

# 日米等エネルギー技術開発協力事業 (日米先端計測技術研究協力)

※H22-25年度:  
日米エネルギー環境技術研究・標準化協力事業  
(日米先端技術標準化研究協力)として実施

国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
社団法人 電子情報技術産業協会

# AGENDA

- 事業の目的
  
- ① ナノテクノロジー分野
  
- ② 環境・エネルギー分野（業務部門）
  
- ③ バイオテクノロジー分野

# 産総研が中心となって提案する強味

- 約2,400名の常勤研究者を擁し、ライフサイエンス～標準・計測の幅広い分野で産業技術に関わる研究開発を実施する国内最大級の公的研究機関
  - 分野融合的な研究を競争的に推進
- 計量標準総合センターを有し、先導的な計量標準や計測分析技術の研究開発を行うとともに、質の高い標準を供給
  - 我が国のトレーサビリティ制度と法定計量制度の発展の一翼を担う
- 国際標準化の実績多数
  - 平成17年以来、40件以上の国際標準化を提案
  - のべ35名が国際標準関連機関役職者（ISO国際幹事・コンビナー等）
- 米国国立標準技術研究所（NIST）とは、平成13年の独法化以前から計量標準分野での協力に関する覚書（MoU）を締結し、長い連携実績を有する
  - 研究者レベルの交流も多数

## 事業の目的

- 地球温暖化への対策として、エネルギー・環境関連技術の開発と普及が急務
- これらの分野における新たな技術を国際的に速やかに普及し、国際市場を拡大するためには、国際標準化への対応が不可欠
- 平成21年2月の日米首脳会談にて、エネルギー・環境技術を中心とした日米協力の重要性について合意

①ナノテクノロジー、②環境・エネルギー分野、③バイオテクノロジー分野の3分野について、研究開発成果の普及のため、NIST等の米国機関と協力しつつ、国際標準化を目指した必要な検証、データ収集等を行う。

# ① ナノテクノロジー分野・概要



国際比較  
情報交換

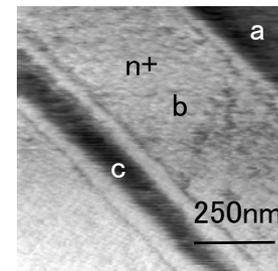
サブテーマ

1. 薄膜膜厚計測
2. 薄膜熱物性計測
3. 微細形状計測
4. 微細寸法計測
5. 凝集状態評価

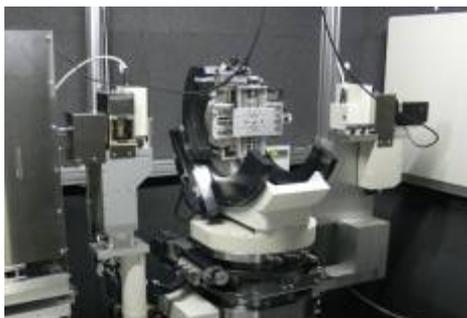
新規材料・デバイス・製品開発



- ・計測技術の開発
- ・測定精度の向上
- ・工業標準の提案  
TC 201, 229
- ・計量標準の確立  
長さ, 熱物性, 硬さ, etc
- ・トレーサビリティの確保
- ・標準物質の供給
- ・国際ネットワークの確立



技術開発  
装置開発



産業競争力の強化  
国民生活の質の向上  
環境・エネルギー問題への貢献

# ① ナノテクノロジー分野 サブテーマ一覧

No. サブテーマ名	測定対象	手法	主要アプリ	ISO
1. 薄膜膜厚計測	膜厚	X線反射率法	ナノ材料・製品の製造品質管理	TC 201 TC229
2. 薄膜熱物性計測	熱拡散率 熱伝導率	サーモリフレクタンス法	半導体の熱設計	TC 206
3. 微細形状計測	プローブ形状	原子間力顕微鏡	ナノ計測	TC 201
4. 微細寸法計測	段差	原子間力顕微鏡	ナノ計測	TC 201
5. 凝集状態評価	分散・凝集状態	動的光散乱法	ナノ材料の開発	TC 229

## サブテーマ 1. 薄膜膜厚計測

X線反射率法を用いた薄膜膜厚計測精度の向上、標準化を目指してNISTとの共同研究の実施

### ・膜厚評価のラボ間比較の実施

#### 技術課題の抽出、検討

精密膜構造解析法、装置校正法、  
解析の不確かさ評価、  
標準物質プロトタイプの評価

### 膜厚評価の整合性向上

- ・X線反射率、透過電子顕微鏡、エリプソメトリ等の測定手法の違いによる評価膜厚値の差異の検討
- ・界面を含む膜精密構造解析法の検討および薄膜作製装置、加熱処理装置の開発
- ・標準物質のプロトタイプの開発

