



# NIMS材料標準化 活動総覧2021

---

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。2021年初頭にあたりまして、ご挨拶をさせていただきます。

2020年はこれまでと全く異なる1年となりました。年初に顕在化した新型コロナウイルス感染症（COVID-19）は全世界を席卷し、年末には新たな変異種が登場する等、2021年1月現在においてもパンデミックの真っ只中にあります。リモートワーキング、マスク着用、社会的距離、オンライン会議がニューノーマルとして常態化する変革期において、我が国では25年ぶりとなる科学技術基本法の本格改正が行われました。名称を「科学技術・イノベーション基本法」と変更し、「イノベーションの創出」を重要な柱の一つに据えました。この改正に伴い、1996年以降25年間にわたり策定されてきた「科学技術基本計画」は「科学技術・イノベーション基本計画」へと名称が変更されます。第5期科学技術基本計画においては「知の国際展開」の一つとして国際標準化の推進が謳われました。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す。このように、2021年度から開始される第6期科学技術・イノベーション基本計画においても、国際的な知的財産・標準化の戦略的活用が重要とされることは確実です。

NIMSの第4期中長期計画（2016～2022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」とされています。国際的なスキーム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がNIMSのミッションの一つと位置付けられました。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主要なスキームがVAMAS（Versailles Project on Advanced Materials and Standards）です。1982年にベルサイユ（仏）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て以来、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。NIMSはVAMAS国内対応委員会の事務局を担っており、VAMAS全体を統括する運営委員会（Steering Committee）の日本代表としてVAMAS本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を推進するために、NIMS国際標準化委員会を設置しております。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、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ます。本委員会の活動により、先進的な材料の標準化に係る情報の共有と発信、制定された材料関連規格の普及とアウトリーチ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。

2021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

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
ISO/TC150（外科用体内埋没材） 機能性材料研究拠点 菊池 正紀	3
VAMAS SC-45 オンライン会議に参加して 競争的資金室 エネルギー・環境材料研究拠点 北澤 英明	7
JIS/ASME 等活動（構造材料関連） 構造材料研究拠点 澤田 浩太 構造材料研究拠点 木村 一弘	10
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	14
ヨーグルト中の乳酸菌数計測の標準化に向けた取り組み エネルギー・環境材料研究拠点 中尾 秀信	16
高温超伝導線の臨界電流測定方法 国際 RRT (VAMAS TWA 16) から標準発行 (IEC TC 90) まで 機能性材料研究拠点 技術開発・共用部門 西島 元	19
走査型プローブ顕微鏡を用いた定量表面ナノ形状計測におけるプレ標準化研究と国際標準化の最近の動向 先端材料解析研究拠点 藤田 大介	22

## 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
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	34
高温破壊試験法の標準化 構造材料研究拠点 田淵 正明	35
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	36
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	37
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	38

省エネルギー等国際標準開発事業「高温破壊試験法分科会」における貢献 構造材料研究拠点 早川 正夫	39
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	40
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	41
バイオミメティックスに関する標準化 構造材料研究拠点 細田奈麻絵	42
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	43
無機繊維材料の in vitro 生体溶解性評価法試験条件の確立 機能性材料研究拠点 山本 玲子	44
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	45

# 材料標準化活動に関する最近のトピックス



## トピックス

## TWA24 における高容量積層セラミックコンデンサ 信頼性評価法の標準化活動

安達 裕<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>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コンデンサ（MLCC）は、現在使用されている電子機器の多く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まだなされていない。今後、車載応用や航空宇宙応用が進展していくと、MLCC の信頼性に対する要求はますます強くなることが予想される。この現状を踏まえ、VAMAS の技術作業部会 TWA24 の標準化活動の一環として、MLCC 信頼性評価法・解析法の標準化案の作成が 2016 年より日本国内で行われてきた。現在、この標準化案を用いた国際ラウンド・ロビン・テスト(RRT)が進行中であり、その結果がまとまりつつある。本稿では、この国際 RRT が開始されるまでの経緯と、この国際 RRT で用いられている信頼性評価法を紹介する。

### 1. はじめに

高容量積層セラミックコンデンサ（MLCC）は、現在、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、雑音の抑制や電圧の安定化などのために使用されている。MLCC は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、静電容量の向上と小型化が図られている。MLCC の世界シェアの 50%以上が日本企業で占められており、日本が非常に強い分野である（図 1）。

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<sup>2)</sup>。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。今後の電気自動車の普及や自動運転の高度化により、より多くの MLCC が車載用として使用されると思われるが、車載用 MLCC には一般の電子機器よりも高い信頼性が要求される。従って、MLCC 信頼性評価法が標準化されることは、MLCC メーカーおよびユーザー双方にメリットがあると思われる。

### 2. TWA24 における標準化活動

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。この

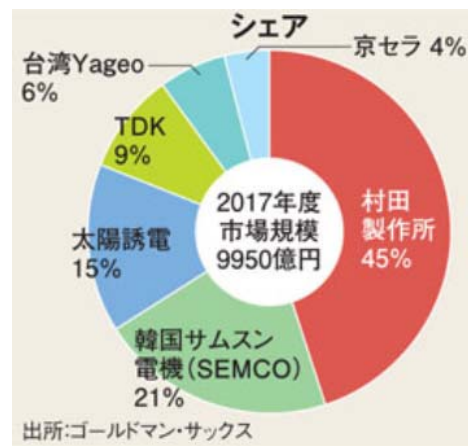


図 1 MLCC の世界シェア<sup>1)</sup>

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、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。

本委員会で数回の国内ラウンド・ロビン・テスト (RRT)が行われ、寿命予測に違いをもたらす原因が洗い出された。その結果、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、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 が承認されるに至った。その後、国際 RRT への参画機関を募り、MLCC 信頼性評価委員会に参画していた日本企業 4 社に加え、Samsung Electronics C (韓国)と Yageo/KEMET(台湾/米国)の 2 社が参加することになった。2019 年 8 月に、参加企業に測定手順書と

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

同一ロットの村田製作所製 MLCC (22 uF and 1608 mm chip size) が 1000 個ずつ送付され、国際 RRT が開始された。現在、参画企業から送付されてきたデータのとりまとめ作業中である。

### 3. MLCC 信頼性評価法

次に、今回提案した MCLL の信頼性評価法について説明する。MLCC に求められる信頼性には様々なものがあるが、本 RRT で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、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。今回の RRT では、初期電流値の 100 倍の電流値に達するまでの時間を MLCC の寿命と定義した。

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。今回は図 2 に示す 5 種類の測定条件下で、それぞれ 100 個のサンプルを用いた加速試験が行われた。得られた結果はワイブル統計解析され<sup>3)</sup>、それぞれの測定条件下での平均寿命が算出された。

5 種類の温度・電圧条件下で測定を行う理由は、実際の使用温度、電圧下での寿命を求めるために必要なパラメーター、電圧加速定数と活性化エネルギーを求めるためである。実際の使用温度、電圧下での寿命を求めるためには、以下に示すアイリング・モデル式が用いられる<sup>4)</sup>。

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

	6.3 V	9.5 V	12.6 V
140 °C		✓	
150 °C	✓	✓	✓
160 °C		✓	

図 2 本国際 RRT で用いた MLCC の測定温度と印加電圧条件

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。この式からわかるように、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、

電圧加速定数と活性化エネルギーが必要となる。それらを求めるために、図 2 で示したような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。各条件で得られた平均寿命と、電圧および温度の逆数との片対数グラフを作成すれば、電圧加速定数と活性化エネルギーを算出することができる。これらパラメーターを(1)式に用いることにより、任意の温度での製品寿命の算出が可能となる。

今回の国際 RRT では、5 種類の測定条件下で得られた製品寿命のワイブル統計解析結果(形状パラメーター、尺度パラメーター)、実験結果から算出した電圧加速定数、活性化エネルギー、および基準条件(85°C, 6.3V)での製品寿命を、各機関から送付してもらい、それらを比較・検討することで提案した信頼性評価法・解析法の妥当性を評価することにした。

### 4. まとめ

本稿では、現在実施されている国際 RRT について簡単に述べた。現在までに送付されたデータを見てみると、電圧加速定数および活性化エネルギーの参加機関間でのばらつきは約 6%と比較的小さく、今回提案した評価法が有効であることが示唆されている。今後、回収したデータの解析・検討を進め、Vamas Report として報告する予定である。

### 文 献

- 1) <https://diamond.jp/articles/-/182178>
- 2) JIS C 5101-22: 2014, IEC 60384-22: 2011.
- 3) JIS R 1625: 2010.
- 4) 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

## ISO/TC 150 (外科用体内埋没材)

菊池 正紀

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 との関係や他の TC との積極的な関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 との関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 および 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、2020 年 8 月 15 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 8 つの Working group (WG, 作業部会) と、6 つの Subcommittee (SC) を持っている。増えた WG は TC 261 Additive manufacturing との Joint Working Group 1 であり、大阪大学の村瀬康平氏が TC

150 側のコンビーナに就任している。もう一つは WG 8 であり、休止中であったものが再起動した形になった。

全体の議長 (chair) は米国 Food and Drug Administration (FDA) の Hany Demian 氏が務めている。また、幹事国であるドイツより委員会マネージャー (CM) 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团长は 2020 年 4 月より筆者が務めることとなった。

本年は COVID-19 のパンデミックにより、全てがオンライン会議か中止となった。TC 150 年次総会は開催地を深圳 (中国)、Plague (Czech) と変転した後中止が決まったが、本稿で扱う SC 1, SC 7, WG 14 はオンライン会議にて開催された。

## 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。本年は 10 月 28 日 (水)、29 日 (木) の日本時間 21 時 00 分から 23 時 00 分まで、ブラジル (3 名)、フランス (1 名)、ドイツ (2 名)、日本 (4 名 + ゲスト 4 名)、韓国 (1 名)、スイス (1 名)、イギリス (2 名)、アメリカ (7 名 + ゲスト 8 名) の 8 か国から 31 名が参加してオンラインで開催された。本年討論された標準関連文書 6 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 1 件

表 1 ISO/TC 150 の組織

JWG 1	Joint ISO/TC 150 - ISO/TC 261 WG: Additive manufacturing in surgical implant applications
WG 7	Fundamental standards
WG 8	Breast Implants
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

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

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り、今年も全てが筆者の関連案件のみ討論された。

昨年の Lund 会議で将来提案として京セラの池田潤二氏が前出ししたインプラントの抗菌性試験に対して、米国の John Rose が米国の抗菌性関連タスクフォースがまとめた内容のプレゼンテーションがあった。これらの内容について討議し、本案件は TC 150 直下に抗菌性インプラントの WG を立ち上げ、そこで討議することで合意した。そのコンビーナは池田氏が務める予定である。

「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、どちらもプレコンサルテーションが一応終わっているが、文書の再修正後、再度プレコンサルテーションにかける予定。

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る。投票にかけられる状態まで文書の改訂は進んでいたのだが、書式に不備があることから、それを改訂するまで投票はお預けとなった。COVID-19 のため全ての文書に延長が認められるはずなので、基本は延長と言うことで話がまとまったが、万一延長が認められなかった場合は取下→再起動し早めに投票にかけることに決まった。

ISO/DIS 18531 は骨ペーストに関する標準試験法であるが、PL の浅岡伸之氏 (ホヤテクノサージカル) から修正文書について説明があったが、回覧する時間が不足していたこともあり、small task force を組織して改訂を進めることとなった。TF の目的は修正した文書の CD 投票である。(いきなり DIS で再始動という案は時間が経ちすぎたため、理解が得られなくなっているが、修正の方向次第ではまだ可能性はあると考えられる) 本案件は PWI 登録された。

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 の橋本雅美氏 (JFCC) が Scope の修正案について説明したが、反対派を納得させるには至らなかった。議論の結果、本文も含めて大幅な修正無しでは IS として成り立たないと結論になったため、改定のための Small task force を組織することとなった。とりあえず、PL は SR 時の米国コメントに対応するような修正を加えたドラフトを作成し、TF に回覧して投票を目指すことになったので、国内でさらに TF を編成して改定作業を進めている。

## 2.2 SC 1/WG 4 (金属)

SC 1/WG 4 は英国の Andy McCabe 氏がコンビーナを務めている。本年は WG 4 は 10 月 26 日 (月) と 27 日 (火) の日本時間 21:00 から 23:00 まで、ブラジル (3 名)、フランス (2 名)、ドイツ (1 名)、日本 (3 名)、韓国 (1 名)、スイス (1 名)、イギリス (2 名)、アメリカ (10 名+ゲスト 3 名) の 8 か国から 21 名が参加して開催された。

(1) ISO/WD 5832-3, Implants for surgery — Metallic materials — Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy

(DIS 投票中) 2019-09-18 からの SR コメントが改定案に反映されていないので、もう一度チェックして得コメントを出して欲しいとの案内があった。今進んでいる DIS 投票を止めて新規改定文書で投票を再開することが、コミッテーマネージャに支持されなかったためである。

(2) ISO/SR 5832-5, Implants for surgery — Metallic materials — Part 5: Wrought cobalt-chromium-tungsten-nickel alloy

CD 投票時のコメントを確認して回答した。DIS 投票用に改定されたドラフトができ次第、ISO/CS に送付される予定である。Form 8A はコメントおよび改定されたドラフトとともに回覧される予定である。

DIS 投票に進むことで合意された。

(3) ISO/CD 5832-6, Implants for surgery — Metallic materials — Part 6: Wrought cobalt-nickel-chromium-molybdenum alloy

CD 投票時のコメントを確認して回答した。DIS 投票用に改定されたドラフトができ次第、ISO/CS に送付される予定である。Form 8A はコメントおよび改定されたドラフトとともに回覧される予定である。

DIS 投票に進むことで合意された。

(4) ISO/DIS 9584, Implants for surgery — Non-destructive testing — Radiographic examination of cast metallic surgical implants

(DIS 投票中) CD 投票時のコメントを確認した。

米国から、米国コメントが WG 内で議論されないまま DIS 投票に進んでしまったことに不満が表明された。

昨年度以降に ASTM F629-20 が発行されているが、PL は、以前説明された ASTM F692-15 (これが ASTM

F692-20 によって置き換えられた)と実質的な変更はないことを確認している。他の点が米国エキスパートから指摘されない限り、4.2.2 および 4.2.3 に存在する ASTM の著作権に関する修正の問題を除き、4.1 の改善した補足を特定している。この補足は ASTM F629 との調和を進めるためにより適切な文言を導入したものである。

