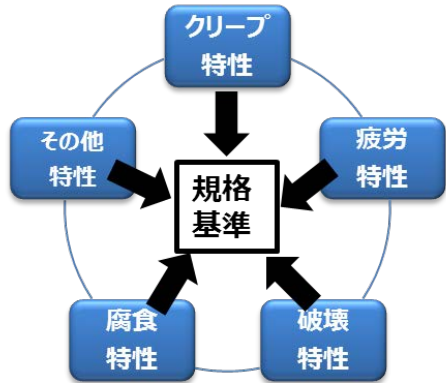



図 発電用設備に要求される諸特性

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

2015～ JIS G 3136(2012) 建築構造用圧延鋼材の許容値策定、JSME発電用原子力設備規格 材料規格(2016年版)への取り込み

2011～ JSMS-SD-11-16「電子後方散乱回折(EBSD)法による材料評価のための結晶方位差測定標準」

2009～ JSME S CB1-2014 およびJSME S CB1-2018「発電用設備規格関連の材料事象に関する解説」の策定に従事

材料標準化課題名	大気腐食モニタリングセンサのJIS化	
所 属	構造材料研究拠点 腐食特性グループ	
氏 名	篠原 正	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ 大気腐食モニタリングセンサのJIS化委員会委員、ワーキンググループ主査
(2019年9月 JIS Z 2384:2019 制定)

2018～ Zn-Al溶融亜鉛めっきのJIS化委員会委員委員長 (2019年11月 JIS H 8643:2019 制定)

2018～ ISO TC156 WG4 国内委員、ISO9223 腐食速度推定式改定小委員会主査

2017～ 地上設置型太陽光発電システムの設計ガイドライン作成委員会委員、腐食WG 主査

2016～ レーザー処理により錆び取り表面JIS化委員会委員長(2019年10月 JIS Z 2358:2019 制定)

◆最近の材料標準化活動概要◆

大気腐食モニタリングセンサのJIS化: Fe/Ag型ACMセンサ(図1)は、篠原らが開発した、大気環境の腐食性を定量的に評価できるセンサであり、(公益)腐食防食学会の検定を受けたものは同学会認定品として市販されている。ACMセンサそのものに関する規格は、これまでなかったが、近年、従来とは異なる形状、材質のガルバニック対型センサが販売されるようになり、従来型の品質の担保を求める要求が(公益)腐食防食学会へ寄せられた。そこで、同学会内にJIS原案作成委員会が組織され、同委員会委員およびワーキンググループ主査としてJIS原案作成に当たり、2019年9月にJIS Z 2384:2019として制定された。

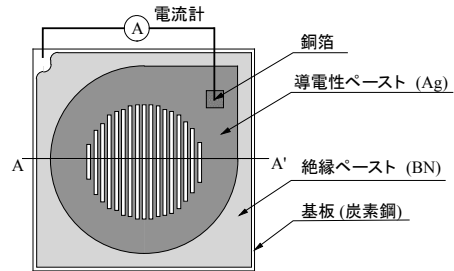


図 1. ACM センサ

アジア・モンスーン地域に適した鉄鋼材料の腐食速度推定式の提案(ISO9223の改定): アジア・モンスーン地域に適した大気腐食の評価・分類法を探索することを目的として、日本、タイ、ベトナムで実施された各種鉄鋼材料の暴露試験(e-Asiaプロジェクト)の結果をもとに、この地域に適した大気腐食速度推定式を検討した。ISO 9223で提唱されている推定式に対し、腐食速度が20°Cでピークを持つという実暴露試験結果を考慮するとともに、Cl⁻付着量の項を改良することで、推定値と実測値の区分がほぼ一致した(図2)。さらに多くの暴露試験データを収集しつつ、推定式の改良を進めている。

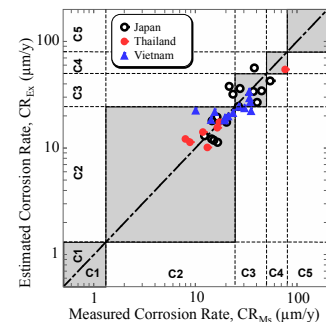


図 2. 炭素鋼における速度に関する、改良した推定式による推定値と実測値との比較

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆


2018～ 大気腐食モニタリングセンサのJIS原案作成から提案に従事

2018～ Zn-Al溶融亜鉛めっきのJISの策定に従事

2018～ 日本建築あと施工アンカー協会 検査指針の策定

2017～ 土木学会 コンクリート委員会 亜鉛めっき鉄筋指針改訂に従事

2016～ JIS2381改定委員会およびWG委員として、改訂案作成から提案に従事

材料標準化課題名	ゼーベック係数の温度変化の評価手法に関する標準化	
所 属	エネルギー・環境材料研究拠点	
氏 名	篠原 嘉一	

◆材料標準化活動略歴◆

2016～ VAMAS国際標準化委員会VAMAS国内対応分科会委員(TWA38)

2014～2015 JIS 遮熱コーティングの温度傾斜場での熱サイクル試験方法 検討委員

2010～2011 ISO Test method of cyclic heating for thermal-barrier coatings under temperature gradient
検討委員