### 国際標準化活動

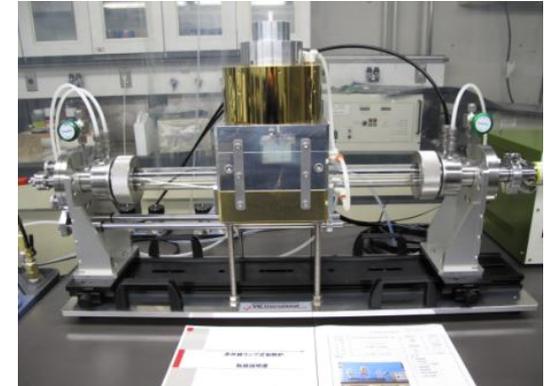
- (1) ISO/TC201 WG3 “X-ray Reflectivity and total reflection X-ray fluorescence”において活動
- (2) 伊のPLと協力し、ISO 16413: 2013 (X線反射率法による薄膜の厚さ、密度、及び界面の幅の評価) 発行
- (3) X線反射率法のReference Sampleの要求事項に関する新規提案のための検討
- (4) 強固な体制作りのためTC201 WG3をSCに格上げするための準備と調整、提案

### NMIJ/AISTとNISTのX線反射率測定装置



- ・薄膜標準物質開発  
( $\text{SiO}_2/\text{Si}$ 多層膜、GaAs/AlAs超格子)  
測定手順、清浄処理法、試料保存法

- ・X線ミラー評価
- ・解析法開発



開発したRTP加熱炉

## サブテーマ 2. 薄膜熱物性計測

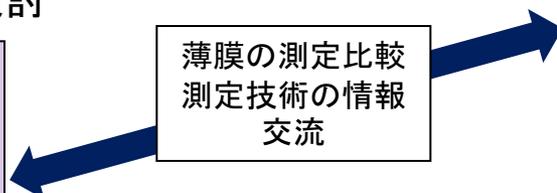
- ・膜厚100nmレベルに対応する熱物性値(熱拡散率等)の精密測定技術の開発
- ・装置校正のための標準物質の開発
- ・国際標準化のための技術課題を検討

NMIJ

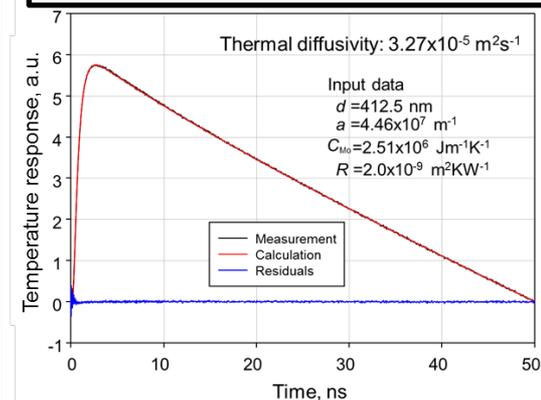
パルス光加熱サーモリフレクタンス法



- ピコ～ナノ秒パルスレーザによる超高速加熱とサーモリフレクタンス測定技術
- 薄膜熱拡散率の絶対測定

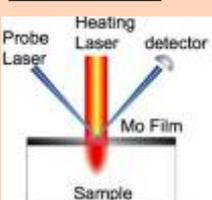


熱拡散率精密解析技術を開発



厚さ100 nmレベルの薄膜の不確かさを含む熱拡散率の絶対測定を確立

NIST



**MSEL**  
(Dr. Joshua Martin)  
熱電材料の標準物質プロジェクトにおいて表面加熱・表面測温型の熱伝導率測定技術を開発。

薄膜標準物質の開発



開発技術を基に認証標準物質(Mo薄膜400nm)を開発。2015FYからCRM-5808aとして頒布開始した。

国際標準化の推進

- 2013FY~ TC206国内業務委員会の委員に就任。
- 2014FY ISO/TC206総会(チェコ、プラハ)において新規業務提案TCNP1402「Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of thermal diffusivity of fine ceramic films by pulsed light heating thermoreflectance method」を実施。