これらを鑑みて、最終的に DIS に進めるかどうかの決定は、PL、コミッティマネージャ、SC 1 議長が検討することとした。著作権の問題を整理するために、コミッティマネージャは、ISO9584 の以前の版と現在の DIS との比較を提供することとなった。メンバーは、最後の ISO 公開バージョンの規格からの変更点の検討も含めて、DIS 投票中に詳細にコメントすることとした。

#### (5) ISO/AWI 15374, Implants for surgery — Requirements for production of forgings

PL の Karen McKinlay は今回参加しなかった。氏より、2020 年 11 月に最初のドラフト回覧が予定されているが、プロジェクトはこれまでのところ予定された目標日を達成できていないと報告があった。

また、SR コメントにおける「F620, F621, F799, F961 などの ASTM 材料固有の鍛造規格と比較して、ISO 15374 をレビューすることを推奨する。それによって内容の類似点、相違点、矛盾点を特定し、その評価に基づいて、ISO 15374 で推奨されている一般的な鍛造要件の有用性について判断を下し、改訂を開始する前/新しいドキュメントを準備する前に重複をチェックする必要がある」は重要であることから、ASTM 文書のチェックのためにプロジェクトを PWI に戻し、このチェックの終了後、ISO15374 を改訂することが最善であるかどうかを決定することが合意された。

#### (6) Duplication report: ISO 9853, Implants for surgery — Non-destructive testing — Liquid penetrant inspection of metallic surgical implant

Gary Fischmann が、ISO 9583 / ASTM629-5 の行動計画テンプレートについて口頭で紹介した。

2019 年の Lund 会議で ISO 9583 が確認されているので、現在、ISO 側からのアクションは必要無いことが確認された。

Larry Kay が、ISO と ASTM の関係強化を図るため、現在の行動計画テンプレートを ASTM のグループに提出して、改訂進行中の ASTM 文書を検討するように

依頼することを提案し、エキスパートが同意した。

#### (7) 今後の SR について

来年 SR になる予定の ISO 5832-1:2016 と ASTM F138-13a, ISO 5832-7:2016 と ASTM F1058-1 は重複確認をすることになるので、可能なら先行して重複確認を進める。SC 1 の全ての規格は、SR に供される前には ASTM 文書との重複確認ができない。また、重複をどういう形で報告するかということについても議論があり、重複 TF でさらに議論されることになった。

また、同等の手順が ASTM でまだ確立されていないことが報告され、ASTM では ISO 規格との比較と検討を実装するための最初のステップが実行された。

### 2.3 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。本年は 10 月 30 日(金)の日本時間 21:00 から 21:00 までブラジル (3 名)、フランス (2 名)、ドイツ (1 名)、日本 (3 名)、韓国 (1 名)、イギリス (2 名)、アメリカ (9 名)、スイス (1 名) の 8 カ国から 22 名の参加者を集めてオンライン開催された。

ISO/PWI 5834-2 は ASTM F648 が改訂中であること、また、UHMWPE の脂質 pre-conditioning による加速試験の標準手法を作成中であることから、これらの ASTM の作業が終わり次第、重複確認を含めた最終アクションプランを作成することとなった。

ISO 14949 について Marie Ange Roux 氏が改定すべき最も重要なトピックを総括した。本案件は PWI に登録して WG 5 で進めることとし、ASTM との重複確認を Jon Moseley と Heitor Neto Luz が進めることとした。また、活動が再開した WG 8 に本標準に関する情報を流し、場合によっては文書も回覧することとした。また、SC 1 全体にエキスパートを募集し、Marie Ange Roux を PL、Jon Moseley と Heitor Neto Luz をメンバーとするプロジェクトチームを組織することとなった。

ISO/SR 5833 と ASTM 451 の重複について米国の Hany Demian 氏が報告を行った。ISO と ASTM の調和について全般的な討議が行われ、調和のための task force で検討を続けることとなった。また、重複を解決するため、ISO 5833 を PWI 登録することとした。PL は Hany Demian, Boopathy Dhanapal, Karen McKinlay である。

スイスの Boopathy Dhanapal 氏が比較材料リストのレビュー (Polyamide, Polyether Imide, PPHS) を行い、器具材料の基準がないため、インプラントの移植に使

用される器具材料を標準化する必要があると報告した。Boopathy Dhanapal, Jon Moseley, Heitor Neto Luz の 3 氏がプロジェクトグループを組織し、次回の WG 5 会議で本件に関して報告することとなった。

#### 2.4 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、11 月 5 日 (木) の日本時間 21:00 から 23:00 まで、ブラジル (3 名)、フランス (1 名) ドイツ (1 名)、日本 (4 名)、イギリス (2 名)、アメリカ (7 名)、インド (1 名) の 7 カ国から 19 名の参加者を集めて開催された。

本年は、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。

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、特に金属材料やプラスチック材料に関しては新規提案はほとんどないが、ブレストインプラントの WG が活動を再開したり、JWG1 で外科用埋没材の Additive manufacturing の討議が始まっていることなどから今後の展開に注意が必要であると考えている。さらに、抗菌性インプラントに関しては SC 1 発で日本が WG のコンビーナを獲得できそうなど、更に日本の活動が活発になりつつあると考えている。

#### 2.5 SC 7 (組織工学製品)

SC 7 は米国の Carolyn Yang 氏が議長を、国衛研の中岡竜介氏が CM を務めている。一方、前議長の David Kaplan 氏は WG 1 のコンビーナを務めることとなった。本年は日本時間 10 月 26 日の 21:15~24:08 に開催されたため、完全に SC 1/WG 4 会議と重なったため筆者の出席はかなわなかった。

ISO/NP TS 24560-1 は再生軟骨の MRI による評価法であるが、投票の結果を踏まえて、CD 作成のための会議を 12 月前半に開催することとなった。

2019 年の Lund 会議で産総研の廣瀬志弘氏が前出しした「バイオセラミックス上への細胞播種方法」については 2021 年 3 月を目処に原案を作成してプレコンサルテーションを行うこととなった。

中国から提案の 2 案件「脱細胞化マトリックス中の残存 DNA の定量法」、「液クロ-質量分析による牛から抽出した I 型コラーゲンの定量方法」については、コメントに対応した文書を 2021 年 3 月を目処に NP 投

票することに決まった。

#### 2.6 WG 14 (体内埋没材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。TC 150 の中で最もオンライン会議を開催している WG であり、年次総会も 10 月 23 日 (金) に開催した。

解剖学的合成骨モデルの試験法の WD 22926 は、2021 年 8 月に CD 投票を開始するための改定作業に入っている。

ロードマップの見直し等、今後の 6 週間ごとのオンライン会議を進めていく予定である。

### 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 名はかわらないものの、コンビーナが 4 名と 1 名増えており、さらなる日本人議長 (TC のみならず SC) の獲得を目指して行くとともに、他国と比べて科学的にも妥当性の高い、新しい視点からの日本提案を今後とも継続的に進めていきたい。



## トピックス

## VAMAS SC-45 オンライン会議に参加して

北澤 英明<sup>1,2\*</sup><sup>1</sup>総務部門競争的資金室,<sup>2</sup>エネルギー・環境材料研究拠点液体水素材料研究センター

VAMAS は 1982 年の G-7 ベルサイユサミットにおいて合意された先進材料の前標準化に関する国際標準プロジェクトとして設立された。世界的猛威を振るっているコロナ渦にあるものの、2020 年 9 月の VAMAS SC-45 オンライン会議 (2020 年 9 月 30 日～10 月 2 日) が無事終了した。現在の VAMAS の活動の全体像を知っていただく目的で、VAMAS 運営会議総会の概要を紹介する。

## 1. はじめに

NIMS 国際標準化委員会事務局及び、VAMAS (新材料及び標準に関するベルサイユプロジェクト) 国内対応委員会事務局に係わり始めたのは、筆者が定年 3 年前に経営戦略室に併任になった際に、事務局が経営戦略室にあったことで、たまたま前任者の松波氏に誘われ、事務局のお手伝いをしたのが始まりであった。定年後、経営戦略室から現在の競争的資金室/エネルギー・環境材料研究拠点に移ってもそのまま続けている。残念ながら、これまで自分自身で標準化自体には係わる事はなかったが、この数年間のうちに、VAMAS の事務局として文科省や経産省、あるいは、学協会で VAMAS 活動の宣伝をしている中で、様々な方々と知り合いになるうちに、門前の小僧よろしく、標準化の重要性がわかってきたと感じている。今回は、VAMAS Steering Committee meeting (VAMAS 運営会議総会) に関して、事務局目線で書かせていただく。

## 2. VAMAS 運営会議総会の概要

VAMAS 自体は 1982 年の G-7 ベルサイユサミットにおいて合意された先進材料の前標準化に関する国際標準プロジェクトとして設立された。日本は発足当時から参加していた。既に 40 年弱の歴史を持っており由緒正しき国際標準プロジェクトとなっている<sup>1-3)</sup>。

VAMAS SC(運営会議)総会は年に一度、各国の代表者が一堂に会して、1 年間の各 TWA (Technical Working Area, 技術作業部会) の活動報告や ISO TC229 (ナノテクノロジー) や Asia Pacific Metrology Program (APMP)

等のリエゾン機関の活動報告、オーストラリア、英国、中国、イタリア、日本等代表国/機関における各地域の報告(Regional report)、新規 TWA 提案や各 TWA の新規プロジェクト提案、不活発な TWA の廃止、次回以降の SC 総会の開催地の承認、議長の交替等が議論される場であり、VAMAS としては最高の意思決定機



図 1. VAMAS SC-45 参加者人数の分布



図 2. VAMAS SC-45 参加者の写真(一部)。筆者と藤田委員長の写真は左上。

\*E-mail: KITAZAWA.Hideaki@nims.go.jp

関となっている。

筆者は、この VAMAS SC 総会には、ドイツ連邦材料研究所 BAM(ベルリン, ドイツ)で開催された第 43 回 SC 総会 (2018 年 6 月 25 日 (月) ~6 月 29 日(金)), アメリカ国立標準技術研究所 NIST(ボールドー, 米国)で開催された第 44 回 SC 総会 (2019 年 5 月 22 日(水) ~5 月 24 日(金)) 及び、第 45 回 SC 総会 (オンライン会議, NIST 主催, 2020 年 9 月 30 日(水)~10 月 2 日(金)) に日本事務局メンバーの一人として参加させていただいた。図 1 に VAMAS SC-45 にオンライン参加したメンバーの分布を示す。本来ならば、SC-45 は 2020 年 5 月に日本の東京お台場で開催する予定で準備を進めていたが、新型コロナウイルス (COVID-19) が昨年 2 月以降、世界中で大流行し始めたために、日本開催は 1 年後に延期となり、SC-45 は VAMAS 史上、初めてのオンライン開催となった。

VAMAS の加盟国は現在、14 ヶ国+2 つの地域及び共同体となっており、各国から選ばれたメンバーが SC に参加する事になっている。図 2 にオンライン参加のメンバー(一部)の写真を載せた。主催者より延べ 46 名の参加者があったとの報告があった(SC-44 では 29 名の参加者)。SC-45 には日本側から 5 名 (藤田委員長 (NIMS), 藤本委員(AIST), 田淵委員(NIMS), 鶴見委員 (東工大), 筆者) が出席した。主催者の NIST とは大きな時差があるため、日本の場合は夜時間帯 20:00-22:00 での参加となった。

図 3 に 2021 年 1 月現在の VAMAS の組織図を示す。長らく SC の議長は、NPL(英)と NIST(米)が交替で行っていたと伺っているが、SC-43 の時に BAM(独)の Dr. Pedro D. Portella 氏が議長となった。残念ながら SC-43 の開催後に都合で退任され、途中から NIST(米)の Dr. Michael Fasolka 氏が議長を引継ぎ、SC-44 及び、SC-45 でも議長を務められた。SC-45 で、NPL(英)の Dr. Fernando Castro 氏が議長、Sam Gnaniah 氏が secretary

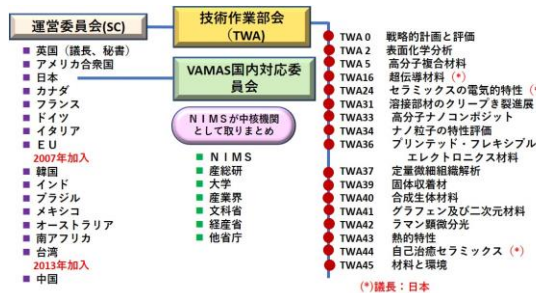


図 3. VAMAS の組織図 (2021 年 1 月現在)

に交替することが承認された。

長い歴史の中で、TWA 自体の栄枯盛衰があり、所々番号の抜けた TWA が永久欠番となって常に進化し続ける TWA となっている。従って TWA2(表面化学分析)は最古参の一つでありながら、今でもアクティブに活動をしている TWA である事がわかる。

今回の SC-45 では、Dr. Michael Fasolka 氏から TWA の枠組みの中で、安定した説明責任のある作業機関を設立し、VAMAS 戦略計画を作成して定期的に更新し、活動の影響を定期的に評価する TWA 0 (Strategic Planning and Assessment, 戦略的計画と評価)の提案がなされ、全会一致で承認された。TWA0 内に 4 つのプロジェクト (①Leadership engagement, ②Historical impact assessment, ③Strategic planning, ④Database) を含んでいる。

ちなみに、①TWA2(表面化学分析), ②TWA16(超伝導), ③TWA24(セラミックス電気特性), ④TWA31(溶接部材のクリープ), ⑤TWA44 (自己治癒セラミックス) は日本が主に先導している TWA である。詳しい活動内容は、本総覧を参照されたい。

さらに TWA45 は、昨年の SC-44 で新しい TWA (環境マイクロ・ナノプラスチック) として提案があったが、関係者の討議の結果、Materials and Environment (材料と環境) という名前で承認された。一方、TWA32 (Modulus Measurements, 弾性率測定)に関して、最近の活動が不活発という理由で廃止が決まった。

2021 年は日本開催(場所, 日程は未定), 2022 年はトリノ (イタリア) で開催されることが、SC-45 で承認された。早急に新型コロナウイルスが沈静化する事を願うばかりである。

### 3. まとめ

総会に出席するたびに、いくつか感じることもある。

第一に、TWA の柔軟性だ。例えば、TWA40(合成生体材料)での COVID-19 類似のウィルスの計測方法の標準化のプロジェクトや、TWA2(表面化学分析)におけるデータフロー・メソッドに関する新しいプロジェクト、TWA45 (材料と環境)における海洋汚染の問題となっているマイクロプラスチックの計測・評価法のプロジェクトなど、社会ニーズに対応した話題に果敢に挑戦しようという姿勢には、常に驚かされる。

第二に、米国、英国、中国からはベテランの研究者も参加するが、後継となる若手の研究者も参加してい



ることだ。我が国を振り返ってみると若手の参加者が少ないことを危惧している。

第三は、このような国際舞台で積極的に自分自身の意見を英語で堂々と述べるスキルが（筆者も含めてであるが）日本人全般に欠落していることをひしひしと感じる点である。総会出席者のほとんどがそれぞれその道の専門家であり、一般的に日本人研究者も国際会議等で話す機会が約 30 年前に比べて圧倒的に増えてきている。しかし、荒削りな発音であっても中国代表団が堂々と主張する交渉能力には見習うべきものがある。そのためにも、さらなる精進を重ねたい。標準化は人間社会の利便性向上のため、人間が作り上げるものであり、最後は人と人とのつながりがものをいう世界だからである。

## 文 献

- 1) VAMAS HP: <http://www.vamas.org/>
- 2) VAMAS Japan HP: <https://www.nims.go.jp/vamas/>
- 3) 金尾雅雄, 新居和嘉, 新谷紀雄: 鉄と鋼, 74, 207 (1988).