2008～2009 新しいTWA(Environmental Information of Materials)の提案

1994～1995 JIS繊維強化金属の圧縮試験方法 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

・新しいTWA(Environmental Information of Materials)の提案を、2008年および2009年の運営委員会で2回行った。本提案は材料特性の測定法ではなく、材料の有害性を、既存の有害性データを元に製造段階、使用段階および廃棄段階のステージに分けて評価してスコア化し、材料の身元の確からしさを材料メーカーから製品メーカーに提示することを目的としていた。右図はGFRPの有害性情報を図式化したもので、主に使用段階でしか有害性データが測定されていないことを示している。‘データの情報化’という内容が斬新であったこと、主導権を取りたいという各国の思惑が交錯したことで、強硬に反対する数力国があって採択には至らなかった。

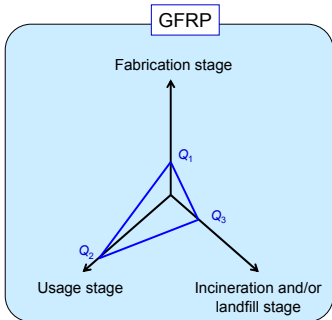


図
材料の害性情報の図式化例

・熱電材料の高温熱電特性(ゼーベック係数、電気伝導率、300～900K)の測定方法の標準化に向けて、TWA38が米国NISTを中心として2013年に設立されたが、活動は停滞している。日本が中心になって標準化を推進することを目指して、熱電素子の測定方法の標準化を推進しているAISTと協議し、ゼロエミッション国際共同研究拠点の動きを注視しながら、国内の協力企業や研究機関と国内版TWAの準備を進めている。

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

- 1) JIS H 7407:1995 繊維強化金属の圧縮試験方法
- 2) JIS H 7851:2015 遮熱コーティングの温度傾斜場での熱サイクル試験方法
- 3) ISO 13123: 2011 Metallic and other inorganic coatings — Test method of cyclic heating for thermal-barrier coatings under temperature gradient

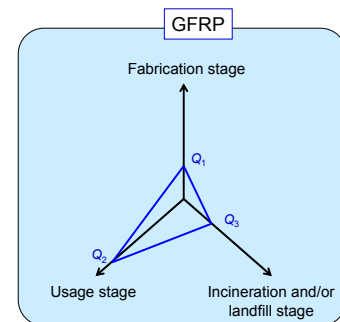



図
材料の害性情報の図式化例

材料標準化課題名	高温破壊試験法の標準化	
所 属	構造材料研究拠点 クリープ特性グループ	
氏 名	田淵 正明	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ ISO/TC164（金属の機械試験） 国際議長

2016～ ISO/TC164 WG1 コンビナー

2012～ 日本高圧力技術協会 圧力設備維持規格分科会 幹事

2011～ VAMAS TWA31 国際副議長

2009～2016 日本材料学会 高温き裂進展試験法WG 主査

1987～ VAMAS TWA11、19、25、31 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

- VAMAS TWA31 国際副議長

経済産業省 省エネルギー等に関する国際標準の獲得・普及促進事業委託費（平成29-31年度）を獲得し、USC、A-USCプラント等で使用される高Cr耐熱鋼、Ni基合金およびそれらの溶接継手を対象とし、高温クリープ疲労条件下でのき裂の発生・成長を予測するための試験評価法の開発と国際標準化（ISO規格の提案）を目指している。（トピックス参照）
- ISO/TC164（金属の機械試験） 国際議長


主に規格の新規提案に対応している。
- ISO/TC164 WG1 コンビナー

ISO 23718: 2007、Metallic materials – Mechanical testing – Vocabulary の改訂
- 日本高圧力技術協会 圧力設備維持規格分科会 幹事

HPIS Z 103 「高温下での圧力機器の亀裂状欠陥評価方法」の新規作成を行っている。

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

- ISO 204 Metallic materials – Uniaxial creep testing in tension – Method of test (2018)
- 日本材料学会標準 JSMS-SD-12-16 高温クリープおよびクリープ疲労き裂進展試験法標準 (2016)
- JIS Z 2276 金属材料の引張りラクセーション試験方法 (2012)
- ISO/TTA 5: 2007(E): Code of Practice for Creep/Fatigue Testing of Cracked Component.
- ASTM E1457-92: Standard Test Method for Measurement of Creep Crack Growth Rate in Metals の作成と改訂 (2000、2007、2013、2015)

材料標準化課題名	発電用火力／原子力設備規格の整備	
所 属	構造材料研究拠点 耐熱材料設計グループ	
氏 名	戸田 佳明	

◆材料標準化活動略歴◆

2017 ～ 現在 発電用設備規格委員会 材料専門委員会 新材料規格化分科会 委員

2013 ～ 現在 発電用設備規格委員会 材料専門委員会 材料規格統合化分科会 委員

2011 ～ 2015 発電用設備規格委員会 火力専門委員会 材料分科会 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

国内の事業用発電設備に使用される技術基準は、経済産業省の「発電用設備に関する技術基準を定める省令」により規定されている。それに加えて、1997 年より民間自主規格として『日本機械学会発電用設備規格』の策定がはじまり、2005 年に『発電用原子力設備規格』が、2016 年に『発電用火力設備規格』が国の技術基準として認定された。省令だけでなく、これら民間規格で規定された材料も、事業用発電設備に使用できるようになっている。これからは、社会から求められる安全基準や日々進歩する材料技術の変化に合わせて、『日本機械学会発電用設備規格』の内容を整備する必要がある、そのために下記の活動を行っている。

