

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析  
システム研究開発事業」  
事後評価報告書

2021年3月

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構  
研究評価委員会

2021年3月

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構  
理事長 石塚 博昭 殿

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構  
研究評価委員会 委員長 小林 直人

NEDO技術委員・技術委員会等規程第34条の規定に基づき、別添のとおり評価結果について報告します。



省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析  
システム研究開発事業」  
事後評価報告書

2021年3月

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構  
研究評価委員会

## 目 次

はじめに	1
審議経過	2
分科会委員名簿	3
評価概要	4
研究評価委員会委員名簿	6
研究評価委員会コメント	7
第1章 評価	
1. 総合評価	1-1
2. 各論	1-4
2. 1 事業の位置付け・必要性について	
2. 2 研究開発マネジメントについて	
2. 3 研究開発成果について	
2. 4 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて	
3. 評点結果	1-15
第2章 評価対象事業に係る資料	
1. 事業原簿	2-1
2. 分科会公開資料	2-2
参考資料1 分科会議事録及び書面による質疑応答	参考資料 1-1
参考資料2 評価の実施方法	参考資料 2-1

## はじめに

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構においては、被評価プロジェクトごとに当該技術の外部専門家、有識者等によって構成される研究評価分科会を研究評価委員会によって設置し、同分科会にて被評価対象プロジェクトの研究評価を行い、評価報告書案を策定の上、研究評価委員会において確定している。

本書は、「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」の事後評価報告書であり、NEDO技術委員・技術委員会等規程第32条に基づき、研究評価委員会において設置された「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」（事後評価）分科会において評価報告書案を策定し、第64回研究評価委員会（2021年3月1日）に諮り、確定されたものである。

2021年3月  
国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構  
研究評価委員会

## 審議経過

### ● 分科会（2020年11月18日）

#### 公開セッション

1. 開会、資料の確認
2. 分科会の設置について
3. 分科会の公開について
4. 評価の実施方法について
5. プロジェクトの概要説明

#### 非公開セッション

6. プロジェクトの詳細説明
7. 全体を通しての質疑

#### 公開セッション

8. まとめ・講評
9. 今後の予定
10. 閉会

### ● 第64回研究評価委員会（2021年3月1日）

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」

事後評価分科会委員名簿

(2020年11月現在)

	氏名	所属、役職
分科会長	ほらた あきら 原田 明	九州大学大学院 総合理工学研究院 IFC 部門・物質科学部門 教授
分科会長 代理	やまね つねゆき 山根 常幸	株式会社東レリサーチセンター 取締役 研究部門 副部門長 技術・特許調査研究部 部長
委員	おおの ゆたか 大野 雄高	東海国立大学機構 名古屋大学 未来材料・システム研究所 附属未来エレクトロニクス集積研究センター 教授
	しばやま たまき 柴山 環樹	北海道大学大学院工学研究院 附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センター 量子エネルギー変換材料分野 教授
	じんない ひろし 陣内 浩司	東北大学 多元物質科学研究所 計測部門 高分子物理化学研究分野 教授

敬称略、五十音順

## 評価概要

### 1. 総合評価

当該プロジェクトは、省エネ製品開発の加速化を下支えする計測分析機器の今後の展開を先取りしたもので、我が国の国際競争力を高めるためにも重要である。プロジェクトでは幅広いテーマが設定され、それぞれについて探索的な検討が適切なマネジメントの下に実施されている。本プロジェクトの最大の成果は、当事業の概念に具体的な道筋を付けたことであり、一部設定された数値目標についても十分に達成している。短い実施期間にも関わらず、共通試料ホルダーに見られるような直ぐに実用に結びつきそうな目に見えた成果が得られている点、さらには国際標準化に向けた計画を策定し、一部進行中である点も評価できる。

今後も、同じ操作を違う名称で呼ぶ等の企業ごとに異なる用語の統一を図る方法を検討し、JIS化（国内標準化）およびISO化（国際標準化）の目標に向けて着実に進めていっていただきたい。