# ① ナノテクノロジー分野

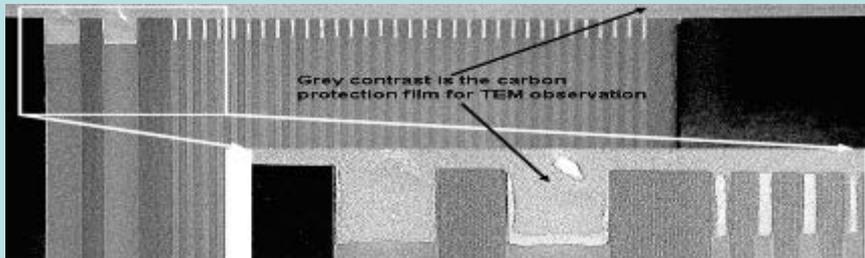
## サブテーマ 3. 微細形状計測

### 目的と方法: AFMプローブ評価技術の応用と ナノデバイスのキャリア濃度校正技術の開発

- ・ISO13095 (AFMプローブ形状測定) を用いる  
ナノデバイス・ナノラフネス応用の検討
- ・AFMナノラフネスのバラツキ低減技術の開発
- ・AFMプローブで測定したキャリア濃度測定の校正  
方法を確立し、国際規格を創成 (国際RRT必須)
- ・上記の国際RRTに必要なテストサンプル作成

### NISTとの共同研究

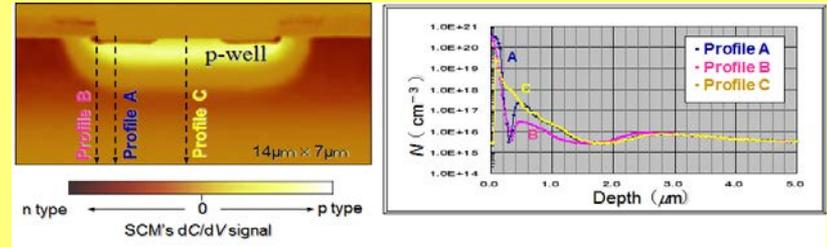
- ・ISO13095 (プローブ形状) 評価法の検証
- ・ナノデバイス・ナノラフネスの (CD-) AFM計測



### 研究成果

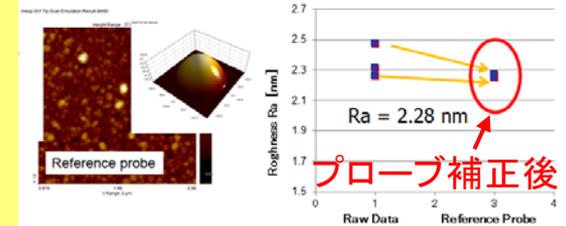
VAMAS A18PJ完了

#### ① ナノデバイスのキャリア濃度校正方法を確立



#### ② ナノデバイス・ナノラフネスの計測手順を確立

(AFMによるナノラフネス測定のバラツキを、大幅に低減する手順の考案)



### NISTとの共同研究成果

- (PJ前の案件: 日本提案) ISO13095の検証により円滑な国際標準化が行われた
- AFMプローブ評価を行うことで、ナノデバイス・ナノラフネス計測結果の再現性を向上する技術確立を行った (NISTと共同論文有)

### 国際標準に関する成果と今後の展開 (2件の国際標準を提案する)

- ① キャリア計測 → VAMASのRRT (A18 PJ) が終了し、NWIPへ (H28年、TC201)
- ② ナノラフネスSG創成 (TC201 SC9 SG3のコンビナー)、VAMAS-TWA2で国際RRT開始

# サブテーマ 4. 微細寸法計測



結晶格子の周期構造を利用した  
高さ・幅寸法の基準を実現

- 異なる材料結晶製法・指数・材料における原子ステップ高さの検証
- トレーサブル原子間力顕微鏡による実証
- NISTとの比較測定による実証

高品質試料の提供

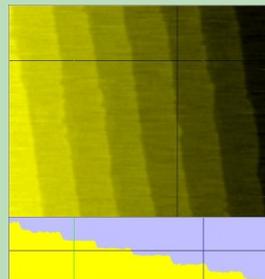
品質に関する情報

共同研究:

- 原子ステップの解析手順を検証
- 原子ステップ高さ測定の不確かさ評価

(Precision Engineering Div. MEL NIST) 測長  
AFM、ナノ標準

比較による課題抽出と原理実証  
技術的バックデータの蓄積



“トレーサブルAFM” “原子ステップAFM像”

単結晶試料:  
サファイア、ダイ  
ヤモンド、Si、SiC  
等

- 物質固有の性質を高さ標準として検証
- 一般ユーザレベルでの校正手順の確立
- 高品質の基準試料の提供

3軸レーザ測長によるAFM技術で実績

原子ステップ高さを“トレーサビリティ”が保証された  
ものさしとして国際的な合意を得る(国際度量衡委)

最終目標.