1. より高温での操業を可能にする新しい耐熱合金を、発電用火力設備規格に採用するための材料仕様と許容応力値の検討を行っている。


2. 原子力発電設備と火力発電設備には類似の機能や構造の部分が存在し、同一材料の適用が考えられる。しかし現在は、同一材料であっても使用設備に応じて、発電用原子力設備規格や発電用火力設備規格の異なる技術基準に対応して設計・製造する必要がある。これらの不便さを解消するために、発電用原子力および火力設備規格の、それぞれの材料規格の一部統合化を検討している。そのために、両材料規格と、米国や多くの国で基準とされている American Society of Mechanical Engineers, Boiler and Pressure Vessel Code に共通の材料の、技術基準の相違について調査した。また、それぞれの規格の新規材料採用ガイドラインの相違、および各ガイドラインで規定されている日本工業規格、International Standard や American Society for Testing and Materials の材料試験（特に引張試験、高温引張試験、クリープ試験）規格についての調査を行い、統合化の可能性検討や問題点の抽出を行っている。

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

2017 ～ 現在 発電用原子力設備規格または発電用火力設備規格への新材料採用に関する検討

2013 ～ 現在 発電用原子力設備規格と発電用火力設備規格の統合化の検討

2011 ～ 2015 発電用火力設備規格の改正作業

材料標準化課題名	合成生体材料およびラマン分光法および顕微ラマン分光法	
所 属	エネルギー・環境材料研究拠点 水素材料制御グループ	
氏 名	中尾 秀信	

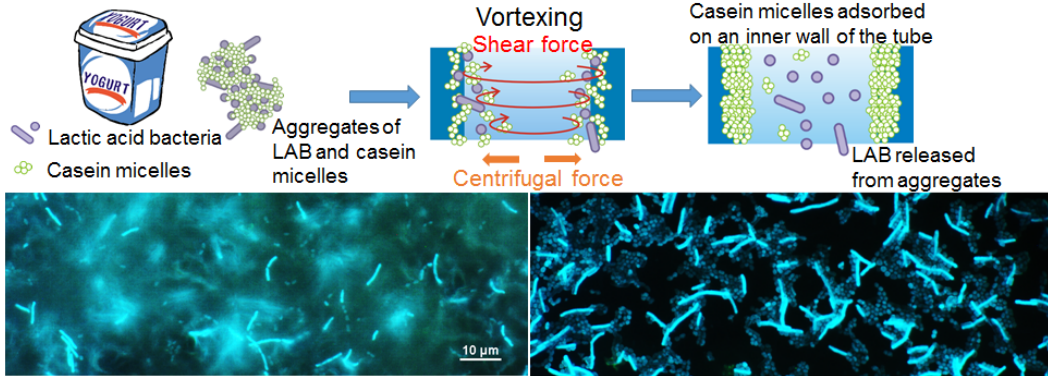
◆材料標準化活動略歴◆

2017～ VAMAS TWA40合成生体材料(コンタクトパーソン)

2017～ VAMAS TWA42ラマン分光法および顕微ラマン分光法(幹事)

◆最近の材料標準化活動概要◆

TWA40合成生体材料： 合成生体材料に関する測定法の標準化に向けて、協力企業と研究者の選定を行っている。現在ヨーグルト製造会社とヨーグルト中の乳酸菌を簡単・迅速に分離する技術および乳酸菌が産生する細胞外多糖(EPS)の検出プロトコルを検討中である。またTWA42と協力体制を結び、EPS




開発したヨーグルト中の乳酸菌を簡単・迅速に分離する方法(vortex 法、anal.sci., 2019, 35, 1065)

の高感度測定のためのラマン測定の標準化も検討中である。

TWA42ラマン分光法および顕微ラマン分光法： コンタクトパーソンである産総研・伊藤氏を中心に、ラマン装置の業界関係者との定期的な会合の開催(3回/年)し、意見交換を行っている。ラマンシフトのラウンドロビンテストを行い、信頼性の高いラマンシフトの評価法開発を行っている。本年度はポリスチレンディスクを作製しラウンドロビンテストを行った。これをラマン標準物質として配布を検討中である。

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

特になし

材料標準化課題名	超伝導材料の各種性質測定方法に関する標準化	
所 属	機能性材料研究拠点高温超伝導線材グループ	
氏 名	西島 元	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ 超電導ケーブル技術調査委員会委員

2014～ VAMAS/TWA16議長

2014～ IEC/TC90/WG5委員、IEC/TC90超電導委員会(国内)WG5委員

2013～ IEC/TC90超電導委員会(国内)企画委員会委員

2011～ IEC/TC90超電導委員会(国内)WG13委員、JIS原案作成委員会委員

2010～2014 VAMAS/TWA16事務局


2010～ IEC/TC90/WG3およびWG7コンビナー、IEC/TC90超電導委員会(国内)技術委員会委員、WG3委員長、WG7委員長


◆最近の材料標準化活動概要◆

- ・ 高温超伝導線材の極低温における機械的性質測定方法の標準化に向けて、2016年～2017年にかけて、カールスルーエ工科大学(独)、タフツ大学(米)、トゥエンテ大学(蘭)等6カ国8機関と協力し国際ラウンドロビンテストを実施。データを解析した結果は2019年Superconductor Science and Technology誌に掲載。
- ・ 2018年11月17日～19日に釜山(韓国)で開催されたIEC General MeetingにおけるTC90会議では、WG3コンビナーとしてWG2+3+7会議の議長を務めるとともに、TC90全体会議においては、リエゾン関係にあるVAMAS TWA16議長として、活動状況を報告。
- ・ 高温超伝導線材の臨界電流測定方法標準化に向けて、2014年～2016年にかけて、NIMSが中心となり、国内高温超伝導線材メーカー、海外研究機関等5カ国10機関による国際ラウンドロビンテストを実施。データ解析結果は2018年IEEE Transactions on Applied Superconductivity誌に掲載。