### 2. 各論

#### 2. 1 事業の位置付け・必要性について

省エネルギー製品開発の加速化を図るための材料開発に対し、これらを下支えする分析装置およびシステムの性能・機能向上は、早急に取り組むべき課題であり、省エネルギー製品開発の加速のみならず、幅広い業種に渡っての技術開発に関わる省力化、産業活動全般に渡る省エネルギーに貢献しうるものである。国際競争の現状および内外の技術動向の観点において、本事業の目的は妥当であり、かつ上位の施策・制度の目標達成のための寄与も十分である。本事業は、標準化を見据えたシステム研究であるゆえに、公共性は極めて高く、NEDOの関与が必要とされる。実施期間が2年間と短期にもかかわらず、実用化に達した性能を発揮する技術が開発されていることから、費用対効果は十分得られていると認められる。

#### 2. 2 研究開発マネジメントについて

国内国外の技術動向と市場の動向を踏まえて、明確で適切な戦略目標が設定されている。技術力及び事業化能力を有する実施者が選定され、実用化の担い手又はユーザーが関与する体制が構築されているとともに、指揮命令系統及び責任体制が明確であったことは、適切かつ妥当であると考えられる。

また、各課題に対して、オープン化とクローズ化の方針を内容に応じて設定し、標準化を進める課題とノウハウなどの知的財産として扱う課題が、方針別に管理されたことは適切である。さらに、国際標準化を視野に入れた国内標準化を進める戦略及び計画は妥当である。

加えて、事業期間が短縮されたが、研究開発目標が十分に達成されるよう、研究開発の進捗管理がされたことも妥当であり、評価できる

### 2. 3 研究開発成果について

短期間にもかかわらず、CPS（Cyber Physical System）型複合計測分析プラットフォームの基盤となる技術・知見が得られており、目標を十分に達成していると判断できる。特に共通データフォーマットは世界的に例をみない成果である。JIS、ISOでの標準化を目指す新たなプロジェクトが始まっており、国際的優位性の確保や成果を普及させる取り組みもみられる。

一方、順調に進捗していると判断されるJISでの標準化に関しては、今後、ユーザーの求めるスピード感にいかにか合致できるかが鍵であり、またハードルが高いと予想されるISO化に関しては、今後の展開を期待したい。

### 2. 4 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて

市販の実用分析装置に開発したシステムが実装可能なこと、また本システムが実装された分析装置を材料開発メーカーが試用し、有用であることを確認していること等、成果の実用化につながる具体的な取り組みがなされた点は評価できる。

国内の計測分析装置を製造・販売している企業の製品は、海外にも多くのユーザーがいることから、共通データフォーマット技術が国内において標準化されて国際標準化されれば、今後の分析機器の販売増にも繋がると期待出来る。そのためには、海外を含めた本プロジェクトに参画していない分析装置メーカーの本開発システムの実装がキーとなるので、更なる本開発システムの有用性のPRや国際標準化の推進を期待したい。また、企業ごとに異なる用語（同じ操作を違う名称で呼ぶ等）を、どの様に揃えていくかの戦略は、多数の競争相手がある中で進めなければならない話であり、戦略を持って進めていっていただきたい。

## 研究評価委員会委員名簿

(2021年3月現在)

	氏 名	所属、役職
委員長	こばやし なおと 小林 直人	早稲田大学 参与・名誉教授
委員	あさの ひろし 浅野 浩志	一般財団法人電力中央研究所 エネルギーイノベーション創発センター 研究アドバイザー
	あたか たつあき 安宅 龍明	先端素材高速開発技術研究組合 (ADMAT) 専務理事
	かわた たかお 河田 孝雄	株式会社日経 BP 日経バイオテック編集 シニアエディター
	ごないかわ ひろし 五内川 拡史	株式会社ユニファイ・リサーチ 代表取締役社長
	さくま いちろう 佐久間 一郎	東京大学 大学院工学系研究科 教授
	たからだ たかゆき 宝田 恭之	群馬大学 大学院理工学府 環境創生部門 特任教授
	ひらお まきひこ 平尾 雅彦	東京大学 大学院工学系研究科 化学システム工学専攻 教授
	まつい としひろ 松井 俊浩	情報セキュリティ大学院大学 情報セキュリティ研究科 教授 国立研究開発法人産業技術総合研究所 名誉リサーチャー
	やまぐち しゅう 山口 周	独立行政法人大学改革支援・学位授与機構 研究開発部 特任教授
	よしかわ のりひこ 吉川 典彦	東海国立大学機構 名古屋大学 名誉教授
よしもと ようこ 吉本 陽子	三菱 UFJ リサーチ&コンサルティング株式会社 政策研究事業本部 経済政策部 主席研究員	