ピコメートルオーダーの精度で寸法を校正

ISO/TC201/SC9への提案を予定: 結晶の周期性を用いた寸法校正法

国際標準化に関する進捗と今後の展開:

- 2014年、2015年ISO/TC 201/SC9会議において規格提案を念頭においたプレゼンを行い、国際的な合意形成。
- TC201の要請を受け、VAMAS国際持ち回り測定を予定。このためのガイドラインを作成予定(H28年度)。
- 国際持ち回り測定完了後、新規提案プレゼン、WD素案作成(H29年度以降)。

## サブテーマ 5. 凝集状態評価

### 目的

CNTの凝集状態評価

- ヒト&環境 リスク試験
- 樹脂への混練(複合材)
- 導電性インク、透明導電性膜
- 電極材料
- 太陽電池材料

### 凝集状態評価方法



まったく同じ分散液のはずだけど、  
どうして性能がこんなに違うの？

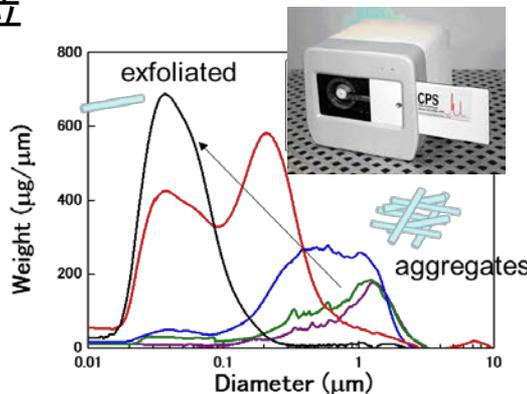
簡便法による凝集状態  
評価法の確立

### 研究成果

レーザー散乱法、偏光解消動的光散乱法や可変型微細孔を用いた電気的検知帯法など、様々な測定手法を検討



CNT凝集状態評価法として頻度別遠心沈降(DCS)法が最適であることを確立



### 米国との共同研究



米国NIST

Polymer Division Materials  
Dr. Vivek Prabhu

共通試料によるラウンドロビン試験  
中性子散乱法による凝集状態評価

### 国際標準化に向けて

ナノテクノロジー国内審議委員会  
計測計測合同分科会  
ISO/TC229g

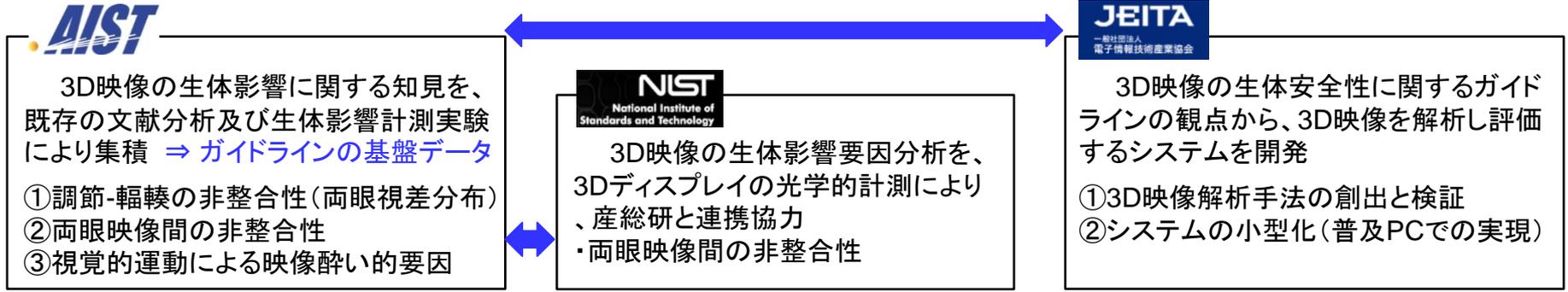
- DCS法によるCNT凝集状態評価装置の開発
- DCS法によるCNT凝集状態評価法の国際標準化提言