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

- ・ JIS H 7303:2019 超電導—機械的性質の試験方法—銅安定化ニオブ・チタン複合超電導線の室温引張試験(2019.2.20改正)
- ・ IEC 61788-25:2018 Superconductivity – Part 25: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test on REBCO wires (2018.8.29発行)
- ・ IEC 61788-24:2018 Superconductivity – Part 24: Critical current measurement – Retained critical current after double bending at room temperature of Ag-sheathed Bi-2223 superconducting wires (2018.6.18発行)
- ・ JIS H 7306:2018 超電導—残留抵抗比試験方法—ニオブ・チタン及びニオブ3すず複合超電導線の残留抵抗比(2018.3.20改正)
- ・ JIS H 7311:2018 超電導—残留抵抗比試験方法—ニオブ・チタン及びニオブ3すず複合超電導線の残留抵抗比(2018.3.20改正)
- ・ JIS H 7304:2017超電導—超電導体のマトリックス比試験方法—銅安定化ニオブ・チタン複合超電導線の銅比(2017.3.21改正)

材料標準化課題名	セラミック製品、セラミックスの分析技術に関する標準化	
所 属	構造材料研究拠点 接合・造形分野 構造用非酸化物セラミックスグループ	
氏 名	西村 聡之	
◆材料標準化活動略歴◆ 2018～ 日本セラミックス協会 標準化委員会 委員長 2016～2017 日本セラミックス協会 標準化委員会 副委員長 2009～2015 日本セラミックス協会 標準化委員会 委員 2006～ 日本ファインセラミックス協会 標準化専門委員(EC-1機械的・熱的特性)		
◆最近の材料標準化活動概要◆ ・EC1 EC合同委員会において、2022年度を見通して、機械的特性・熱的特性の標準化に取り組むべきテーマを検討・抽出した。ファインセラミックスの標準化ロードマップ2018を2019に更新するべく、内容を検討した。 ・日本セラミックス協会標準化委員会 近年、蛍光X線を用いた定量分析が普及してきたことから、日本セラミックス協会では協会規格として「セラミックス用窒化けい素微粉末の蛍光X線分析方法」の作成が必要との認識から、規格の作成を進めている。関連して、現在日本セラミックス協会から販売している窒化けい素微粉末認証標準物質について、酸素の認証値の見直しを行った。 標準化委員長として、「ファインセラミックス標準化連絡協議会」に参加し、標準化関連の各団体(日本ファインセラミックス協会、産業技術総合研究所、宇宙航空研究開発機構、物質・材料研究機構、ファインセラミックスセンター)との情報交換を行った。		
◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆		

材料標準化課題名	走査型プローブ顕微鏡を用いた材料表界面の構造・機能のナノスケール評価手法に関する標準化	
所 属	先端材料解析研究拠点	
氏 名	藤田 大介	

◆材料標準化活動略歴◆

2019～ ISO/TC201／TC202対応国内審議団体(JSCA) 代表理事

2018～ VAMAS/TWA2(表面化学分析)データ駆動計測分野 プログラムリーダー

2016～ VAMAS国内対応委員会委員長／VAMAS日本代表

2016～ ISO/TC201(表面化学分析)/SC9(SPM)/SG4「STMの使用法」コンビーナ

2015～ JSCA国内業務委員会委員長 TC201日本代表

2013～ VAMAS/TWA2(表面化学分析)SPM分野 プログラムリーダー

2007～ ISO/TC201/SC3(データ管理) ISO28600「SPMデータフォーマット」プロジェクトリーダー

2006～ ISO/TC201/SC9(SPM)に対応するJSCA/SPM-WG 主査

2006～ VAMAS/TWA29(SPM) コンタクトパーソン

2004～2005 ISO/TC201/SC9に対応するJSCA/SPM-WG 幹事

◆最近の材料標準化活動概要◆

・2019年5月22日～24日に米国NIST(コロラド州ボルダー)にて開催された第44回VAMAS運営委員会(SC45)に日本代表として出席、日本におけるVAMAS地域活動報告、TWA2活動報告を行った。2020年開催概要を提案し、5月に産総研臨海副都心センター(東京)で開催することが承認された。

・ISO/TC201第28回年会ならびに分科会(SC)会合をつくば国際会議場にて2019年10月30日から11月2日にホスト(JSCA-JISC)として開催した。

・ISO/TC201/SC9(走査型プローブ顕微鏡)「有限探針サイズにより膨張されたAFMイメージの補正手順に関するガイドライン」の新規作業項目(NP23729)に関する状況説明をプロジェクトリーダーとしてISO/TC201／SC9会合にて行い、NP投票の結果、2019年12月に賛成多数で承認された。

・VAMAS/TWA2において、ナノ粒子の形状とサイズに関するAFM測定法の標準化に向けて国際ラウンドロビン試験(RRT)を実施し、VAMAS/TWA2総会ならびにISO/TC201/SC9会合にて報告を行った。