## トピックス

## JIS/ASME 等活動（構造材料関連）

澤田 浩太<sup>1\*</sup>・木村 一弘<sup>2</sup><sup>1</sup>構造材料試験プラットフォーム，構造材料研究拠点<sup>2</sup>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、緒形特別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元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。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。

## 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

\*E-mail: SAWADA.kota@nims.go.jp

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して、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<sup>1)</sup>。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<sup>2)</sup>。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<sup>3)</sup>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。

2020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、戸田佳明積層スマート材料グループ主幹研究員が材料専門委員会傘下の材料規格統合化分科会のオブザーバとして、規格策定活動に参画している。さらに、田淵正明上席研究員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つて、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 Alloys, 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

## 高温破壊試験法の国際標準化

田淵 正明<sup>1\*</sup>・早川 正夫<sup>2</sup><sup>1</sup>構造材料研究拠点<sup>2</sup>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た新規規格 (ISO 4596) を提案し、ISO/TC164/SC1 において審議を行っている。

## 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部材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<sup>1)</sup>、ISO/TTA 5: 2007(E)<sup>2)</sup>の作成を行った。

石炭火力発電プラントは CO<sub>2</sub> 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で複雑になり (高温高圧、多軸応力、起動停止など)、寿命予測技術の開発と標準化が求められている。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、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・成長のラウンドロビン試験 (RRT) を実施した。RRT の結果に基づき、ISO 規格を NP 提案し、登録された。現在 ISO/TC164/SC1 において審議を行っている。本研究により、USC、A-USC プラント用高温構造部材

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、繰り返しに伴う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°C 級の USC プラントでは、9~12% の Cr を含有する高 Cr 耐熱鋼 (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 耐熱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<sup>3), 4)</sup>。研究結果をふまえて、ASTM E1457 規格の改訂を行った<sup>1)</sup>。

700°C 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

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



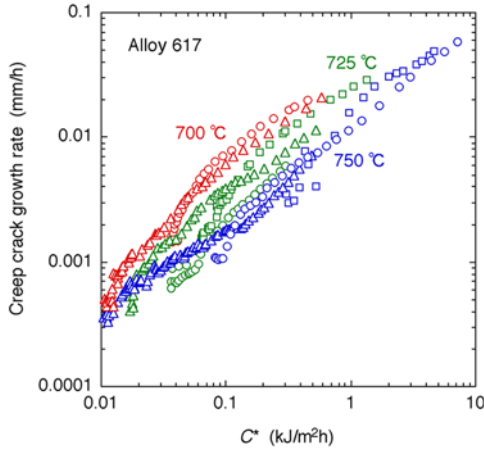


図 1. Alloy 617 のクリープき裂成長速度

メータ ( $C^*$ ) の関係を図 1 に示す。700°Cでは、750°C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 耐熱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ことと、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、この試験はほとんど行われていない。TWA31では、高 Cr 耐熱鋼、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 を実施した。環状切欠試験片に、引張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、9Cr 鋼 (Gr.91 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。

図 3 は、Alloy 617 について、同様の試験を行った結果である。750°Cでは700°Cよりもき裂の成長速度が速いが、750°Cではクリープ損傷が大きくなるためである。また、保持時間が長くなるとクリープ損傷が大きくなるため、き裂の成長速度が加速することがわかる。

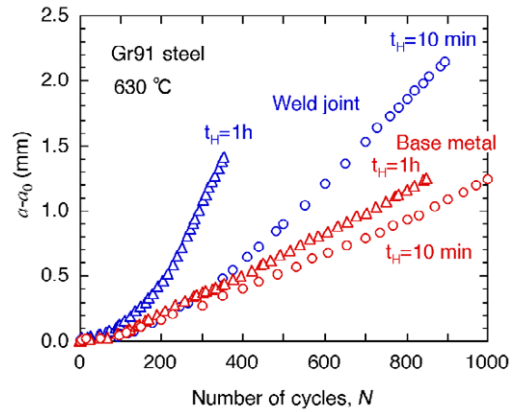


図 2. 9Cr 鋼の母材と溶接継手のクリープ疲労き裂長さとし繰り返し数の関係 (630°C)

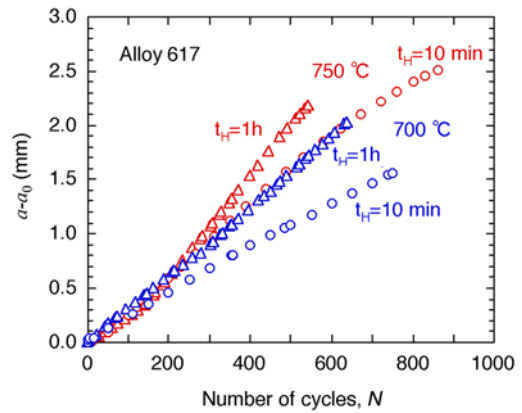


図 3. Alloy 617 のクリープ疲労き裂長さとし繰り返し数の関係 (700°C, 750°C)

## 4. ISO 規格の提案

上記の VAMAS TWA31 の活動成果について ISO/TC164 (金属の機械試験) の国際会議で講演し、試験規格案を提案した。NP 投票の結果、ISO 4596 “Metallic materials - High temperature creep/fatigue crack growth testing method” として登録され、規格化に向けて ISO/TC164/SC1 で審議が行われている。

## 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.

## トピックス

## ヨーグルト中の乳酸菌数計測の標準化に向けた取り組み

中尾 秀信<sup>1\*</sup><sup>1</sup>水素材料制御グループ，エネルギー・環境材料研究拠点

発酵乳製品は乳酸菌等の微生物を利用しており、整腸作用などの効果が期待されている。その評価においては、乳製品に含まれる乳酸菌数が指標とされることが多いため、発酵乳製品から乳酸菌を高収率に回収することが必要となっている。本トピック記事では VAMAS TWA40 の合成生体材料における標準化活動の取り組みとして、市販ヨーグルト中から簡単かつ迅速に乳酸菌を分離回収するプロトコルを開発し、そのプロトコルを用いた乳酸菌数計測の標準化に関する最近の取り組みを紹介する。

## 1. はじめに

ヨーグルトを始めとする発酵食品に含まれる乳酸菌を摂取することによる健康増進効果は古くから知られており、特に生きた乳酸菌やビフィズス菌はプロバイオティクスと呼ばれ、生体に良い影響をもたらすと考えられている。国連食糧農業機関 (FAO) および世界保健機関 (WHO) によって定められたヨーグルトの厳密な定義によると、「ヨーグルトとは乳及び乳酸菌を原料とし、ブルガリア菌とサーモフィルス菌を含み、その発酵作用で作られた物」と定められている<sup>1)</sup>。日本における乳等省令では「発酵乳」(乳等省令 2 条 39 項) のことであり、1ml あたりの乳酸菌、または酵母菌が 1000 万個以上含ものと定義されている<sup>2)</sup>。さらに特定保健食品 (特保) 認定のヨーグルトは生理的機能や特定の保健機能を示す有効性や安全性などの科学的根拠に関する審査を受けたものであり、「商品 100g 中にブルガリア菌が 10 億個以上、サーモフィラス菌が 100 億個以上入っていないなければならない」という規定がある<sup>3)</sup>。したがって各食品メーカーは出来上がった製品から抜き取り検査をして、乳酸菌の数を日々確認する必要がある。

上述した一般的な確認方法は、出来上がったヨーグルトの一定量を専用の寒天培地に植え付け、所定の温度と時間で培養させた後、培地上に出現したコロニー (乳酸菌) の数をカウントするやり方 (コロニーカウンティング) である。しかしながら通常このような検査には 2-3 日を要し、より迅速な確認方法が望まれる。一方近年は生菌ばかりでなく死菌も各種の生理効果を奏することが判明しているが<sup>4)</sup>、コロニーカウン

ティングでは死菌の培養は不可能である。したがって迅速かつ簡単に生死関わらず乳酸菌を定量する技術が実験プロトコル上必要となる。

光学顕微鏡は比較的安価な装置で、1 μm 程度の大きさの乳酸菌をはじめとする様々なタイプの微生物の観察が可能である。従来のコロニーカウンティングと異なり、迅速にその場で生菌はもちろん死菌も直接可視化できる。こうした背景のもと経済産業省は 2019 年に携帯形微生物観察器に関する日本産業規格 (JIS)、JIS B 7271 を制定した。本 JIS はスマートフォンを利用した微生物観察のための簡易検査ツールの確立を目指すものであり、食品加工施設を始め、医療施設、飲食店、教育施設など幅広い分野での活用が期待される。この JIS 認証を受けた観察器がすでに市販されている。このような観察器を用いることで、生死関わらず乳酸菌の定量が現場で迅速かつ簡単に行えることが期待される。

ヨーグルトをはじめとする食品サンプル中の微生物は夾雑物と共存しているために、微生物観察においてサンプル中から夾雑物を取り除かねばならない。特にヨーグルトの発酵過程で凝集した大量のカゼインミセル凝集体が乳酸菌と共存しており、これが遠心分離や希釈による乳酸菌の回収を妨げる<sup>5)</sup>。カゼインミセルの凝集体をホモジナイザー等で物理的に粉碎し、さらにアルカリまたは界面活性剤などの化学処理により溶解し、その後遠心分離により乳酸菌は回収できる<sup>6)</sup>。しかしながらこのような過程で回収された乳酸菌は形状上のダメージを受けることはもちろん、急激な環境変化により本来のヨーグルト中における特性とは大きく異なってしまいうだろう。一方で、免疫アッセイを利用した磁気微粒子により乳酸菌を分離回収する方法<sup>7)</sup>もあるが、使用する免疫アッセイ

\*E-mail: nakao.hidenobu@nims.go.jp

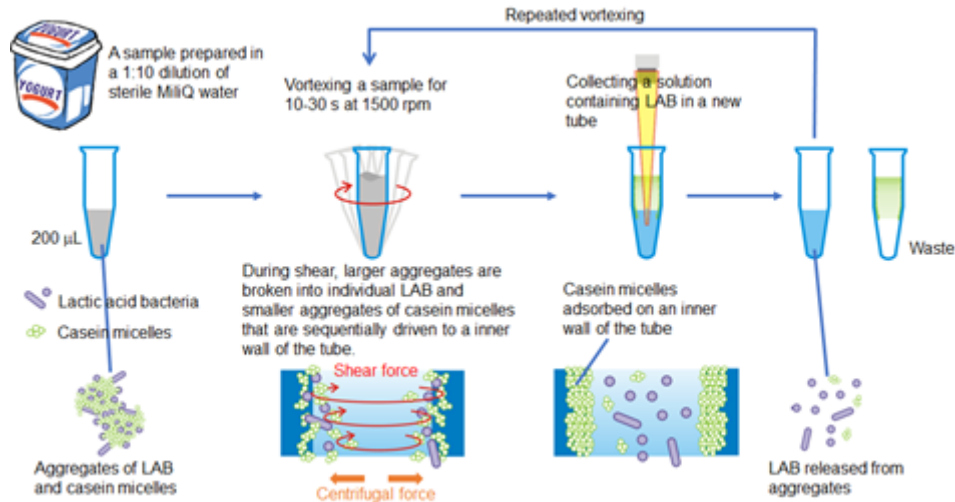


図 1. ヨーグルトからの乳酸菌回収プロトコル

キットは非常に高価である。迅速、簡単そして安価に乳酸菌を回収できる方法が現場での乳酸菌回収プロトコルとして望まれる。

本トピック記事では市販ヨーグルト中から簡単かつ迅速に乳酸菌を分離回収するプロトコルを開発し、そのプロトコルを用いた乳酸菌数計測の標準化に向けた最近の取り組みを紹介する。

## 2. ヨーグルトからの乳酸菌回収プロトコル

著者は最近、特別な機械装置の使用を伴わない、市販ヨーグルトから乳酸菌を直接分離回収する方法を開発した(図1)<sup>8)</sup>。滅菌水で1/10に希釈した市販ヨーグルトの200 µLを1.5 mL遠心チューブに採取し、ボルテックスミキサーで内容を攪拌する。ボルテックスミキサーにより発生するせん断力が大きな凝集体をより小さな凝集体と孤立した乳酸菌に分解し、それらを連続的にチューブ内壁へ追いやる。この時より小さなカゼインミセル凝集体が優先的にチューブ内壁に吸着され、結果として夾雑物量が減少した内容液が得られる。このプロセスを繰り返すことで、究極的に乳酸菌のみを含んだ水溶液が得られる。3回以上のプロセスにより、ほぼ夾雑物を含まない乳酸菌のみを含む水溶液が得られた(図2)。またこの回収プロセスに必要な時間は10分程度であり、光学顕微鏡を用いた観察手順を含めても30分から1時間以内に完了できるため、2-3日を必要とするコロニーカウンティ