## 3D映像の生体安全性

本研究開発の目的: 安全快適な立体映像メディアの普及を、以下の2つの実施により下支えすることで、物理的試作及び移動機会の減少を図る。

本研究開発は、(独)産業技術総合研究所と(一社)電子情報技術産業協会との連携受託による。

- ① 3D映像の生体安全性ガイドラインの国際標準化
- ② 上記①に基づく3D映像解析システムの開発



**国際標準化**

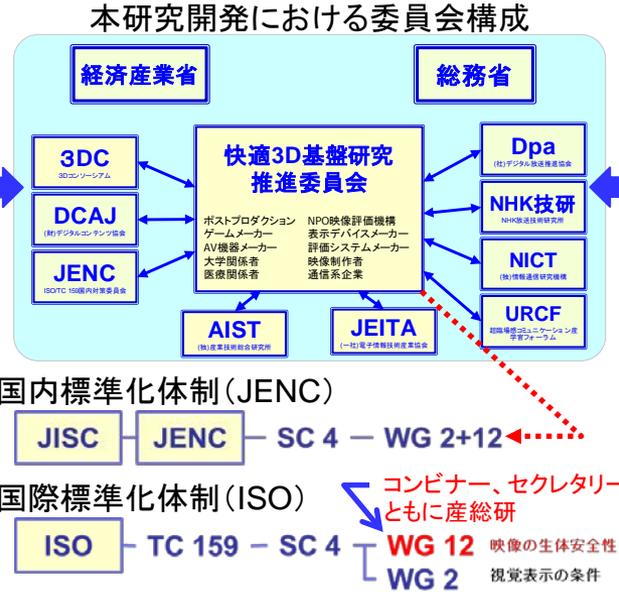
提案文書  
ISO 9241-392: Ergonomic recommendations for the reduction of visual fatigue from stereoscopic images

提案先  
ISO/TC 159/SC 4

発行日  
2015年5月26日

提案文書  
3Dを人の視覚の観点から生体安全性に関する指針を記述。これに基づいてさらに個別の方式に関する以下の関連規格が順次、検討・審議中

- ・9241-332 (TC 159/SC 4/WG 2) NP検討中
- ・9241-333 (TC 159/SC 4/WG 2) DIS審議中



**システム開発**

3D映像の視差、両眼間非整合性の解析

- 今後の課題**
1. 映像酔いガイドライン国際標準化の推進
    - ・標準化の基盤となるTRをISOにて検討中
  2. 映像の生体安全性の国際規格普及促進プログラムの開発
    - ・映像の生体安全性に関する民間資格導入
    - ・システムの利用普及と映像機器への組込

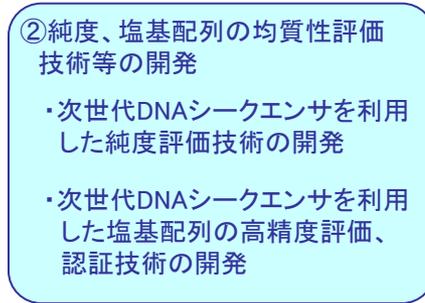
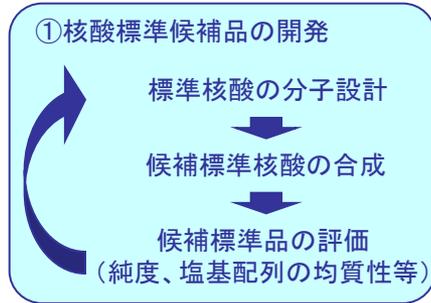
# ③ バイオテクノロジー分野 サブテーマ1. 核酸計測



バイオメディカル研究部門  
バイオメジャー研究グループ



Biochemical Science Division  
National Institute of Standards and Technology  
Multiplexed Biomolecular Science Group



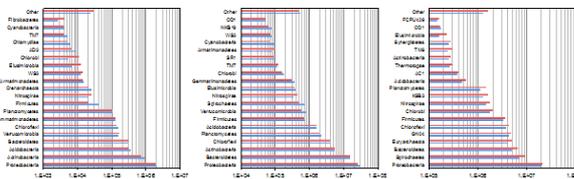
共同で国際標準化に取り組める体制を強化

## 標準核酸の開発、評価技術開発

次世代DNAシーケンシング技術などを利用したマルチプレックス遺伝子関連検査の精度管理に向けた技術開発、標準物質開発

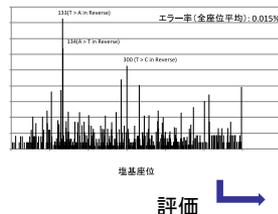
① マルチプレックス遺伝子関連検査の品質管理のためのspike-in標準の作製

- RNA-seq、マイクロバイオームの解析を想定した17種類のspike-in標準を作製、評価を完了(知財化)



② 核酸標準候補品の塩基配列の高度な評価方法の開発

- 標準核酸の塩基配列の高精度評価方法を開発(0.01-0.02%程度の塩基配列のエラーを評価可能)
- Spike-in核酸認証標準物質(頒布済み)の評価に利用