・ケルビンプローブ力顕微鏡(KPFM)による定量ナノスケール電位計測の国際標準化を目指してVAMAS/TWA2におけるRRT(A12プロジェクト)のための標準物質の準備と試験プロトコルの策定を進めた。

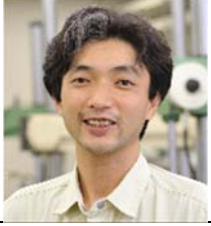
・外部資金:経済産業省「省エネルギー等国際標準開発」における「ケルビンプローブフォース顕微鏡(KPFM)によるナノスケール電位計測に関する国際標準化」開発業務(2019年度～2021年度)

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

2017 JIS K0147(表面化学分析-用語-第2部: 走査型プローブ顕微鏡に関する用語)の策定に従事
(JIS原案作成委員会 委員長)

2014 ISO13095(AFM探針形状のその場測定方法)の国際標準規格案の策定(エキスパート)

2011 ISO28600(走査型プローブ顕微鏡のデータフォーマット)の国際標準規格発行
(プロジェクトリーダー)

材料標準化課題名	超音波疲労試験方法の規格標準化	
所 属	構造材料研究拠点 疲労特性グループ	
氏 名	古谷 佳之	

◆材料標準化活動略歴◆

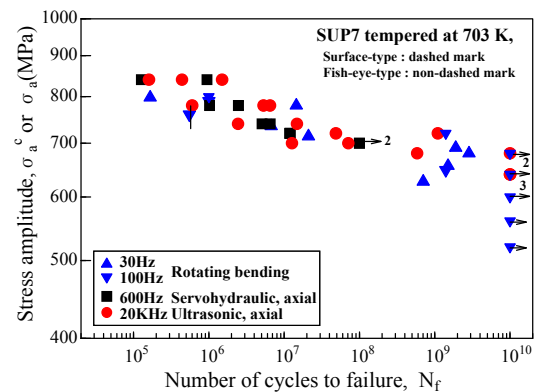
- ・2019 NEDO委託事業 中空試験片高圧水素中材料試験法規格化検討委員会委員
- ・2019 日本歯車工業会規格「歯車用鋼材の硬さ分布評価法」制定委員会委員
- ・2018 英訳版WES1112 Standard method for ultrasonic fatigue test in metallic materials 発行
- ・2017 日本溶接協会規格 WES1112「金属材料の超音波疲労試験方法」制定
- ・2016 日本溶接協会 超音波疲労試験規格原案作成小委員会

◆最近の材料標準化活動概要◆

超音波疲労試験は、金属材料のギガサイクル疲労試験を実施する上で有効な試験法であるが、試験方法を定めた規格がないことが普及の妨げとなっていた。そこで、将来のJIS化を念頭に、日本溶接協会規格において超音波疲労試験方法を規格化することとした。その際には、規格原案作成小委員会の幹事として、最初の規格原案を作成する役目を担った。その後、約1年の議論を経て、2017年3月に日本溶接協会規格 WES1112「金属材料の超音波疲労試験方法」が制定された。また、その1年後には英訳版のWES1112が発行された。




超音波疲労試験機



超音波疲労試験結果の代表例

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

- ・日本溶接協会規格 WES1112「金属材料の超音波疲労試験方法」の制定

材料標準化課題名	平行ビーム法を用いたX線回折法による単結晶薄膜試料の結晶評価法に関する国際標準化	
所 属	技術開発・共用部門 材料分析St 化学分析・X線回折G	
氏 名	松下 能孝	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～現在：ISO TC206 国内委員会 委員

2018～現在：ISO TC206 WC7（モノリシックセラミックス 物理的・熱的性質）エキスパート

◆最近の材料標準化活動概要◆

現在、ISO TC206国内委員および同TC206 WC7において韓国より提案がなされているX線回折法を利用したSiCおよびGaNの結晶膜評価に関するエキスパートに従事している。SiCおよびGaNは次世代パワー半導体としてのマーケット拡大がしている材料物質では有り、韓国はこれら物質各々に対する評価方法の1つとしてX線回折を利用した申請を行っていた。しかしながら、彼らが提案している評価法は数多くの学術的なミスを含んでいる上に、全く同一な実験手法でSiCとGaNを評価する方法を提案していた。そこで、私は全ての学術的なミスを指摘し、SiCとGaNの評価法を1つに纏め、評価法としても新規手法をも盛り込んだ上で、韓国の申請書類の全面改訂を行った。私の評価法では、ターゲットとする物質依存性はほぼ無く、より汎用性の有る評価法にした。現在、本全面改訂書は、TC206においてCD投票において、受諾され、次なるステップに移行している。