敬称略、五十音順



## 研究評価委員会コメント

第64回研究評価委員会(2021年3月1日開催)に諮り、本評価報告書は確定された。  
研究評価委員会からのコメントは特になし。

## 第1章 評価

この章では、分科会の総意である評価結果を枠内に掲載している。なお、枠の下の箇条書きは、評価委員の主な指摘事項を、参考として掲載したものである。

## 1. 総合評価

当該プロジェクトは、省エネ製品開発の加速化を下支えする計測分析機器の今後の展開を先取りしたもので、我が国の国際競争力を高めるためにも重要である。プロジェクトでは幅広いテーマが設定され、それぞれについて探索的な検討が適切なマネジメントの下に実施されている。本プロジェクトの最大の成果は、当事業の概念に具体的な道筋を付けたことであり、一部設定された数値目標についても十分に達成している。短い実施期間にも関わらず、共通試料ホルダーに見られるような直ぐに実用に結びつきそうな目に見えた成果が得られている点、さらには国際標準化に向けた計画を策定し、一部進行中である点も評価できる。

今後も、同じ操作を違う名称で呼ぶ等の企業ごとに異なる用語の統一を図る方法を検討し、JIS化（国内標準化）およびISO化（国際標準化）の目標に向けて着実に進めていっていただきたい。

### <肯定的意見>

- ・ 本プロジェクトは、主旨が優れるとともに、分析機器ユーザー（研究者、技術者、分析技師）にとって期待が極めて大きいものであり、“よくぞ開始して、短期間の内に成果の一端を見せてくれた”という総評とともに、更なる発展を期待したい。
- ・ 省エネ製品開発の加速化を下支えする分析装置に実装可能な新たな機能「複合計測分析システム」の開発に成功し、実用化の目処を立てた点は高く評価される。
- ・ 国際標準化に向けた計画を策定し、一部進行中である点も、評価される。
- ・ 装置メーカーの垣根を超えて信頼性の高い共通データフォーマットを開発し、高度な材料解析を、AIを用いて迅速に実現するシステムの構築まで至っており、優れた成果が得られている。産学官の連携と秀でたマネジメントがなければ成し得なかった事業である。本事業の成果は今後の材料開発の加速を支える基盤技術として普及することが期待できる。
- ・ 事業期間が5年間から2年間に短縮されたが、当初の理念である各種計測分析データをインターネットでリモート共有し統合的な解析を企業間で容易に実施出来る環境は、本事業の共通データフォーマットと共通試料ホルダーや輸送時の試料状態モニタリングや共通試料ホルダーの精密位置合わせの成果によって実現できると考えられる。
- ・ 異業種間での協業が、本事業の成果によって迅速にかつ安全に行われ、省エネ製品開発が加速し、国内企業の国際競争力が高まると考えられる。
- ・ 当事業は、計測分析機器の今後の展開を先取りしたもので、我が国の国際競争力を高めるためにも重要である。プロジェクトでは幅広いテーマが設定され、それぞれについて探索的な検討が適切なマネジメントの下に実施されている。本プロジェクトの最大の成果は、当事業の概念に具体的な道筋を付けたことであり、一部設定された数値目標についても十分に達成している点であろう。短い実施期間にも関わらず、共通試料ホルダーに見られるような直ぐに実用に結びつきそうな目に見えた成果が得られている点も評価できる。

#### <改善すべき点>

- ・ 分析システムは、計測手法の発展とともに、特に電子化が進んだ分析データの取得・転送・保存・処理・解析システムは、時代とともに急変してきた。今後も同様な発展が続くと容易に予想される。現在開発しているシステムの予想される寿命を想定しつつ、現時点での最高のものを作り上げ、併せて、(例えば) 2030年までの目標を持って、開発にあたるという戦略性をより明瞭に示していただきたいかった。
- ・ 海外の事例についての比較検討があまりなされていないように感じます。
- ・ 本事業の将来性は疑う余地もないが、現段階では、その実用性(特に機械学習による物性予測)はまだまだという印象である。開発した技術の展開を見せる意味で、実材料への展開を見せようという意気込みは買いたいところであるが、現段階では、分析(画像処理など)は想定内の範囲、また、機械学習を使った材料評価については具体的に何が分かったのか判然としないなど、オブラートに包んだような曖昧な結論しか得られていない。そもそも、国のプロジェクトに詳細を公開できない試料や題材を持ち込むべきではないと考える。