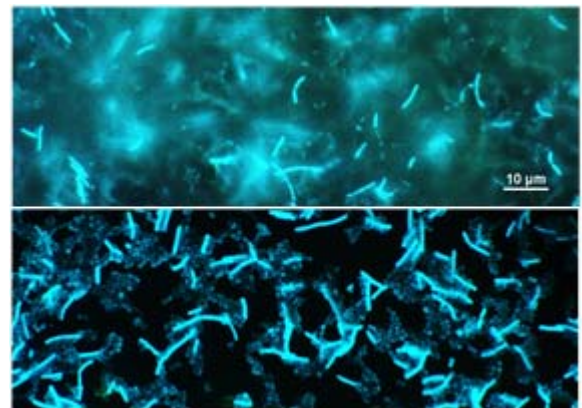


図 2. ボルテックスミキサー適用前(上)と適用後(下)のヨーグルトサンプルの蛍光顕微鏡写真

ングに比べ圧倒的に早い。

## 3. 光学顕微鏡による乳酸菌数計測と標準化に向けて

上述したプロトコルを用いることで、ヨーグルト中に含まれる乳酸菌数の直接計測が可能である。乳酸菌回収溶液を1/10から1/100程度希釈した1 µLをカバーガラス基板上に滴下し、風乾燥する。事前にカバーガラス表面を直径2mm円のパターンで親水化処理しておくことで、一定の面積内に分散し固定された乳酸菌





図3. 基板表面に固定された回収乳酸菌の蛍光顕微鏡写真（上）と同じ領域の電子顕微鏡写真（下）

サンプルが得られる（図3）。サンプルの中心部を数カ所撮影して、乳酸菌数を計測する。この結果ヨーグルト1 mL当たりの乳酸菌数はおよそ6億5000万個であった。ヨーグルト中の乳酸菌はロッド状のブルガリア菌と球状のサーモフィラス菌を含んでおり、およそそれぞれ6300万個と5億9000万個であった。またブルガリア菌とサーモフィラス菌の存在比はおよそ1:10であり、上述した特保において規定されている条件を満たしていることが分かる。

食品現場でのその場計測を考慮すると、従来の研究用生物顕微鏡の設置と使用はやや敷居が高い。上述したJIS B 7271で認定された携帯形微生物観察器は175 mm×113 mm×146 mm、重量450g（撮影用スマホスタンド含む）と小型・軽量のため持ち運び可能である（図4）。駆動電源は電池であり、電源供給による設置場所の制限を受けない。加えて画像分解能は1 μm以下であるため、個々の乳酸菌の識別が十分可能である。さらにスマホを介した撮影により、アプリケーションでの乳酸菌数計測と計測データのクラウド上への集約



図4. バクテリア・セルフチェッカー『mil-kin(見る菌)』 <https://www.mil-kin.com/product>

が瞬時に可能である。今後ヨーグルト中の乳酸菌数測定標準化に向けては、このような観察器の併用が必須であると考えられる。

### 3. まとめ

市販ヨーグルト中から簡単かつ迅速に乳酸菌を分離回収するプロトコルを開発し、そのプロトコルを用いた乳酸菌数計測の標準化に向けた最近の取り組みを紹介した。今後は観察器メーカーとヨーグルトメーカーと連携し、本開発プロトコルを用いたラウンドロビンテストの実施を検討している。

## 文 献

- 1) “Standard for Fermented Milks (CXS 243-2003)”  
<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/>
- 2) “乳及び乳製品の成分規格等に関する省令”  
<https://elaws.e-gov.go.jp/>
- 3) “乳酸菌類を含む特定保険用食品”  
[https://hfnet.nibiohn.go.jp/contents/sp\\_health\\_listA003.html](https://hfnet.nibiohn.go.jp/contents/sp_health_listA003.html)
- 4) 弘田辰彦, 生物工学, **97**, 426 (2019).
- 5) H. Li, C. Yang, C. Chen, F. Ren, Y. Li, Z. Mu, and P. Wang, *Molecules*, **23**, 1632 (2018).
- 6) T. S. Gunasekera, A. Sørensen, P. V Attfield, S. J. Sørensen, and D. A. Veal, *Appl. Environ. Microbiol.*, **68**, 1988 (2002).
- 7) M. Luciani, T. D. Febo, K. Zilli, E. D. Giannatale, G. Armillotta, L. Manna, F. Minelli, M. Tittarelli, and A. Caprioli, *Front. Microbiol.*, **15**, 942(2016).
- 8) H. Nakao, J. -D. Kim, *Anal. Sci.*, **35**, 1065(2019).

## トピックス

## 高温超伝導線の臨界電流測定方法

## 国際 RRT (VAMAS TWA 16) から標準発行 (IEC TC 90) まで

西島 元<sup>1,2\*</sup><sup>1</sup> 高温超伝導線材グループ, 機能性材料研究拠点<sup>2</sup> 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や応用技術標準化に取り組んできた。本稿では、2020 年 6 月に発行された国際標準について、VAMAS TWA 16 における国際 RRT 実施から標準発行までの概要を紹介する。

## 1. はじめに

超伝導の最も有名な性質は電気抵抗がゼロということである。オームの法則  $V=RI$  を考えれば、 $R=0$  なので、超伝導状態ではいくら電流を流しても電圧が発生しないことがわかる。そうすると、発熱  $Q=IV$  もゼロとなって、よく言われる「損失ゼロでの送電」の話につながる。実際には、超伝導状態を保つことができる電流の最大値が存在し、これを臨界電流 (critical current;  $I_c$ ) と呼んでいる。これをどのように測定するかを決めておくことは実用上重要である。測定方法が違ってしまったために測定値が異なってしまうというのは困るからである。

IEC TC 90 は、1998 年に NbTi 超伝導線の  $I_c$  測定方法に関する規格 (IEC 61788-1)、1999 年に Nb<sub>3</sub>Sn 超伝導線の  $I_c$  測定方法に関する規格 (IEC 61788-2)、2000 年に銀シース Bi-2212 及び Bi-2223 酸化物超伝導線の  $I_c$  測定方法に関する規格 (IEC 61788-3) を発行した。このうち、Nb<sub>3</sub>Sn と酸化物については VAMAS TWA 16 による国際ラウンドロビンテストが行われ、それらの結果に基づいて作成された<sup>1)-3)</sup>。

現在市販されている超伝導線は NbTi, Nb<sub>3</sub>Sn, Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub> (Bi-2212), Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10</sub> (Bi-2223), (RE)Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> (REBCO, RE=rare earth), MgB<sub>2</sub> の 6 種類 (Bi 系を一括りにすれば 5 種類) であるが、このうち  $I_c$  測定方法に関する規格が当初から発行されていたのは前節で挙げた NbTi, Nb<sub>3</sub>Sn, Bi 系の 3 種類であり、REBCO の  $I_c$  測定方法に関する規格は 2020 年に発行さ

れた。本稿では 2020 年 6 月に発行された IEC 61788-26:2020 Superconductivity – Part 26: Critical current measurement – DC critical current of RE-Ba-Cu-O composite superconductors<sup>4)</sup> の元となった国際ラウンドロビンテストから、規格化まで概要を紹介する。

## 2. 超伝導標準化の経緯

## 2.1 国際ラウンドロビンテスト

REBCO 超伝導線材  $I_c$  測定国際ラウンドロビンテストは 2014 年から計画された。まずガイドライン案を作成し、国内審議団体である IEC TC 90 超電導委員会での議論を行いつつ、VAMAS TWA 16 として予算を確保し、配布試料となる超伝導線材を調達した。線材調達にあたっては市販されていることと、生産国のバランスをとる (国産に偏らない) ことを考慮し、American Superconductor (米国)、SuNAM (韓国)、SuperPower (米国、ただし親会社は日本の古河電工)、フジクラ (日本)

表 1. REBCO CONDUCTORS FOR RRT

製造者	A	B	C	D
希土類	Y	Gd	Y and Gd	Gd
成膜方法	RABiTS /MOD	IBAD /RCE-DR	IBAD /MOCVD	IBAD /PLD
線材幅 [mm]	4.4	4.1	4	5
線材厚 [mm]	0.4	0.1	0.095	0.16
基板	Ni-5W	Hastelloy C-276	Hastelloy C-276	Hastelloy C-276
基板厚 [μm]	50-75	60	50	75
補強材	Brass	–	–	–
補強材厚 [μm]	150	–	–	–
安定化銅	–	両側	両側	超伝導層側
安定化銅厚 [μm]	–	No info	20×2	75
検査成績書 $I_c$ [A]	102	198	89	>250

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

の 4 社から線材を調達した。表中の製造者は左から American Supreconductor, SuNAM, SuperPower, フジクラであるが、試験参加機関や試験結果公表にあたっては製造者名を伏せるため、A, B, C, D とした。

本来、ラウンドロビンテストは同一試料を参加機関で回して試験を行って結果を比較するものだが、 $I_c$  測定の場合は、試験によって線材が焼損したり劣化したりする可能性があったため、同一ロットから切り出した試料をそれぞれ配布することとした。

国際ラウンドロビンテストには、日本から 6 機関 (NIMS を含む)、韓国、米国、イタリア、フランスから 1 機関ずつの合計 10 機関の参加があった (後に国内の機関に追加で依頼したため、最終的には 11 機関となった)。

$I_c$  測定では、図 1 に示すような回路を組み、電流源 (sample current source) から電流を供給しつつ電圧計 (high-sensitivity voltmeter) によって試料電圧を測定する。通常は試料に供給する電流を線形に増加させていき、試料電圧がある閾値に達したときの電流値を  $I_c$  と定義する (図 2)。試料電圧が  $1 \mu\text{V}/\text{cm}$  電界相当のときの電流値を  $I_c$  とすることが従来の規格でも採用されており、本 RRT でもこの定義を採用した。

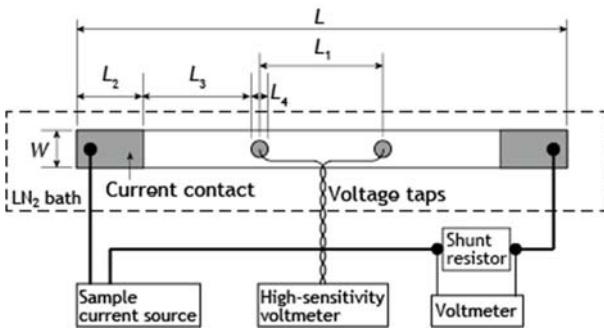


図 1.  $I_c$  測定回路

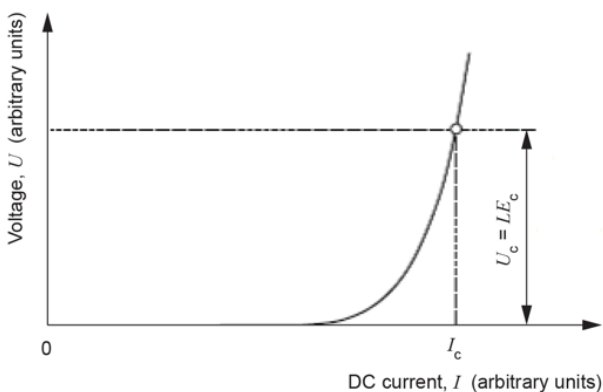


図 2.  $I_c$  測定時の典型的な電流-電圧特性

### 2.1 国際ラウンドロビンテスト結果

各機関で、各線材につき 5 サンプルずつ (つまり 5 回) 測定を行い、結果を報告してもらった。その結果をまとめたものを表 2 に示す。この表から言えることは、 $I_c$  は 3% 程度の相対標準偏差で測定できているということである。実はこの後の不確かさ解析によって、この原因の大半は線材そのものが有する不均一性に起因することがわかっており、現在市販されている線材を細かく切り分けてあちこちで試験を行うとこの程度の「ばらつき」は致し方ないとも考えることもできる。

表 2

試験回数、 $I_c$  平均値、標準偏差および相対標準偏差

Conductor ID	A	B	C	D
Number of tests (N)	50	45	50	45
$I_{c,avg}$ [A]	103.42	192.40	90.192	300.08
$X_{SD}$ [A]	3.176	4.447	2.189	5.746
$X_{RSD}$ [%]	3.071	2.311	2.427	1.915

### 2.2 不確かさ解析

2006 年に開催された IEC TC 90 の会議において、規格における統計的諸量の信頼性を向上する観点から「不確かさ」を企画に導入する方針が決議された。その後、規格の新規作成時や改訂版作成時には規格に不確かさを導入することが進められてきた。不確かさ導入については分野によって温度差があると聞いており、筆者個人としては否定的である。しかし、筆者が着任する前にすでに決定されてしまっていたことであるし、本 RRT をもとに作成される規格についても不確かさを導入することが規定路線であった。

不確かさ解析の詳細については省略するが、本 RRT の結果を解析するにあたり、電圧端子間距離や電圧計の不確かさ、液体窒素の温度など様々な因子を考察したが、結果としては、線材そのものが有する不均一性の影響が大きいことが示された<sup>4)</sup>。

### 3. 標準化までの流れ

RRT の結果をまとめ、規格としての体裁を整え、国内委員会で議論を行っているうちに筆者が文部科学省に出向することとなり、いろいろと遅れが発生することとなったが、2017 年 1 月 26 日付で新規提案を行った。これの投票結果は賛成 100% だったものの、中国、フランス、米国から合計 10 ページにも渡るコメント



が提出された。

このコメントに素早く対応し、CD（委員会原稿）を提出していればもっと早く進んだと思われるが、何せ筆者は出向中でそれどころではなかったため、結局対応したのは NIMS 帰任後となり、CD を提出したのは 2018 年 6 月になってしまった。このステージでもまた多くのコメントが提出された。特に中国からのコメントが細かかった。その後 CDV を経て FDIS になったのは 2020 年に入ってからであった。この段階では IEC 中央事務局からの細かい修正が中心であった。

最終的に規格として発行されたのは 2020 年 6 月 11 日であった。新規提案から約 3 年半で規格化されたことになる（筆者が文科省に出向していなければもう少し短かったかもしれない）が、これは VAMAS TWA 16 で実施した国際 RRT という技術的裏付けがあったことが大きいと考えている。これまでに IEC TC 90 で発行された規格の大半は VAMAS TWA 16 による RRT に基づいて作成されており、ほとんどの RRT の結果は論文化されてきた。予算的な制限が年々厳しくなり、VAMAS TWA 16 として協力できる範囲が年々狭まっていることは事実であるものの、今後も可能な範囲で協力していく。

#### 4. まとめ

VAMAS TWA 16 (超伝導材料) は活動開始以来、プ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。今後も可能な範囲で協力していく。

### 文 献

- 1) H. Wada *et al.*, *Cryogenics*, 34 (1994) 899.
- 2) K. Itoh *et al.*, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 5 (1995) 544.
- 3) L.F. Goodrich *et al.*, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 5 (1995) 552.
- 4) IEC 61788-26:2020 Superconductivity – Part 26: Critical current measurement – DC critical current of RE-Ba-Cu-O composite superconductors.  
<https://webstore.iec.ch/publication/59863>.
- 5) G. Nishijima *et al.*, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 28 (2018) 6601205.