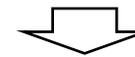


核酸認証標準物質

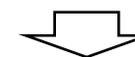


## 規格化関連進捗状況

国内ではバイオチップコンソーシアム関連企業、遺伝子検査を実施する検査機関、日本臨床検査標準協議会(JCCLS)と連携を実施。核酸標準物質を利用した、臨床検査における核酸計測の質保証に関するガイドライン作成に貢献。



バイオチップコンソーシアムおよびJCCLSとの共同研究開発事業として、臨床検査で用いる多項目遺伝子解析技術の核酸品質に関する国際標準化に向けた日本のPWI提案(2014年8月、ISO/TC212)をサポート。



バイオテクノロジー分野の新TC(TC276)の設立(2013)に貢献。エキスパートとしてWG会議およびPlenary会議に参加し、JMACが中心として準備中の標準文書(核酸の質保証)の作成に貢献(NWIP準備中)。

# ③ バイオテクノロジー分野

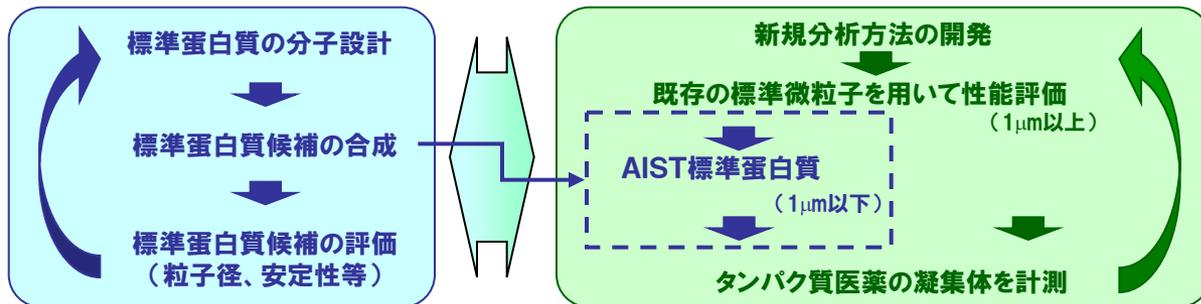
## サブテーマ2. タンパク質計測

AIST バイオメディカル研究部門  
分子細胞育種研究グループ

NIST Material Measurement Laboratory  
National Institute of Standards and Technology  
Bioprocess Measurements Group

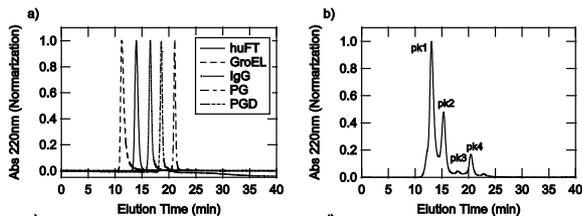
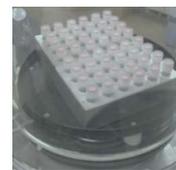
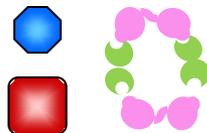
### 研究開発の目標

タンパク質医薬の会合凝集性測定分析に用いる校正用標準タンパク質を開発することを目的とする。このため、アミノ酸配列の設計を行い、複数の候補物質を合成し、これらの特性解析を複数の方法で日米で並行して行うことによって、標準タンパク質としての適性を確認する。



### 標準タンパク質の開発

- 校正用標準物質候補として、5種のタンパク質の配列を設定し、これらの合成と精製手順を至適化し、試料調整法を完成した。
- これらの会合凝集性を評価し、分散性・安定性の優れたものに関して、NIST-AIST2機関で相互比較解析を行った。
- 3種に関して、保存安定性および会合凝集性に関する室内再現精度の評価を実施した。
- 本事業で開発した標準タンパク質候補に関する作製方法、特性値データ、安定性データ、およびそれらの信頼性解析結果をまとめた論文を専門誌に投稿した。



		Type 1	Type 3	
SEC	Retention Time	within-bottle (min)	14.17 ± 0.004	12.57 ± 0.006
		between-bottle (min)	14.17 ± 0.011	12.56 ± 0.006
		F-test	No	Yes
		t-test	Yes	No
Purity		within-bottle (%)	99.5 ± 0.03	99.9 ± 0.05
		between-bottle (%)	99.4 ± 0.09	99.9 ± 0.07
		F-test	Yes	Yes
		t-test	No	Yes
CD <sub>220nm</sub>		within-bottle (MRE)	-20348 ± 355	-8222 ± 283
		between-bottle (MRE)	-20614 ± 668	-8712 ± 322
		F-test	Yes	No
		t-test	Yes	No
DLS		within-bottle (nm)	12.76 ± 0.32	17.26 ± 0.14
		between-bottle (nm)	12.55 ± 0.17	17.37 ± 0.11
		F-test	Yes	Yes
		t-test	Yes	Yes