#### <今後に対する提言>

- ・ JIS化(国内標準化)およびISO化(国際標準化)の目標に向けて着実に進むこと。
- ・ 企業ごとに異なる用語(同じ操作を違う名称で呼ぶ等)の統一を図る方法を検討すること。
- ・ 今回開発したシステムは協調領域に属するものであるが、各装置メーカーが本システムを起点として各社の競争領域に属するシステムに繋げる様なやり方を推進することで、本システムおよび各社システムの機能向上およびユーザーの利活用に繋がると期待する。
- ・ 今回開発したシステムは分析装置で取得した結果(データ)を取り扱うためのものであるが、その手前の分析装置自体の性能・機能向上についても、省エネ製品開発の加速化を目標とした材料開発には重要であり、この観点での分析装置の研究開発に期待する。
- ・ 本事業の成果の早急な普及が望まれ、オープン化を含めて戦略を練ると良いと思われる。
- ・ 本事業の成果技術の、国内JIS化、その後の国際標準化に向けて期待しています。
- ・ 事業期間が短縮されたため、AIを活用した課題の事例の少なさと「不確かさ」の付与の効果については、自主事業として継続した取り組みを期待します。
- ・ 当事業は、民間活動では達成が難しく、まさに国が主導して行うべき公共性の高いものである。本プロジェクト(と後継プロジェクト)の先に材料設計に関わるビックデータの構築が容易に想定されるが、これは「国の資産」であって、我が国の国際競争力を高めるための基盤技術として使われるべきであろう。当事業のようなデータの共通化・標準化を進めていく上で、同業他社という狭い枠を超えた「オールジャパンの体

制」をどのように作っていくかも真剣に考えていただきたい。

## 2. 各論

### 2. 1 事業の位置付け・必要性について

省エネルギー製品開発の加速化を図るための材料開発に対し、これらを下支えする分析装置およびシステムの性能・機能向上は、早急に取り組むべき課題であり、省エネルギー製品開発の加速のみならず、幅広い業種に渡っての技術開発に関わる省力化、産業活動全般に渡る省エネルギーに貢献しうるものである。国際競争の現状および内外の技術動向の観点において、本事業の目的は妥当であり、かつ上位の施策・制度の目標達成のための寄与も十分である。本事業は、標準化を見据えたシステム研究であるゆえに、公共性は極めて高く、NEDO の関与が必要とされる。実施期間が 2 年間と短期にもかかわらず、実用化に達した性能を発揮する技術が開発されていることから、費用対効果は十分得られていると認められる。

#### <肯定的意見>

- 国際競争の現状および内外の技術動向の観点においても、“複合計測分析システム研究開発”は、早急に取り組むべき課題である。本課題は、省エネ製品開発の加速のみならず、幅広い業種に渡っての技術開発に関わる省力化、産業活動全般に渡る省エネルギーに貢献しうるものである。本事業の目的は妥当であり、かつ、上位の施策・制度の目標達成のための寄与も十分である。本事業は、標準化を見据えたシステム研究であるゆえに公共性は極めて高く、NEDO の関与が必要とされる。実施期間が 2 年間と短期にもかかわらず、実用化に達した性能を発揮する技術が開発されていることから、費用対効果は十分得られていると認められる。特に、2016 年度末の NEDO プロジェクト（先導研究）で試行適用されたデータ共通フォーマットである XMAIL を多機種装置へ展開し、汎用性の高いフォーマットを実現し、関連ソフトウェアの開発へと展開している。
- 省エネ製品開発の加速化を図るための材料開発に対し、これらを下支えする分析装置およびシステムの性能・機能向上は不可欠のものであり、本プロジェクトで複数の分析装置の結果を組み合わせ新たに着想に基づく複合計測分析システムを開発した点は評価される。
- 従来から今回開発した様な複数の分析装置の結果をユーザフレンドリーに利用できるシステムのニーズはあったが、分析装置メーカー間の競争領域に踏み込む必要があるなど、民間の活動として進めるには克服すべき課題があった。今回 NEDO の事業として進めることで、この点をクリアして進めることが出来た点が評価される。
- 新材料開発において複合的な計測分析技術は必須であり、各種分析技術が高度化する中において、AI を活用した複合分析を実現し、材料開発を加速させるための基盤技術を構築すべく、データフォーマットやサンプルホルダの共通化、ユーザーインターフェースの開発を進めた本事業は極めて重要かつ価値のある取り組みであると評価できる。本事業の目標は公共性が高く、またその達成においては国内の主要な装置メーカーの参加が必須であり、NEDO の関与は適切である。