## トピックス

# 走査型プローブ顕微鏡を用いた定量表面ナノ形状計測における プレ標準化研究と国際標準化の最近の動向

藤田 大介<sup>1\*</sup><sup>1</sup>先端材料解析研究拠点

原子間力顕微鏡 (AFM) などの走査型プローブ顕微鏡 (SPM) は材料表面における形状、物性、機能をナノスケールで計測可能な表面化学分析手法である。SPM ナノスケール計測における国際標準化のプロセスは、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 では TWA2 (表面化学分析) における SPM 分野において、国際ラウンドロビン試験などを通じたプレ標準化の国際共同プロジェクトが推進されている。対応する ISO/TC201 (表面化学分析) では SC9 (SPM) で国際標準の策定が行われている。ここでは AFM を用いたナノスケール形状計測に関して、VAMAS ならびに ISO において筆者がプロジェクトリーダーとして推進しているプレ標準化/国際標準化のプロジェクトについて最近の進展を紹介する。

## 1. はじめに

TWA 2 (surface chemical analysis) は 1982 年発足当初から現在に至るまで 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: TWA) である<sup>1)</sup>。VAMAS/TWA 2 では表面化学分析手法に関する定量性、感度、分解能等に関するプレ標準化の国際共同試験を参画研究機関間のラウンドロビン試験 (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、質量分析 (mass spectrometry)、走査型プローブ顕微鏡 (scanning probe microscopy)、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 つのプログラム分野が置かれている。筆者は現在、SPM と Data Workflow のプログラム分野の座長を務めている。

一方、ISO/TC201 (surface chemical analysis) において、SPM 技術を所掌する分科会 (sub-committee: SC) として SC9 が 2004 年に設置された<sup>2)</sup>。SPM は表面敏感であり、かつ物理的・化学的特性の多面的なキャラクター化が可能な顕微計測手法であることから、表面化学分析法の一つとして TC201 のスキームで国際標準化を推進するように位置づけられている。筆者は ISO/TC201 に対応する JISC (日本産業標準調査

会) 傘下の国内審議団体である一般社団法人表面化学分析技術国際標準化委員会 (JSCA) の代表理事ならびに ISO/TC201 年次総会への日本 (JISC) 派遣団の代表 (representative) を務めている。

本稿では筆者が担当してきた SPM ナノ計測の国際標準化活動の中で、特に AFM による定量的ナノ形状計測について、主に VAMAS/TWA2/SPM におけるプレ標準化研究と ISO/TC 201/SC9 (SPM) における国際標準規格策定の進展状況を紹介します。

## 2. SPM 国際標準化のタイムライン

SPM の国際標準化におけるタイムラインでは、最初に取り組むべき作業項目 (work item) は SPM において用いられる専門用語 (terminology) の標準化であった<sup>3)</sup>。SPM に関する略語、SPM 分野の用語の定義、接触力学に関する用語の定義と頭字語について、ISO 18115 として国際標準が発行されている。ISO 18115 に対応した翻訳 JIS 化が JSCA の SPM エキスパートを主体として行われ、JIS K 0147-2 として 2017 年に発行された。用語規格を出発点として二つの異なる方向へ国際標準化は進展する。一つは SPM 多次元計測に対応したデータフォーマット、測定データの独立可用性を高めるインフォメーションフォーマット、画像データの品質を向上させるイメージプロセッシングなどのデータマネジメントに関する方向である。もう一つは幾何学的計測のための寸法 (dimension) に関する校正

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

法、物理的・化学的特性のキャラクタリゼーションに関する校正法、さらに上記校正に必要な認証標準物質など、SPM 計測における定量化 (quantification) に関する方向である。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。標準化のタイムラインにおける目指すべきターゲットは、SPM 計測が生み出す多次元ビッグデータの処理環境やクラウド化されたデータベースが統合された SPM データプラットフォームの構築である。

### 3. AFM 像の探針形状補正のための RRT

筆者らは VAMAS/TWA2 A15 プロジェクトとして、2012 年から 2016 年にかけて “International RRT for reproducible restoration methodology for AFM topography images using probe shape function” を実施した。本 RRT プロジェクトは、探針形状関数 (probe shape function: PSF) を定量的に計測することによって、AFM トポグラフィ像を再現性良く補正する方法を確立することを目的とする。AFM を用いて試料表面の 3 次元形状を計測する際には、探針先端のサイズが有限かつ様々な形状を有することにより引き起こされる像アーティファクトの存在を無視することはできない (図 1)。特にナノスケール分解能での定量的 3 次元表面形状計測が求められる場合、PSF を定量的に計測し、原画像を適切に補正するためのガイドラインが不可欠である。AFM トポグラフィ像は探針形状関数の畳込 (convolution) 演算ではなく、数理形態学 (mathematical morphology) における dilation (膨張) と呼ばれる演算 (⊕) により表現できる<sup>4,5)</sup>。

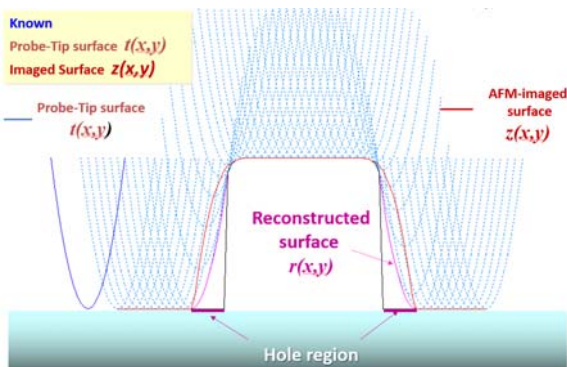


図 1. AFM 測定における探針形状効果と補正

トポグラフィ像  $z(x,y)$  は、真の表面形状像  $s(x,y)$  を探針形状関数  $t(x,y)$  により膨張演算されたものに相当

する。探針形状に起因する膨張部分を含むトポグラフィ像は、mathematical morphology における erosion (浸食) と呼ばれる演算により、近似像  $r(x,y)$  として再構成 (reconstruction) することが可能である。探針は有限のサイズを有するため、探針の最先端が表面と相互作用できない領域が存在し得ることから、再構成処理によっても補正が不可能な領域 (hole region) が付随することに注意を要する。RRT の目的は、先鋭なピーク状ナノ構造を持つ標準物質 (reference material: RM) を使用して、探針先端の形状ならびにサイズ (曲率半径) の抽出、および AFM トポグラフィ像の再構成プロトコルの有効性を評価することである。用いた RM は、スパイク曲率 2~3nm, パーティション厚さ <5nm, セルピッチ 100±10nm, 細孔深さ 40±5nm のポーラスアルミナである (図 2)。RRT に供給した AFM 探針 (PPP-NCHR, NanoWorld) の曲率半径の標準値は ~7nm である。提案されたプロトコルの有効性は、探針先端形状の適切な推定 (FE-SEM イメージングとの比較)、ならびに画像再構成の妥当性 (高さ情報の保存) によってテストされる (図 3)。

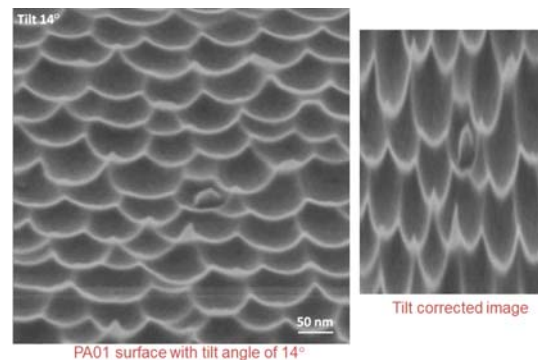


図 2. AFM 探針形状評価のためのポーラスアルミナ標準物質 (RM) のヘリウムイオン顕微鏡像

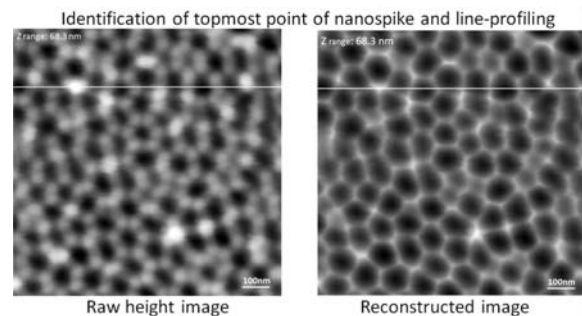


図 3. RM のトポ原画像 (左) と再構成画像 (右) 画像再構成の妥当性試験 -高さ情報の保存-

データの前処理としては、必要に応じて、単純な傾き補正およびノイズ削減を行う。画像再構成 (侵食) の高さ情報の比較結果は、侵食前後の高さの相対偏差

が無視できるほど小さいことを示しており (~0.5%), 局所的に最上部の頂点での高さ情報のほぼ完全な保存を明確に示した。探針先端の PSF はブラインド再構成 (blind reconstruction: BR) により抽出する。PSF から探針特性関数 (probe characteristic function: PCF) や先端曲率半径を抽出することが可能である<sup>6)</sup>。先端曲率半径は, AFM 測定後の FE-SEM 計測からも評価することができる (図 4)。BR により抽出した曲率半径と FE-SEM により実測した曲率半径は良い一致を示した (図 5)。これらの結果は提案したプロトコルの有用性を示している。

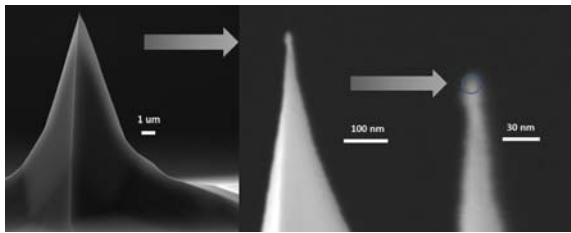


図 4. FE-SEM による探針先端曲率半径の推定

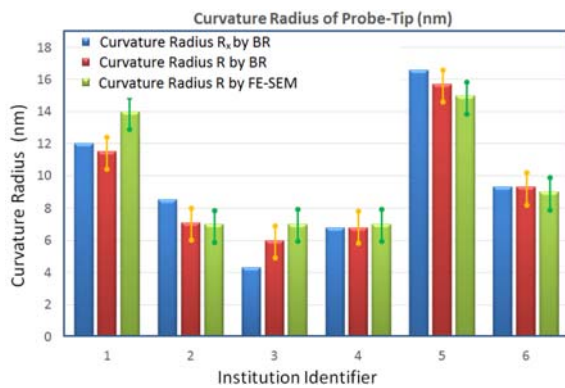


図 5. 探針形状 (曲率半径) の適切な推定の試験

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。このように, 探針形状評価ならびに画像補正のプロトコルや適切な標準物質の標準化を進めることにより, AFM による 3 次元ナノスケール表面形状計測を定量化することができる<sup>7)</sup>。本 RRT プロジェクトにより, 探針先端形状の定量的評価および使用中の探針形状を使用した画像再構成のためのプロトコルの有効性と有用性は首尾よく実証された。

#### 4. AFM 像探針形状補正のための ISO 標準化

正確な探針形状を用いて画像補正することにより, ナノデバイスの寸法や形状を定量的に評価する AFM 測長 (critical dimension: CD) 計測の高度化に資することができる。VAMAS/TWA2 の RRT プロジェクト (A15: Reproducible restoration methodology for AFM topography images using probe shape function) のテクニカルレポートに基づき, ISO における国際標準化が求められた。このような観点から, 2018 年の ISO/TC 201 年次総会の SC9 分科会において, 「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) 新規作業項目提案 (new work item proposal: NWIP) を行った。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。このドキュメントでは, AFM によって測定されたトポグラフィー像の復元の定量的手順のガイドラインを示す。AFM 像はプローブのサイズと形状が有限であるため, 画像膨張のアーティファクトを含む。この国際規格には, 使用中の AFM プローブの頂点の定量的特性評価, および実際のプローブ形状を使用した AFM トポグラフィー画像の復元が含まれる。この標準は, ナノ粒子, ナノロッド, 二次元材料, ナノ電子デバイス, ナノ構造材料, 生体材料などを含むさまざまなナノ物体の表面形態の正確な特性を抽出するために推奨される。この規格は, 業界の研究, 開発, 製造, 検査のさまざまなユーザー, および AFM 機器のメーカーに役立つ。2019 年に NP 投票が行われ, 賛成多数により AWI として採択された。2020 年にエキスパートからのコメントに基づき作業原案が作成された (WD 23729)。作業原案のコンテンツを図 6 に示す。