### 規格化関連進捗状況

International Standards for Biotechnology  
 ・ISO主催の国際会議(ジュネーブ、2011.10)  
 ・12ヶ国からバイオテクノロジー分野各領域の標準化事業に携わる約40人の専門家が参加。産総研担当者も参加。

ISO/TC276 (Biotechnology)  
 ・ドイツより設立提案(2012.7)、正式に設立(2013.2)  
 ・第2回総会(2014.5)において、タンパク質の品質保証における分析法標準化の重要性を説明。タスクグループ3 (TG3)において、「オリゴヌクレオチド」、「細胞」に加え「タンパク質」がビジネスプランに加わることになり、これらを優先的に検討することが決議。

国内関連業界調整  
 ・産総研が中心になって、25企業、2団体、1国法、2大学からなる「次世代バイオ医薬品製造技術研究組合」が平成23年に設立。同年より経産省事業「国際基準に適合した次世代抗体医薬等の製造技術」を実施(平成25年からAMED事業)。当該事業のなかで、分析装置メーカーおよび製薬企業との連携を深めて、新規分析装置開発とともに事前標準型事業戦略の合意形成を進めている。

	テーマ名	ISO No.	本事業の成果を活用して提案等を行う規格名称等一覧
<b>ナノテクテクノロジー分野</b>			
1.1	膜厚	16413	X線反射率法による薄膜の厚さ、密度、及び界面の幅の評価
		未定	Requirements for XRR Reference Sample(仮)
	(硬さ)	14577-1,2,3	金属材料-硬さと材料パラメータのための計装化押し込み試験 Part1:試験方法、Part2:試験機の校正 Part3:基準片の校正
		14577-4	金属材料-硬さと材料パラメータのための計装化押し込み試験 Part4:金属、非金属コーティングの試験方法
		14577-5(仮)	硬さと材料パラメータのための計装化押し込み試験:動的試験方法(仮)
1.2	熱物性	未定	パルス光加熱サーモフレクタンス法によるファインセラミックス薄膜の熱拡散率測定方法(仮)
1.3	形状	未定	電気計測SPMに関する規格 仮のタイトル:“Dopant concentration and detection limit of electrical SPM (SSRM and SCM)”(H27年度中にISO番号が付く予定)
		未定	ナノラフネスのためのAFMに関する規格(仮)
1.4	寸法	未定	結晶の周期性を用いた寸法校正法(仮)
1.5	CNT	未定	カーボンナノチューブ分散粒子評価(仮)
<b>環境エネルギー分野(業務部門)</b>			
2.	3D	9241-392	人間とシステムのインタラクションー第392部 立体映像による視覚疲労を抑制するための人間工学的推奨事項
		(9241-393)	映像酔い軽減の指針(仮)
		9241-332	2眼式裸眼立体ディスプレイ
		9241-333	めがね式立体ディスプレイ
<b>バイオテクノロジー分野</b>			
3.1	核酸	未定	遺伝子関連検査に利用される核酸標準物質の一般的定義と要求事項(仮)
3.2	蛋白	未定	会合凝集性測定分析に用いる蛋白質性標準物質の一般要求事項(仮)

# 標準に向けたロードマップ

## ナノテクノロジー分野

○ : 現在の進捗(26年度末時点)

テーマ	ISO No.	提案国	TC	22	23	24	25	26	27以降
1.1 膜厚	16413	伊(日)	TC201 WG3	NWIP CD	DIS	○ ISO 2013.2			2013.2 発行
	未定	日米	TC201 WG3				提案 ○	NWIP	NWIP→ SC設立へ
(硬さ)	14577 -1,2,3	共同	TC164 SC3	NWIP	CD	DIS	FDIS	ISO ○	2015.7 発行
	14577-4	共同	TC164 SC3	提案	NWIP	CD	DIS ○		DIS 改定中
	14577-5	共同	TC164 SC3			提案 ○	NWIP	WD	CD Scope議論中
研究内容				膜厚比較および製膜装置の開発	SiO <sub>2</sub> 膜の精密構造解析	SiO <sub>2</sub> 膜の精密構造解析および加熱炉の開発	製膜条件の違いによる膜構造の変化に関する研究	標準試料のプロトタイプ の検討	
1.2 熱物性	未定	日	TC206			提案 ○	NWIP	WD	WD作成へ
研究内容				薄膜試料の作製と熱拡散率の評価	測定装置の時間精度の向上、各種純金属膜の作製と評価	熱拡散率解析の主要方針決定と標準物質の開発	パルス幅の影響等、熱拡散率解析の精密化	不確かさを含む熱拡散率解析手法の確立、標準物質の製造	工業的に重要な薄膜材料について応用研究を推進