- ・ 事業目的の妥当性について、省エネ製品開発には、優れた性能を継続して発揮することに加えて、安全性や価格の競争力も求められる。そのため、優れた性能や安全性を有し安価な機能性材料の開発を過酷な競争的市場で進める必要があるため、1社だけで閉じて行うことは困難である。そこで、グローバルに展開し上流から下流まで複数の企業で様々な視点から機能性材料の評価を行い、成分や構造の決定だけ出なく、堅牢性や安全性の評価も平行して進めなければならないことから、迅速なデータ共有とそれらを元にした議論が重要である。この様な観点から、本事業の位置付けは、市場の要望にマッチしており、コロナ禍でリモートアクセスが必要になった現在において、非常に歓迎される成果である。
- ・ 最近、デジタルトランスフォーメーションの施策に関連するデータベース駆動型の材料開発にも、本事業は非常に貢献するタイムリーな成果でその目標達成に大きく寄与すると言える。
- ・ NEDOの事業としての妥当性について、分析機器等は、国内において競争関係にある企業が多いことから、民間の営利企業自身の活動では、データの取り扱いの共通化、標準化は、ユーザーからの要望があっても実現が難しい課題であることから、NEDO事業として十分な妥当性を有しており、当該事業の費用対効果に関しても、今後の市場予測から十分な成果が得られていると考えられる。
- ・ 計測分析機器は科学や産業技術の基盤として非常に重要であることは間違いない。本事業の骨子である「これまで個別の計測分析機器で計測・解析されてきたデータをサイバー空間上で繋ぎ合わせ、多角的に計測する」については、内外の技術動向、特に機械学習などを用いた迅速な材料開発の必要性、という点から高く評価できる。事業開始のタイミングとしても、ちょうど機運が盛り上がりつつある中での実施であり、最適と思われる。また、本事業のような産官学が一堂に会したプロジェクトはNEDOが主導できる(すべき)ものであり、民間活動のみでは実施不能であろう。当該事業の実施により期待される効果は大きい。

#### <改善すべき点>

- ・ “複合計測分析システム”のユーザーは、理工農医歯薬学だけでなく、あらゆる学問分野の研究者であり、あらゆる産業分野の技術者であろう。知識のバックグラウンドが異なる多くの研究者技術者に分かり易く内容を説明することが、本事業の目的に含まれていると期待されるものの、成果において部分的に分かり易く説明をする労力が惜しまれ、専門家向けの説明となっているように見受けられる。
- ・ 海外には、先ず自社内のデータのマルチモーダル化を進めている企業もあるので、事業期間が短縮されたため本事業期間内では困難であったが、システムの国内標準化や国際標準化への展開に期待します。
- ・ 本事業は計測分析機器の相互利用・俯瞰的な運用という点で重要であるが、同時に、計測分析機器自体の開発も積極的に進めるべきであろう。本事業は、優れた計測分析機器が存在することが前提となっているが、計測分析機器に対する支援が削られてい

る現状では、機器の性能が凡庸となりつつあり、これらをいくら繋ぎ合わせても意味が無い。新しい科学は新しい計測分析機器の開発の途中で生まれることも多く、“とんがった”計測分析機器の開発に対する理解・支援がもっとあるべきで、それがやがて産業に結びついていくはずである。



## 2. 2 研究開発マネジメントについて

国内国外の技術動向と市場の動向を踏まえて、明確で適切な戦略目標が設定されている。技術力及び事業化能力を有する実施者が選定され、実用化の担い手又はユーザーが関与する体制が構築されているとともに、指揮命令系統及び責任体制が明確であったことは、適切かつ妥当であると考えられる。