Contents	Page
Foreword	iv <sup>1)</sup>
Introduction	v <sup>1)</sup>
1 Scope	1 <sup>1)</sup>
2 Normative references	1 <sup>1)</sup>
3 Terms and definitions	1 <sup>1)</sup>
4 Symbols (and abbreviated terms)	4 <sup>1)</sup>
5 Mathematical morphology modeling	4 <sup>1)</sup>
6 Procedure of restoration of AFM topography images	6 <sup>1)</sup>
6.1 Introduction	6 <sup>1)</sup>
6.2 Calibration of measurement systems	6 <sup>1)</sup>
6.3 Environment requirements	6 <sup>1)</sup>
6.4 Extraction of probe-tip shape using certified reference materials	6 <sup>1)</sup>
6.5 Extraction of probe-tip shape by blind reconstruction	7 <sup>1)</sup>
6.6 Reference materials	7 <sup>1)</sup>
6.7 Probe shape characteristic and curvature radius	8 <sup>1)</sup>
6.8 Validity test for topography image restoration	8 <sup>1)</sup>
Annex A (informative) Example Studies	9 <sup>1)</sup>
A.1 General procedures	9 <sup>1)</sup>
A.2 Type of reference materials	10 <sup>1)</sup>
A.3 Extraction of probe-tip shape by blind reconstruction	11 <sup>1)</sup>
A.4 Reconstruction of height image	12 <sup>1)</sup>
Annex B (informative) Results of Inter-laboratory Comparison	13 <sup>1)</sup>
B.1 Introduction	12 <sup>1)</sup>
B.2 Results	13 <sup>1)</sup>
Bibliography	15 <sup>1)</sup>

図 6. ISO/WD 23729 のコンテンツ



この作業原案 (WD 23729) は 2020 年 9 月に開催された ISO/TC201 年次総会における SC9 分科会で報告され、その後、委員会ドラフト (committee draft: CD) 投票に付された。今後、DIS 投票に向けて、筆者がプロジェクトリーダーとして規格文書のブラッシュアップを各国のエキスパートと共に推進する予定である。

## 5. AFM によるナノ粒子サイズ計測の標準化

様々なナノスケールサイズの微粒子の商品化が進展しているなか、産業界やアカデミアから、100nm クラスのナノ粒子のサイズと形状に関する特性を AFM により定量的に評価するニーズが高まっている。このようなニーズに対応して VAMAS/TWA2 の A24 プロジェクトとして「International round robin test for guidelines for shape and size analysis of nano-particles by atomic force microscopy」が 2017 年 12 月から NIMS からの提案として採択され、国際 RRT が開始された。標準物質 RM として、平坦なシリコン基板上に単分散で配置されたシリカ製の球形ナノ粒子 (直径: 約 100nm) を用いた (図 7)。2020 年には、ベルギー、オランダなどの国立計量標準研究所 (NMI) からの RRT への追加参加要請をいくつか受け入れた。RM は真球に近く、

サイズ分布特性が良好かつ均一である。参加機関はナノ粒子の直径、高さ、トポグラフィー像ならびに探針形状データをプロトコルに従って計測する。WD 23729 に準拠した探針先端形状を用いた定量分析が進行中であり、解析結果はテクニカルレポート (technical report: TR) に含まれるものとする。追加データを含む国際 RRT 結果の解析を取りまとめた TR は 2021 年に報告されるものとする。本件は ISO/TC201/SC9 における予備的作業項目 (ISO/PWI 22130) としても認められており、2021 年以内に NWIP 用の WD および NP 申請書 (Form4) の準備を行う予定である。

## 6. まとめ

2020 年 9 月に ISO/TC 201 第 29 回総会と分科会会合がバーチャルミーティングとして開催された。SC9 分科会会合では日本からはナノ粒子計測やナノ電位計測などの新規作業項目提案が多く行われた。SPM などの先端的なナノ計測技術の標準化においては日本のアクティビティが維持されている。今後、オペランドナノ計測やビッグデータに対応したデータ駆動型計測などの標準化ニーズがトレンドとなると考えられる。産学官が協力して行う国際協働の一環として、SPM を定量的なオペランドナノ計測手法へ進化させる国際標準化活動に一層の尽力を行う所存である。

## 文 献

- 1) <http://www.vamas.org/>
- 2) <https://www.iso.org/committee/354756.html>
- 3) D. Fujita, H. Itoh, S. Ichimura and T. Kurosawa, *Nanotechnology* **18**, 084002 (2007).
- 4) D. Fujita, K. Onishi and M. Xu, *J. Phys. Conf. Ser.* **159**, 012002 (2009).
- 5) M. Xu, D. Fujita and K. Onishi, *Rev. Sci. Instrum.* **80**, 043703 (2009).
- 6) C.M. Wang, H. Itoh, J.L. Sun, J. Hu, D.H. Shen, and S. Ichimura, *J. Nanosci. Nanotechnol.* **9**, 803 (2009).
- 7) K. Onishi and D. Fujita, *Anal. Sci.*, **27**, 157 (2011).

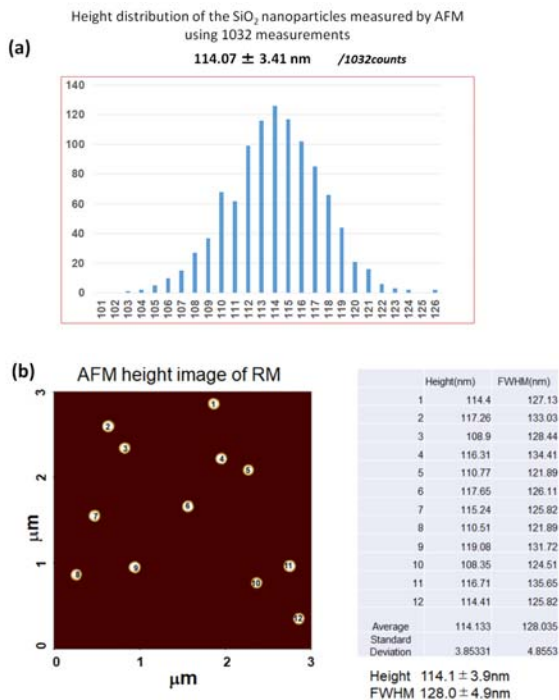



図 7. RRT に用いた 100nm 級ナノ球形粒子の実測されたサイズ分布(a)と AFM 測定例(b)

# 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(世界主要企業6社が参加)が現在進行中である。

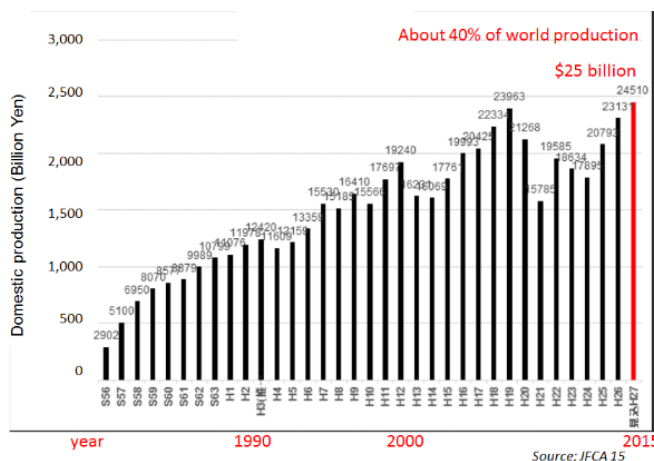



図1 MLCC の国内生産量の推移。

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次世代半導体グループ	
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。

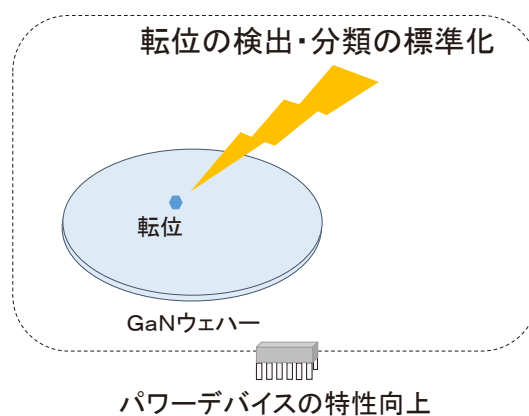


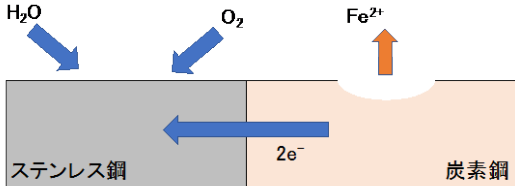



図1. GaN結晶の転位検出方法に関する国際標準化について


◆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理計測グループ	
氏名	大西桂子	
<b>◆材料標準化活動略歴◆</b>		
2020～ 走査型プローブ顕微鏡を用いた幾何学量の測定：測定系の校正方法に関するJIS原案作成委員会とりまとめ		
2016～ 表面化学分析技術国際標準化委員会SPM-WG 幹事		
2016～2019 VAMAS TWA 29 コンタクトパーソン		
2015～2017 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		
2013～2017 走査型プローブ顕微鏡で使用される用語に関する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		
<b>◆最近の材料標準化活動概要◆</b>		
<p>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(令和2年度はWeb会議で10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 사용되는用語に関する国際標準化などの活動を行っている。</p> <p>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。</p> <p>2020年度より、計測分析データ共通フォーマットおよび共通位置合わせ技術に関するJISの提案に向けて、分析機器ユーザとしての立場から、規格内容の検討を行っている。</p> <p>2020年度は、走査型プローブ顕微鏡を用いた幾何学量の測定：測定系の校正方法に関するISO規格の翻訳JIS化活動をJIS原案作成委員会事務局として委員会に出席し、とりまとめを行っている。</p> <p>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。</p> <p>獲得した外部資金</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・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)</li> <li>・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)</li> <li>・戦略的国際標準化加速事業「計測分析装置の計測分析データ共通フォーマットおよび共通位置合わせ技術に関するJIS開発」(令和2年～令和4年)</li> </ul>		
<b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b>		
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		


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◆		
<p>2018～ ISO/TC156/nWG4 国内委員会 委員</p> <p>2017～ ISO/TC156 対策委員会 委員</p> <p>2017～ ISO/TC156/nWG1 国内委員会 委員長</p> <p>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</p> <p>2015～ ISO/TC156/nWG6 国内委員会 委員</p> <p>2012～2013 JIS Z 1535酸化性さび止め紙 改正原案作成委員会 委員</p> <p>2007～ ISO/TC35/SC9/WG29 国内委員会 委員</p> <p>2005～ ISO/TC35/SC9/WG27 国内委員会 委員</p> <p>2003～ ISO/TC35/SC9 国内委員会 委員</p>		
◆最近の材料標準化活動概要◆		
<p>・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Paris, 2019年の北海道大学につづき、2020年の総会(web会議)に出席した。これまでに用語に関する技術的討論を行い、2020年にISO8044(Corrosion of metals and alloys - Vocabulary)の改訂がなされた。改訂に当たっては、これまであったINDEXを日本からの要求により復活させた。また、2020年の総会で、WG1のコンビナーより、ISO8044の改訂に向けて準備に入った旨の報告がなされた。</p>		
<p>・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、昨年度および今年度の総会で提案内容について議論している。現在、提案内容について、nWG6で最終的な検討を行っている。</p>		
<p>・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であったが、新型コロナウイルスの影響によりweb会議となった。2021年の総会はスイスが予定されている。</p>		
		
<p>アノード反応; <math>\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^-</math>  カソード反応; <math>\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-</math></p>		
<p>図 1. 異種金属接触腐食のモデル</p>		
◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆		
<p>2015～2016 JIS Z 2381大気暴露試験方法通則 改正原案の策定</p>		
<p>2013～2014 JIS Z 1535鉄鋼用防せい(錆)紙 改正原案の策定</p>		



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本委員会/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(2020年度の活動概要)◆		
<ul style="list-style-type: none"> <li>・ISO/TC201/SC8国際幹事に関する活動 <ul style="list-style-type: none"> <li>(1) WG5:ISO/TS WD 15338 “グロー放電質量分析-操作手順-”→改訂版発行</li> <li>(2) WG6:ISO/WD 24417 “グロー放電発光分析による鉄基材上の薄膜の分析”→新規作成開始</li> </ul> </li> <li>・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産業において材料品質の評価に欠くことのできないものである。化学分析結果による分析値の担保とともに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。</li> <li>・日本鉱業協会における分析法標準化活動 <ul style="list-style-type: none"> <li>JIS M8124, M8132, M8135 改正委員長</li> </ul> </li> <li>・日本規格協会における規格調整委員活動 <ul style="list-style-type: none"> <li>JIS R2212-2, M8263 など5規格の審査</li> </ul> </li> <li>・日本分析機器工業会における分析法標準化活動 <ul style="list-style-type: none"> <li>JIS K0133 改正委員</li> </ul> </li> <li>・日本鉄鋼連盟における鉄鋼標準物質開発に参画</li> </ul>		
◆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。		
2019年 JIS H1121, H1123		
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	
<b>◆材料標準化活動略歴◆</b>		
2020～	ISO/TC 150 国内業務委員会 委員長(代表団团长)	
2020～	ISO/TC 150/SC 7 幹事国業務委員会 委員長	
2019～	ISO/TC 106/WG 10および同SC 2/WG 1 エキスパート	
2011～	ISO/TC 150/SC 1/WG 3 コンビーナ国内業務委員会 委員	
2007～2020	ISO/TC 150/SC 7 幹事国業務委員会 委員	
2006～2020	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	
<b>◆最近の材料標準化活動概要◆</b>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>・ISO/TC 150国内委員会ならびにISO/TC 150/SC 7 国内業務委員会委員長に就任し、ウェブ会議を通じて標準化活動の動向確認および日本の活動についての方向性を決定した。</li> <li>・ISO/TC 150/SC 1/WG 3のコンビーナとしてSC 1の委員会マネージャと協力してwebによるSC 1年次会議を主催した。</li> <li>・同会議で、脱気したリン酸で前処理したカルシウム塩多孔質骨補填材の曲げ試験法(ISO/PWI 4403)簡易ねじり試験法(ISO/NP)のPLとして文書作成状況の報告を行った。他にも日本提案のカルシウム塩生体セラミックス - 硬化性骨ペースト材料の試験法(ISO/DIS 18531)についてはco-PLとして、インプラントの抗菌性試験法(PWI準備)および、インプラント材料の生体外アパタイト系性能評価法(ISO 23317)についてはエキスパートとしてそれぞれ助言を行った。さらに、水酸アパタイトおよびβリン酸三カルシウム骨補填材(ISO/AWI 13175-3)はエキスパートとして意見交換を行い、球圧子押込試験について文書改訂を進めた。</li> <li>・微粒子アパタイトを含む試料中でのDNA抽出・定量法についてILTの準備と標準案作成を進めている。</li> <li>・TC 106/ WG 10および同SC 2/WG 1にエキスパートとして出席し、TC 150との関係を図っている。</li> </ul>		
<b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b>		
2020～	PWI準備: インプラントの抗菌性試験法(エキスパート)	
2020～	ISO23317改定作業のエキスパート	
2019～	脱気したリン酸で前処理したカルシウム塩多孔質骨補填材の簡易ねじり試験法(PL)	
2019～	ISO/PWI4403手法提案、PL	
2018～	ISO13175-3の改訂作業のエキスパート	
2012～2018	ISO13779シリーズの改訂作業のエキスパート	
2010～2018	ISO19090の新規手法提案・ISO原案作成から提案・IS策定(PL)	
2007～	ISO/DIS18531の策定にエキスパート(2018年まで)、共同PL(2019年から)	