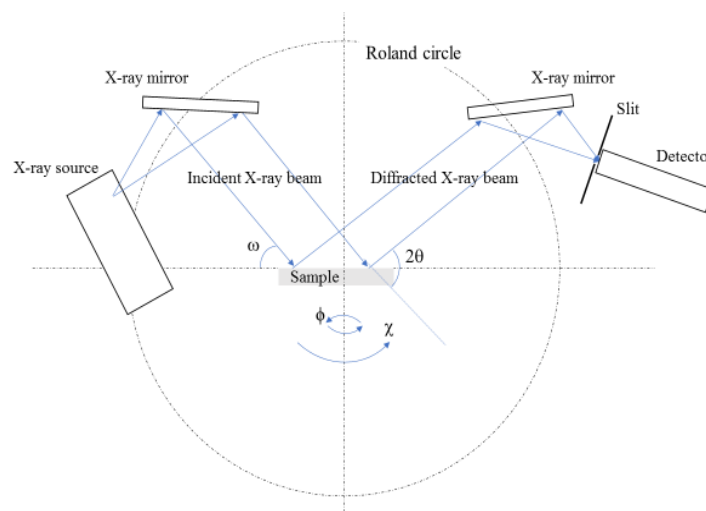



図1. 現在、ISO TC206/WG7 で提案を目指している評価法の X 線光学配置

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

特になし

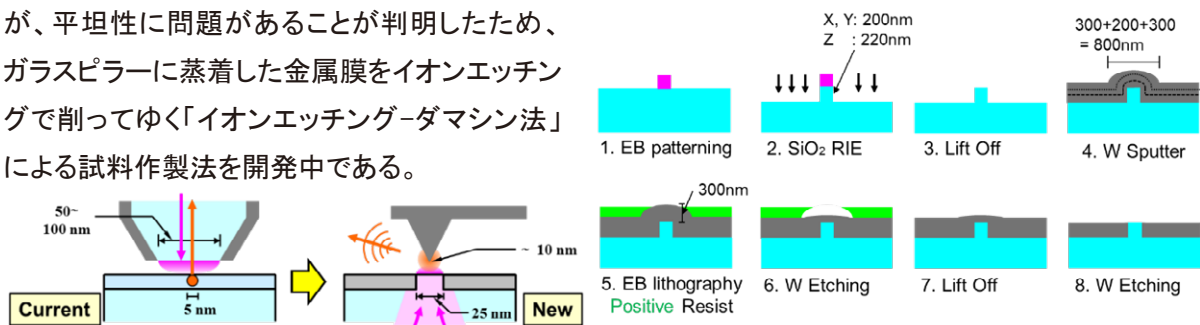
材料標準化課題名	近接場光学顕微鏡の空間分解能に関する新規国際標準試料の開発	
所 属	先端材料解析研究拠点 実働環境計測技術開発グループ	
氏 名	三井 正	

◆材料標準化活動略歴◆

2017～	表面化学分析技術国際標準化委員会(JSCA) 走査プローブ顕微鏡ワーキンググループ (SPM-WG) 幹事補佐
2015～	ISO/TC201/SC9/SG2 エキスパート
2012～2015	ISO/TC201/SC9/WG1 エキスパート
2007～	ISO/TC201/SC9 委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

近接場光学顕微鏡(NSOM)の空間分解能に関する国際標準化作業は、国際標準化機構(ISO)のTC201/SC9で行われており、2011年にISO27911として登録された。2016年は、5年ごとの見直しの年に当たっていたため、5年間の研究動向の変化(散乱型NSOMの急速な普及)や技術進歩を取り入れて、新たな国際標準の策定を開始した。ISO27911では、半導体量子ドットを分散させたポリビニルアルコール(PVA)をスピコート法で薄膜化したものを標準試料として用いた。これは、試料のナノスケールの凹凸が「光」の空間分解能に与える影響を排除するためであった。しかしながら、この試料は散乱型NSOMでは使用が困難であることから、新しい標準規格では、表面の段差を無くした上で開口径を数10 nmまで縮小したフォトマスクを計測などの校正などに資する標準物資(RM)として用いることとした。標準試料の開発はNIMS微細加工プラットフォームの協力の下で行い、現在、散乱型NSOM法を用いて評価・検証を行っている。昨年度までは、金属遮蔽膜の開口部を透明光学樹脂で包埋する方法を検討していたが、平坦性に問題があることが判明したため、ガラスピラーに蒸着した金属膜をイオンエッチングで削ってゆく「イオンエッチング-ダマシ法」による試料作製法を開発中である。



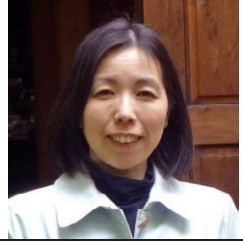
◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

ISO27911:

“Surface chemical analysis — Scanning-probe microscopy — Definition and calibration of the lateral resolution of a near-field optical microscope”. (2011)。

「近接場光学顕微鏡の水平方向空間分解能に関する定義と校正」。

ポリビニルアルコール(PVA)薄膜中に分散した半導体量子ドットを用いた、開口型近接場光学顕微鏡(NSOM)の空間分解能に関する国際標準である。2016年にSystematic Review(5年毎の見直し)を迎えたが、開口型NSOMにおいて現在も使われていることから、継続とした。

材料標準化課題名	「生体材料のための抗菌性試験方法」標準化	
所 属	機能性材料研究拠点	
氏 名	山本 玲子	

◆材料標準化活動略歴◆

2018～ 経済産業省「戦略的国際標準化加速事業：政府戦略分野に係る国際標準開発活動（バイオセラミックスの生物学的多能性評価に関する国際標準化）」委員会委員に就任、「インプラント材料のための抗菌性試験方法」のISO/TC150への提案に向けた活動に協力。

2014～2015 厚生労働省・経済産業省合同事業「次世代医療機器・再生医療製品等評価指標作成事業」生体吸収性ステント審査ワーキンググループ委員を務め、「生体吸収性ステント(スキャフォールド)評価指標(案)」作成に従事。