# 標準に向けたロードマップ ナノテクノロジー分野

VAMAS A18: International Round Robin Test for Carrier concentration  
Characterization in semiconductor materials by Scanning Capacitance Microscopy

○ : 現在の進捗(26年度末時点)

テーマ	ISO No.	提案国	TC	22	23	24	25	26	27以降
1.3 形状	未定(電気測定)	日	TC201		提案		VAMAS 比較	NWIP	比較(VAMAS A18 PJ)終了 NWIPへ
	未定(ラフネス)	日	TC201		提案	SG3発足 (日本コンビナ)	VAMAS 比較 ○	NWIP	VAMAS 国際比較へ
研究内容				電気測定・表面形態の解析システム構築	表面形態・電気測定の測定誤差信号解析システム構築	電気測定のRRT用テストサンプルの設計・試作	電気測定回覧用テストサンプル作成・ラフネス用テストサンプル設計	ラフネス RRT用テストサンプル製作	RRTの解析とその結果に基づいた原案改定
1.4 寸法	未定	日米	TC201 SC9						提案 ○ VAMAS 国際比較へ
研究内容				寸法の測定データの解析アルゴリズムの試作	装置の制御回路開発により測定ノイズを低減	測定データのノイズやゆらぎを低減する処理手法を開発	ドリフトの影響を低減、NISTと持ち回り測定の開始	測定不確かさの評価、NIST持ち回り測定を検証	国際持ち回り試験に適した試料の形態を試作・検証
1.5 CNT	未定	日米	TC229 WG2				○	提案	WG設立
研究内容				動的光散乱法およびレーザー回折法の検討	光散乱法用の試料調整法の検討	偏光解消動的光散乱法の検討	可変型微細孔を用いた電氣的検知帯法の検討	頻度別遠心沈降法の検討と確定	CNT用遠心沈降装置の作製

# 標準に向けたロードマップ

## 環境エネルギー分野(業務部門)

○ : 現在の進捗(26年度末時点)

テーマ	ISO No.	提案国	TC	22	23	24	25	26	27以降
2. 3D	9241-392	日	TC159 SC4 WG12		NWIP	CD	DIS	ISO ○	2015.5 発行
	(9241-393)	日	TC159 SC4 WG12						○ 提案 TR議論中
	9241-332	共同 (PL: 芬日)	TC159 SC4 WG2						○ 提案 NWIPへ議論中
	9241-333	共同 (PL: 日)	TC159 SC4 WG2				提案	WD ○	DIS準備中
研究内容				両眼間幾何学ずれ要因における生体影響計測と、3D分析評価システムの概念設計	両眼間クロストーク要因における生体影響計測と、3D分析評価システムの構築	両眼視差要因における生体影響計測と、簡易型3D分析評価システムの構築	複合的要因における生体影響計測と、分析評価データベースシステムの構築	インタラクティブ性に着目した、生体影響計測	関連事項として、映像酔いガイドライン作成に向けた研究開発

# 標準に向けたロードマップ

## バイオテクノロジー分野

 : 現在の進捗(26年度末時点)

テーマ	ISO No.	提案国	TC	22	23	24	25	26	27以降
3.1 核酸	未定	日	TC276				TC発足 国内審議委員会 発足、委員就任	提案 	NWIP <b>NMIP準備中</b>
研究内容				候補標準核 酸塩基配列 の設計	候補標準核 酸塩基配列 の合成	核酸標準品 の純度評価 技術の開発	核酸標準品 の純度評価 技術の確立	核酸標準品 の純度評価 技術の確立	核酸標準に よる計測信 頼性評価技 術の確立
3.2 蛋白	未定	日	TC276				TC発足 国内審議委員会 発足、委員就任	提案	NWIP <b>標準物質</b>
研究内容				標準タンパ ク質候補の 分子設計	標準タンパ ク質候補の 合成・確認	標準タンパ ク質候補の 会合凝集性 分析	標準タンパ ク質候補の 保存安定性 分析	標準タンパ ク質候補試 料調整法の 完成	標準タンパ ク質候補の 分析データ の信頼性解 析