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	
<b>◆材料標準化活動略歴◆</b>		
<p>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</p> <p>2009～ ステンレス協会 JIS規格原案作成委員会</p> <p>2008～ ASME Boiler and Pressure Vessel Code Committee Standard Committee on Materials (BPV II), SG-SFA (Strength, Ferrous Alloy) WG-DA (Data Analysis), SG-ETD (Elevated Temperature Design) SG-HTR (High Temperature Reactor), WG-ASC (Allowable Stress Criteria)</p> <p>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</p> <p>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)</p>		
<b>◆最近の材料標準化活動概要◆</b>		
<p>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</p> <p>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</p> <p>3. ASME Boiler and Pressure Vessel Code Committee 年4回開催されるBoiler Code Committee Meetingに参加して規格案の審議を行うとともに、担当する規格案の書面投票対応等を実施</p> <p>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</p> <p>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</p>		
<b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b>		
<p>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</p> <p>日本機械学会 発電用火力設備規格 基本規程、詳細規程</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>JIS G0802, G3320, G4303, G4304, G4305, G4308, G4309, G4311, G4312, G4313, G4314, G4315, G4317, G4318, G4902 の改正原案作成</p> <p>ASME BPV Code; Grade 91の許容応力見直し、9Cr-1Mo-V鋼の50万時間までの材料強度基準値等</p>		

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～ 日本機械学会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 主査

2008～ 同上 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。

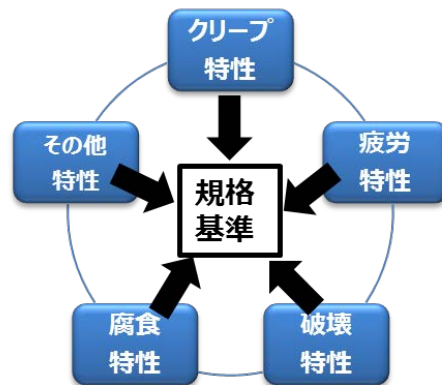


図 発電用設備に要求される諸特性

最近の担当案件は下記のとおりである。

- ①JIS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）
- ②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
- ③Alloy263、Alloy141、Alloy617B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
- ④発電ボイラー用SUS鋼管の許容応力等の見直し


◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆


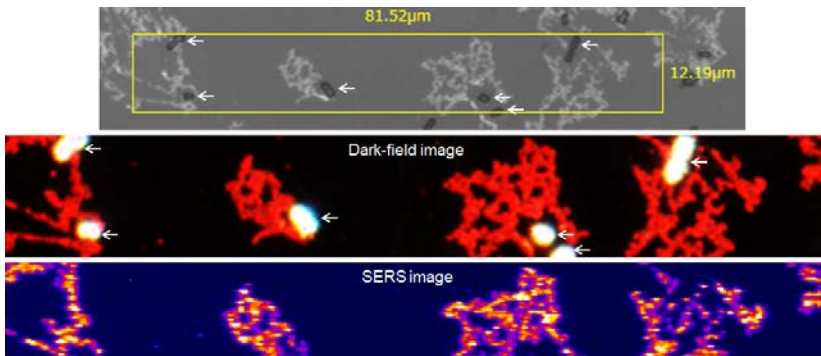
2015～ JIS G 3136(2012) 建築構造用圧延鋼材の許容値策定、JSME発電用原子力設備規格 材料規格(2016年版)への取り込み


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	高温破壊試験法の標準化	
所 属	構造材料研究拠点	
氏 名	田淵 正明	
<p><b>◆材料標準化活動略歴◆</b></p> <p>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  1987～2010 VAMAS TWA11、19、25、31 委員</p>		
<p><b>◆最近の材料標準化活動概要◆</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ 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規格化)を進めている。</li> <li>▪ 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。</li> <li>▪ ISO/TC164 WG1 コンビナー  ISO 23718: 2007、Metallic materials – Mechanical testing – Vocabulary の改訂</li> <li>▪ 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。</li> </ul>		
<p><b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ ISO 4596; Metallic materials – High temperature creep/fatigue crack growth testing method (審議中)</li> <li>▪ ISO 204 Metallic materials – Uniaxial creep testing in tension – Method of test (2018)</li> <li>▪ 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)</li> <li>▪ JIS Z 2276 金属材料の引張りラクセーション試験方法 (2012)</li> <li>▪ ISO/TTA 5: 2007(E): Code of Practice for Creep/Fatigue Testing of Cracked Component.</li> <li>▪ 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)</li> </ul>		

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	
<p>◆材料標準化活動略歴◆</p> <p>2017～ VAMAS TWA40合成生体材料(コンタクトパーソン)</p> <p>2017～ VAMAS TWA42ラマン分光法および顕微ラマン分光法(幹事)</p>		
<p>◆最近の材料標準化活動概要◆</p> <p>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の高感度測定のためのラマン測定標準化も検討中である。</p> <div data-bbox="194 1025 1018 1379">  </div> <p>金ナノ粒子による乳酸菌産生EPSの可視化。  (上)明視野顕微鏡像  (中)暗視野顕微鏡像  (下)表面増強ラマン散乱像</p> <p>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をテストを行い、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SEM用標準物質(NMIJ CRM 5207a)とゲルマニウム基板を用いたxyステージの移動量確認と空間分解能評価を行った。またオルト・パラ水素のラマン検出のための測定条件の検討および測定セルの試作を行い、液体水素貯蔵タンク中の水素オルト・パラ組成をモニタするためのプロトコルの検討およびオンサイトセンサの実現に関して議論した。</p>		
<p>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</p> <p>特になし</p>		

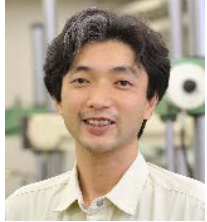
材料標準化課題名	超伝導材料の各種性質測定方法に関する標準化	
所属	機能性材料研究拠点高温超伝導線材グループ	
氏名	西島 元	
<p><b>◆材料標準化活動略歴◆</b></p> <p>2018～ 超電導ケーブル技術調査委員会委員  2014～ VAMAS/TWA16議長  2014～ IEC/TC90/WG5委員、IEC/TC90超電導委員会(国内)WG5委員  2013～ IEC/TC90超電導委員会(国内)企画委員会委員  2011～ IEC/TC90超電導委員会(国内)WG13委員、JIS原案作成委員会委員  2010～2014 VAMAS/TWA16事務局  2010～ IEC/TC90/WG3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</p>		
<p><b>◆最近の材料標準化活動概要◆</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 高温超伝導線材の臨界電流測定規格IEC 61788-26が2020年6月11日に発行。これは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した結果に基づく。</li> <li>・ 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。</li> </ul>		
<p><b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ IEC 61788-26:2020 Superconductivity – Part 26: Critical current measurement – DC critical current of RE-Ba-Cu-O composite superconductors. (2020.6.11発行)</li> <li>・ 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)</li> <li>・ IEC 61788-25:2018 Superconductivity – Part 25: Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test on REBCO wires (2018.8.29発行)</li> <li>・ 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)</li> <li>・ 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)</li> <li>・ 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)</li> <li>・ 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)</li> </ul>		

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	
<p>◆材料標準化活動略歴◆</p> <p>2020～ ISO/TC 206/WG 3のISO/NP3169に関するエキスパート</p> <p>2018～ 日本セラミックス協会 標準化委員会 委員長</p> <p>2016～2017 日本セラミックス協会 標準化委員会 副委員長</p> <p>2009～2015 日本セラミックス協会 標準化委員会 委員</p> <p>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)</p>		
<p>◆最近の材料標準化活動概要◆</p> <p>・EC1 EC1委員会において、ファインセラミックスの機械的特性・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2019を2020に更新するべく、内容を検討した。</p> <p>・日本セラミックス協会標準化委員会 日本セラミックス協会の認証標準物質中、石英粉、けい石粉の再作製について検討した。</p> <p>・ISO ISO/TC 206/WG 3のISO/NP3169に関するエキスパートに就任した。</p>		
<p>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</p>		



材料標準化課題名	省エネルギー等国際標準開発事業「高温破壊試験法分科会」における貢献	
所 属	構造材料研究拠点 解析・評価分野 環境疲労特性グループ	
氏 名	早川 正夫	
<p>◆材料標準化活動略歴◆</p> <p>2017～2020/3 省エネルギー等国際標準開発事業「高温破壊試験法分科会」委員  2015～2020/6 日本ばね学会「ばねの遅れ破壊試験法に関する研究委員会(II)」幹事  2011～2015/6 日本ばね学会「ばねの遅れ破壊試験法に関する研究委員会(I)」幹事</p>		
<p>◆最近の材料標準化活動概要◆</p> <p>(1)日本ばね学会「ばねの遅れ破壊試験法に関する研究委員会(I)」</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・引張強度1.7～2.0GPa級のSAE9254と、2.0GPa級のバナジウム添加鋼9254Vの水素割れ感受性をconventional strain rate tensile tests (CSRT)とねじり試験により評価した。いずれも平滑丸棒試験片を用いた。CSRT法では、両鋼とも最大引張応力は拡散性水素量の増加にしたがい、低下した。</li> <li>・一方、ねじり試験では、両鋼とも最大せん断応力は、6mass ppmの水素濃度までほとんど低下することではなく、破面は試験片長手方向に対して垂直面(せん断応力面)の延性破壊でmicro-void coalescence (MVC)様相を呈した。最大せん断応力の低下がみられる高水素濃度域では、き裂は45° 方向(引張応力面)に進展し、引張応力面の一部には粒界破面様相が現れた。</li> <li>・CSRT法における耐水素割れ感受性に関しては、同一 引張強度で比較して9254Vの方がバナジウムフリーのSAE9254より優れていた。9254Vにおける耐水素割れ感受性向上には、リンと硫黄の低量化による粒界偏析の減少と、バナジウム添加による旧オーステナイト粒の微細化による寄与が考えられる。さらに、バナジウム炭化物界面における水素トラップの効果も考えられる。しかしながら、ねじり特性の水素割れ感受性に関しては両鋼間で差はなかった。</li> </ul> <p>(2)日本ばね学会「ばねの遅れ破壊試験法に関する研究委員会(II)」</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・平滑丸棒材では非金属介在物が破壊起点となるのに対して、実機ばねでは腐食ピットが破壊起点となった。</li> <li>・実機ばねの破壊形態を再現すべく、人工ピットを付与した丸棒試験片の3点曲げ試験を実施した。その結果、引張強度1800MPa級材では介在物起点になったのに対して、水素量1mass ppm以下の場合には、引張強度2000MPa級材では人工ピット起点となり、実機ばねの破壊形態を再現できた。</li> </ul> <p>(3)省エネルギー等国際標準開発事業「高温破壊試験法分科会」における貢献</p> <p>クリープ疲労き裂進展試験法の標準化に向けて、千葉大学、帝京大学ともに国際ラウンドロビンのためのクリープ疲労試験を実施した。その評価結果は、田淵によって、ISO/TC164/SC1及びSC1/WG2において紹介され、TTA5に「溶接部の取り扱い」及び「ひずみ制御クリープ疲労き裂成長試験」を加えた<b>新しいISO規格を提案した</b>(2020年2月)。早川は田淵とともにアロイ617及び9Cr鋼ならびに異材溶接接手のクリープ疲労試験を実施し、試験結果を取りまとめ、省エネルギー等国際標準開発事業「高温破壊試験法分科会」において報告した。</p>		

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	
<b>◆材料標準化活動略歴◆</b>		
<p>2020～ ISO/TC201/SC9(SPM)WD23729「AFM像の復元手順ガイドライン」プロジェクトリーダー(PL)</p> <p>2019～ ISO/TC201ならびにISO/TC202に対応する国内審議団体(JSCA) 代表理事</p> <p>2018～ VAMAS/TWA2(表面化学分析)データ駆動計測分野 コーディネータ</p> <p>2016～ VAMAS国内対応委員会委員長/VAMAS運営委員会(SC) 日本代表委員</p> <p>2016～ ISO/TC201(表面化学分析)/SC9(SPM)/SG4「STMの使用法」コンビーナ</p> <p>2015～ JSCA国内業務委員会委員長 TC201日本代表</p> <p>2013～ VAMAS/TWA2(表面化学分析)SPM分野 プログラムリーダー</p> <p>2007～ ISO/TC201/SC3(データ管理) ISO28600「SPMデータフォーマット」 PL</p> <p>2006～ ISO/TC201/SC9(SPM)に対応するJSCA/SPM-WG 主査</p> <p>2006～ VAMAS/TWA29(SPM) コンタクトパーソン</p> <p>2004～2005 ISO/TC201/SC9に対応するJSCA/SPM-WG 幹事</p>		
<b>◆最近の材料標準化活動概要◆</b>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>・2020年9月2日から5日にバーチャルミーティングとして開催されたISO/TC201第29回年會にJISC/JSCA代表として参加した。ISO/WD23729「有限探針サイズにより膨張されたAFM像の補正手順に関するガイドライン」に関する報告をPLとしてISO/TC201/SC9(SPM)分科会オンライン會議にて行った。</li> <li>・2020年9月30日～10月2日にかけてバーチャルミーティングとして開催された第45回VAMAS運営委員会(Steering Committee: SC45)に日本代表として出席、日本におけるVAMAS地域活動報告(Regional Report)を行った。2021年は10月頃に日本(つくば市予定)で開催することが承認された。</li> <li>・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総會(12月12日オンライン開催)にて報告を行った。</li> <li>・ケルビンプローブ力顕微鏡(KPFM)による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)を2回(定量計測、空間分解能計測)実施し、TWA2総會で報告した。</li> <li>・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」委託業務(2019年度～2021年度)</li> <li>・外部資金:経済産業省戦略的国際標準化加速事業における「計測分析装置の計測分析データ共通フォーマットおよび共通位置合わせ技術に関するJIS開発」委託業務(2020年度～2022年度)</li> </ul>		
<b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b>		
<p>2020～JIS K0159(走査型プローブ顕微鏡(SPM)を用いた幾何学量の測定:測定系の校正方法)策定 (JIS原案作成委員会委員長)</p> <p>2017 JIS K0147(走査型プローブ顕微鏡に関する用語)策定 (JIS原案作成委員会委員長)</p> <p>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)</p> <p>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(PL)</p>		