◆最近の材料標準化活動概要◆

戦略的国際標準化加速事業の一環として、「生体材料のための抗菌性試験方法」の標準化活動に参画している。当該方法は、先行規格の ISO 22196:2011 および JIS Z 2801:2012 と同様のフィルム密着法による抗菌性試験を、富栄養環境下に変更するものである。先行規格は一般抗菌加工材を対象としており、貧栄養環境を用いている。しかし、インプラント材料は体内に埋植されるため、貧栄養環境での評価は不適切である。そこで、疑似体液として細胞培養液を用いた富栄養環境下での試験の標準化を目指す。国内4機関のうちのひとつとしてRRTを実施し、抗菌活性値のばらつきは許容範囲内であることを確認した。海外協力機関を含めたRRTを実施後、ISO/TC150提案予定である。

また、プレ標準化事業として、セラミック繊維材料の生体外における生体溶解性評価法の確立に取り組んでいる。アスベストの代替材料として建材・断熱材等に用いられているセラミック繊維材料については、生体・環境毒性が懸念されており、欧州では既にEU指令97/69/ECにより規制が実施されている。そのため、体内蓄積リスクの小さい、生体溶解性繊維材料の開発が進められているが、生体溶解性の認定には動物実験による実証が必要であり、試験費用や再現性、さらにはヒトとの種差および動物愛護の問題がある。そこで、動物を用いない評価法として、生体外でヒトの気道・肺胞内環境を再現した試験法を開発した。評価法の汎用化を目指した、試験条件の検討に取り組んでいる。

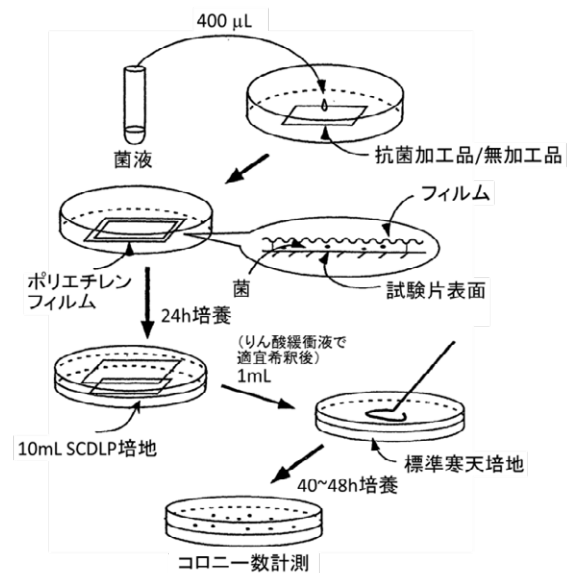


図 1. フィルム密着法による抗菌性試験

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

2015 厚生労働省・経済産業省合同事業「次世代医療機器・再生医療等製品評価指標作成事業」において、「生体吸収性欠陥ステント(スキャフォールド)に関する評価指標(案)」作製に従事。

材料標準化課題名	電子分光を主とする表面分析技術の標準化	
所 属	材料データプラットフォームセンター 材料データ解析グループ	
氏 名	吉川 英樹	

◆材料標準化活動略歴◆

2017～ NIMS JIS/ISO 分科会および VAMAS 分科会会長

2017～ ISO/TC229 ナノテクノロジー標準化国内審議委員会 委員

2014～ VAMAS TWA2 国際委員

2014～ ISO/TC201 電子分光 WG(SC4, SC7)国内委員会 主査, 国際委員

◆最近の材料標準化活動概要◆

一般社団法人表面分析研究会のXPSスペクトルデータベースのワーキンググループにおいて、産官学のメンバーによる化合物試料を用いたX線光電子分光(XPS)のスペクトルの(多機関で異なる機種の装置を使って同一ロットの試料を分析し結果を比較し合う)ラウンドロビンテストを実施している。このラウンドロビンテストにおいて得られたXPSスペクトルのピーク分離にあたって、スペクトルの統計ノイズやスペクトルの僅かな形状の違いによって、Excelのソルバーを使って得られたピーク分離結果が大きく異なることが分かった。これは数理の観点では、非線形最小二乗法の解が初期値に強く依存した局所解となり易いことに起因している。そこで、初期値を多数個発生して解を探索するメタヒューリスティックな解法のアルゴリズムの開発を進めた。

◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆

2019年に内容の検討を行ったISO規格のリストを以下に挙げる

- ・ISO NWIP 23023 “Procedure of Work Function Measurement by Photoelectron Spectroscopy”
- ・VAMAS TWA2 Study A27, “Intensity Calibration for XPS Instruments Using LDPE”
- ・ISO TR 22335 “Depth profiling – Measurement of sputtering rate: mesh-replica method using a mechanical stylus profilometer”
- ・ISO/TR 15969 “Depth profiling – Measurement of sputtered depth”
- ・ISO 19318 “XPS – Reporting of methods used for charge control and charge correction”
- ・ISO NP 23170 “Depth Profiling – Non-destructive depth profiling of nanoscale thin films with medium energy ion scattering”
- ・ISO TR 23173 “Electron Spectroscopies – Measurement of the thickness and nature of nanoparticle coatings”
- ・ISO 10810 FDIS “X-ray photoelectron spectroscopy – Guidelines for analysis”
- ・ISO 16531 “Depth profiling – Methods for ion beam alignment and the associated measurement of current or current density for depth profiling in AES and XPS”