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◆

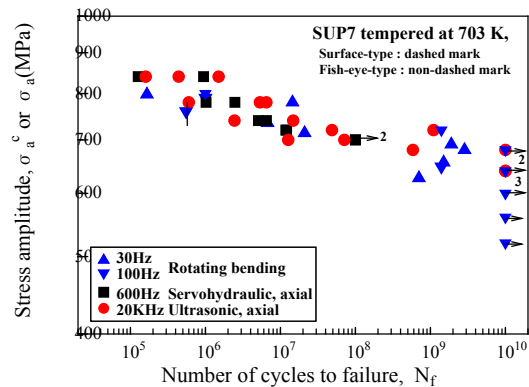
- ・2019-2020年 NEDO委託事業 中空試験片高圧水素中材料試験法規格化検討委員会委員
- ・2019 日本歯車工業会規格「歯車用鋼材の硬さ分布評価法」制定委員会委員
- ・2018 英訳版WES1112 Standard method for ultrasonic fatigue test in metallic materials 発行
- ・2017 日本溶接協会規格 WES1112「金属材料の超音波疲労試験方法」制定
- ・2016 日本溶接協会 超音波疲労試験規格原案作成小委員会

◆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
- ・日本歯車工業会規格 JGMA 9901-01:2020「歯車用鋼材のマイクロピッカース硬さ分布の多点測定法とその評価」の制定

材料標準化課題名	バイオメティクスに関する標準化	
所 属	構造材料研究拠点 表面・接着科学グループ	
氏 名	細田奈麻絵	
<p><b>◆材料標準化活動略歴◆</b></p> <p>2013～現在 ISO/TC266バイオメティクス ワーキンググループ2 国際プロジェクトリーダー  2012～現在 ISO/TC266バイオメティクス 国際専門委員、国内審議委員会委員</p>		
<p><b>◆最近のバイオメティクス標準化活動概要◆</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ISO18458(Biomimetics – Terminology, concepts and methodology: WG1)とISO18459(Biomimetics – Biomimetic structural optimization: WG3)が5年経過し国際規格の見直し時期となり、9月2日締め切りで投票が行われた。</li> <li>・新型コロナウイルス感染症拡大の影響のためオンラインで9月9日～11日にTC266国際会議が開催された。会議では、WG4、Liaison report、ISO18458(WG1)とISO18459(WG3)の見直しの投票結果について議題として話し合いがあった。ISO18458(WG1)及びISO18459(WG3)についてはPメンバー6名のうち4名が confirm した。</li> <li>・日本主導で Technical Report が3つ (TR1～3) 提案され議論されている。</li> <li>・TR1(Ontology-Enhanced Theasurus for biomimetics)は終了</li> <li>・TR2(Image search engine)と TR3(Intergrating problem and function oriented approaches applying TRIZ)はドラフトを配信し議論を web 会議により進めている。</li> <li>・ISO の全会議の開催方法としてオンラインで開催することが3月31日まで延長された。</li> </ul>		
<p><b>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・担当していたISO/TC 266/WG2がISO18457として2016年に発行された。</li> </ul>		



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	

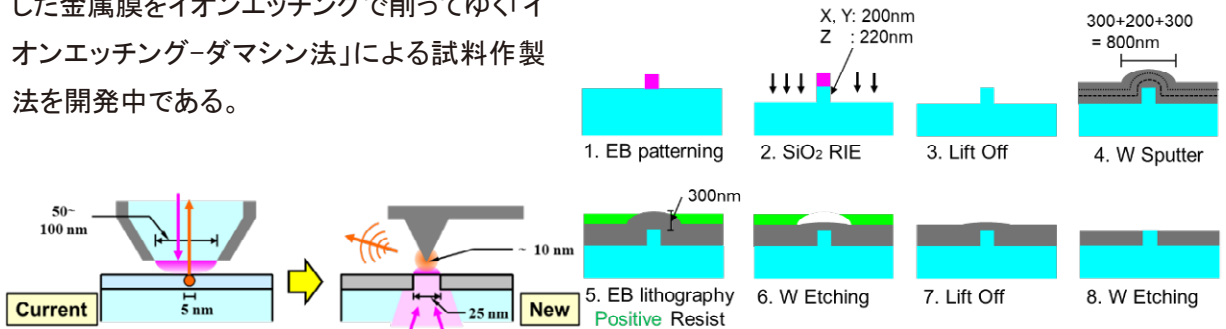
◆材料標準化活動略歴◆

- 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で行われている。本年は、9月にオンラインで行われたISO/TC201総会で、ISO/TC201/SC9/SG2(近接場光学顕微鏡(NSOM)の使用法)の日本側エキスパートとして、新規提案に対して審査と承認を行った。また、一般財団法人日本規格協会における翻訳JIS原案作成委員会において、ISO11952:2019「SPMを使用する幾何学量の定量:測定システムの校正」を、国内規格K0159とするための翻訳作業に携わった。

現在、急速に変化する研究動向(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行っている。具体的には、表面の段差を無くした上で開口径を数10nm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)として用いることを目的とし、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-ダマシン法」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」。

ポリビニールアルコール(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NSOMI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	「無機繊維材料のin vitro生体溶解性評価法試験条件の確立」	
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◆

2020～ 経済産業省令和2年度「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（先端的バイオセラミックスの健康支援・制御に関する国際標準化）」委員会委員に就任、「骨補填用セラミックススペース複合材料に対する細胞接着性の測定法」提案に向けた活動に協力。

2018～ 経済産業省平成30年度「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、「生体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（スキヤフォールド）評価指標（案）」作成に従事。

◆最近の材料標準化活動概要◆

「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」の一環として「生体材料のための抗菌性試験方法」の標準化に協力している。提案方法は、先行規格（ISO 22196:2011、JIS Z 2801:2012）と同様の抗菌性試験法（フィルム密着法）を、体内環境を考慮し、富栄養環境下で実施するものである。現在、ISO/TC150でのプレコンサルテーションを経て提案前議論の段階である。

2019年度からプレ標準化プロトコール課題として「無機繊維材料のin vitro生体溶解性評価法試験条件の確立」に取り組んでいる。アスベストの代替材料として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、ヒトとの種差、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、生体外で気道・肺胞内環境を再現した試験法を開発した（図2）。現在、評価法の汎用化ならびにin vivo試験結果との相関性確認のための試験条件確立に取り組んでいる。

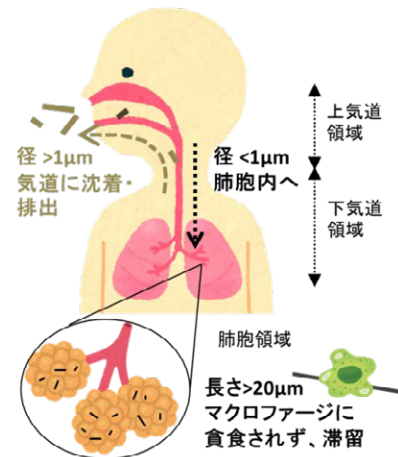


図1 無機繊維材料の体内挙動

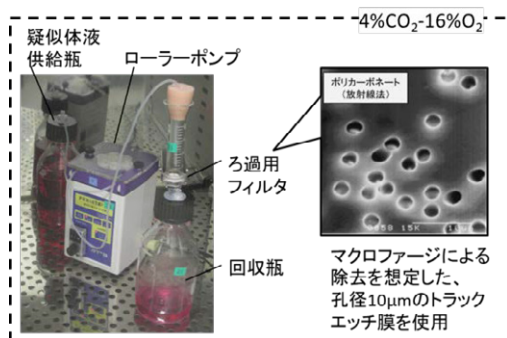


図2 In vitro 生体溶解性試験法概要

◆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（スキヤフォールド）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	
<p>◆材料標準化活動略歴◆</p> <p>2017～ NIMS JIS/ISO 分科会および VAMAS 分科会会長</p> <p>2017～ ISO/TC229 ナノテクノロジー標準化国内審議委員会 委員</p> <p>2014～ VAMAS TWA2 国際委員</p> <p>2014～ ISO/TC201 電子分光 WG(SC4, SC7)国内委員会 主査, 国際委員</p>		
<p>◆最近の材料標準化活動概要◆</p> <p>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CuOなどの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(RRT)の実施を行った。しかしながら、RRTの結果におけるXPSスペクトル形状のばらつきの評価方法に作業者の任意性が入ることが課題となった。そこで、作業者の任意性が入らずXPSスペクトル形状のばらつきを定量的に評価する方法を検討した。ベイズ情報量規準(BIC)を使って、RRTで得られた多数のXPSスペクトル形状から、共通のスペクトル構造の最適解を自動的に抽出し、その最適解からのずれでXPSスペクトルのばらつきを評価する方法である。本成果は、論文にまとめ現在投稿中である。</p>		
<p>◆これまで従事した材料規格や材料標準化◆</p> <p>2020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</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ISO technical report 23173 “Measurement of the thickness and nature of nanoparticle coatings”</li> <li>・PWI 23473 “Depth Profiling – Estimation of atomic fractions of multi-element alloy films by depth profiling analysis using reference materials”</li> <li>・ISO 19318 “XPS – Reporting of methods used for charge control and charge correction”</li> <li>・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”</li> <li>・NP 5410 “Electron Spectroscopies – Thickness measurement of nm oxide films by mutual calibration of zero offset method and length-unit traceable method”</li> <li>・ISO 18118 “AES and XPS – Guide to the use of experimentally determined relative sensitivity factors for the quantitative analysis of homogeneous”</li> <li>・ISO 15472 “XPS – Calibration of energy scales”</li> <li>・PWI 23170 “Depth Profiling – Non-destructive depth profiling of nanoscale heavy metal oxide thin films on Si substrates with medium energy ion scattering”</li> <li>・ISO 17109 “Depth profiling – Method for sputter rate determination in XPS, AES and SIMS sputter depth profiling using single and multi-layer thin films”</li> </ul>		

**物質・材料研究機構 NIMS 材料標準化活動総覧 2021 (第 3 号)**

出版：2021 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)

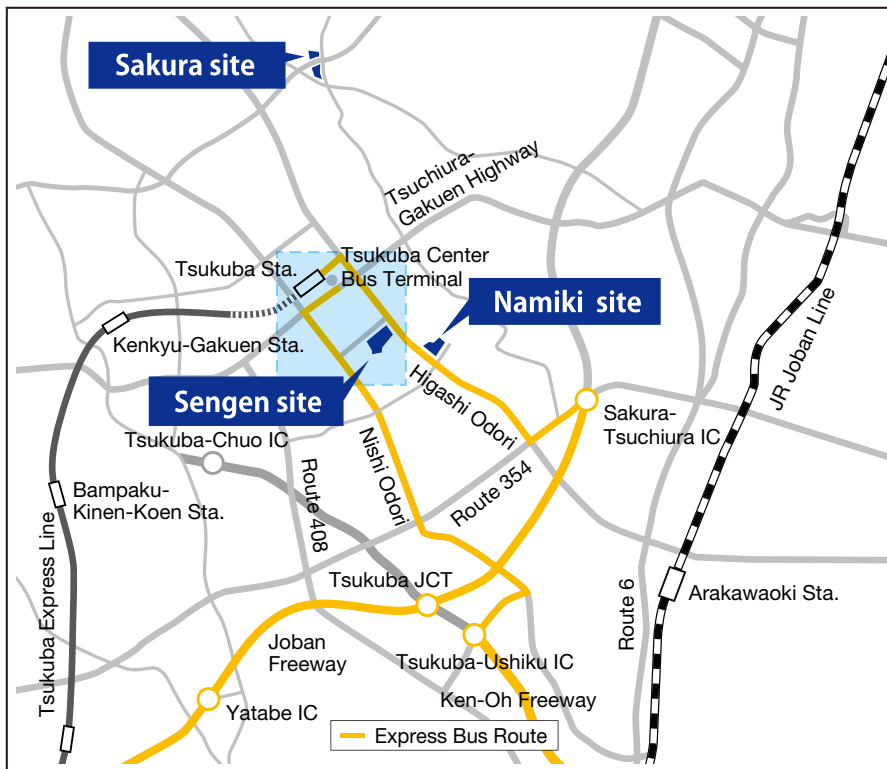
National Institute for Materials Science (NIMS)

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



千現地区 Sengen-site

〒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



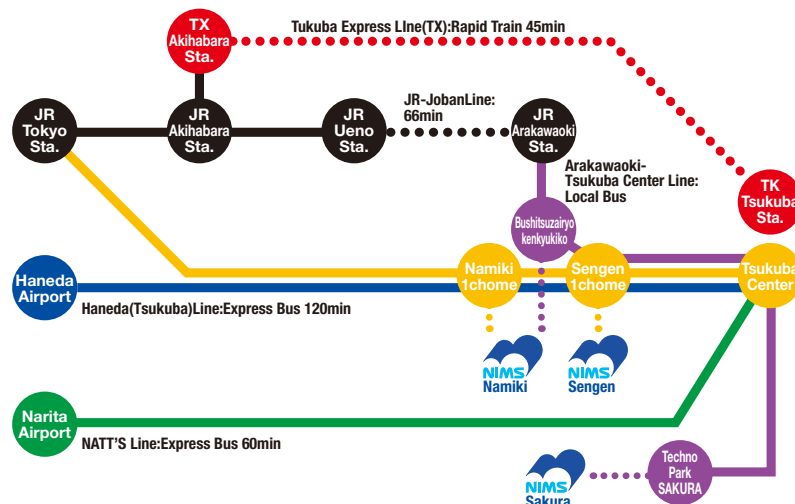
並木地区 Namiki-site

〒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



桜地区 Sakura-site

〒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>