物質・材料研究機構 NIMS 材料標準化活動総覧 2020（第 2 号）

出版：2020 年 1 月 NIMS 国際標準化委員会

〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1

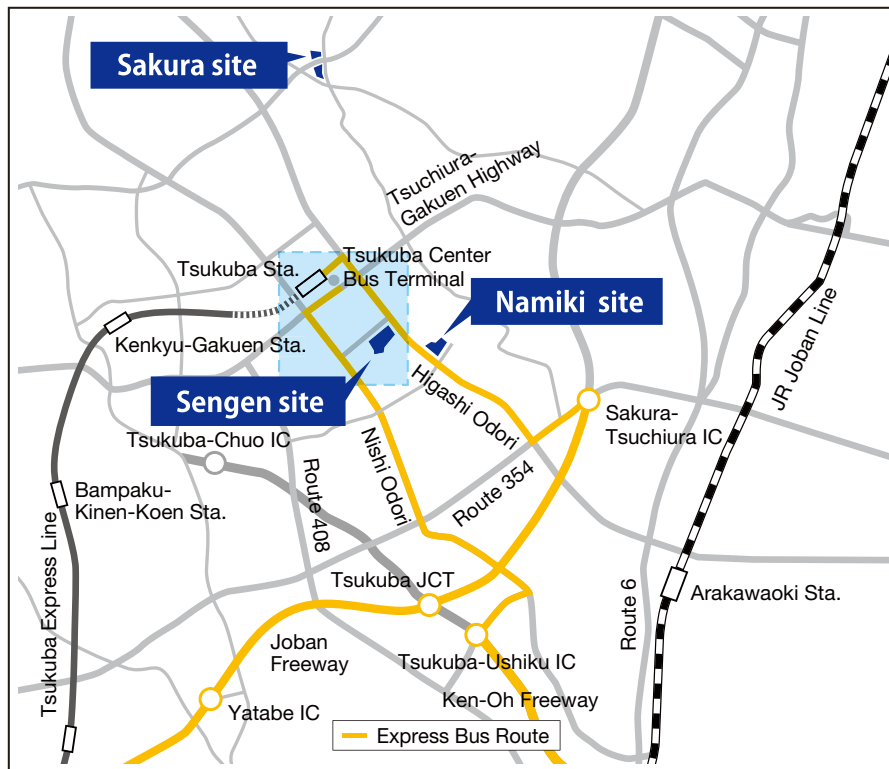
Tel. 029-581-2000（機構代表）

National Institute for Materials Science (NIMS)

国立研究開発法人物質・材料研究機構

所在地とアクセス

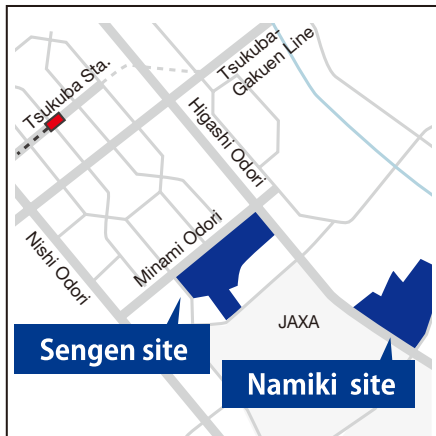
Location & Access



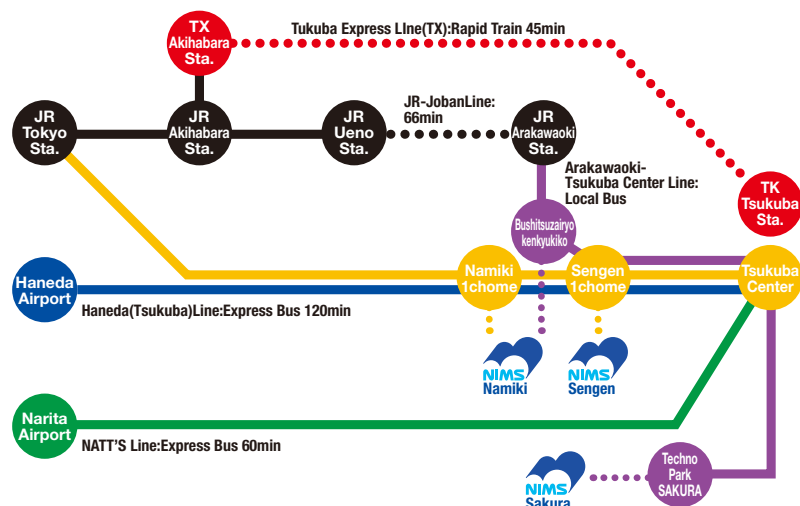
〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1
1-2-1, Sengen, Tsukuba, Ibaraki, 305-0047
TEL.+81-29-859-2000



〒305-0044 茨城県つくば市並木1-1
1-1, Namiki, Tsukuba, Ibaraki, 305-0044
TEL.+81-29-860-4610



〒305-0003 茨城県つくば市桜3-13
3-13, Sakura, Tsukuba, Ibaraki, 305-0003
TEL.+81-29-863-5570





National Institute for Materials Science (NIMS)
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
NIMS国際標準化委員会事務局

〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1
Tel. 029-851-2000 (機構代表)
vamasj-secretariat@nl.nims.go.jp
<https://www.nims.go.jp/vamas/index.html>