また、各課題に対して、オープン化とクローズ化の方針を内容に応じて設定し、標準化を進める課題とノウハウなどの知的財産として扱う課題が、方針別に管理されたことは適切である。さらに、国際標準化を視野に入れた国内標準化を進める戦略及び計画は妥当である。

加えて、事業期間が短縮されたが、研究開発目標が十分に達成されるよう、研究開発の進捗管理がされたことも妥当であり、評価できる。

### <肯定的意見>

- ・ 国内国外の技術動向と市場の動向を踏まえて、適切な戦略目標が設定されており、目標も明確である。当初の実施予定年限の短縮に対応して適切な研究計画で開発を進めている。技術力及び事業化能力を有する実施者を選定しており、指揮命令系統及び責任体制は明確で機能した。実用化の担い手又はユーザーが関与する体制を構築している。本課題の実施そのものが、デジタルトランスフォーメーション（DX）時代の流れ（社会・経済の情勢変化、政策・技術の動向等）をいち早く察知して進めているものである。
- ・ 複数の機関が関与する新規着想に基づくシステムを計画通り構築したことは、プロジェクトリーダーがリーダーシップを発揮し、研究目標の明確化、妥当な計画の策定、進捗の適切な管理が実行されたことによる成果であると、評価される。（山根分科会長代理）
- ・ 共通データフォーマットについては仕様を十分に議論した上で開発が進められたことが窺える。特に、データのトレーサビリティや不確かさなど、データの信頼性にまで踏み込んで研究開発が実施されたことは、開発したデータフォーマットの普及において鍵となり得る点であり、高く評価できる。研究開発の実施においては、当該分野で競争力を持つ複数の企業の参画していることに加え、産学官の連携が密接に行われており、優れた研究開発マネジメントが行われたと判断できる。
- ・ 研究開発目標やその計画、その目標を達成するための実施体制は、現在の技術動向や社会状況を踏まえて実用化や事業化を念頭にしており適切かつ妥当であると考えられる。
- ・ 事業期間が短縮されたが、研究開発目標が十分に達成される様、研究開発の進捗管理がされており妥当である。
- ・ 事業期間が短縮されたが、国際標準化を視野に入れて国内標準化の活動を進めており、その戦略及び計画は妥当である。
- ・ 各課題に対して、オープン化とクローズ化の方針を内容に応じて設定して標準化を進

める課題とノウハウなどの知的財産として管理する課題を方針別に管理を行ったことは適切である。

- ・ 適切な研究開発目標が設定され、技術力のある実施者が選定されている。研究開発目標に対して広範なテーマが設けられているが、これは新しい技術開発の初期段階における探索的な意味合いもあり、本事業では評価できる。実施者間での連携も良く機能しており、2年間という短期間のプロジェクトという点を考慮すれば、大きな成果を挙げている。

#### <改善すべき点>

- ・ 不確かさの定義や取り扱いには、更に検討が必要と思われる。国内標準化（JIS化）戦略は具体的に見えるものの、国際標準化戦略に具体性があると断言できる材料が十分にあるとは言い難い。
- ・ 開発した共通データフォーマットを早急に普及させるための取り組みがあると良かった。
- ・ 主に、研究開発目標の妥当性について
- ・ 海外の施策について詳述した取りまとめはあるが、企業の動向については、あまり触れられていないこと。
- ・ 探索的なテーマを多数取り上げている点は評価できるが、その一方で、それぞれのテーマに関して、深掘りが十分とはいえない。例えば、共通フォーマットにおける「不確かさ（uncertainty）」の導入は、アイデアとして評価できるものの、まだ具体性が足りない。また、共通フォーマットの普及については一層の努力が必要であろう。

#### <今後に対する提言>

- ・ 戦略的かつ重要な研究開発目標を掲げる本課題は、2年間で期間短縮実施されているが、内容的に継続かつ発展した別のプロジェクトが開始されているとのことであるので、本プロジェクトに課題において得た成果を発展させつつ、積み残した課題を組み入れての実施に大いに期待する。
- ・ 開発したシステムの国内に留まらない海外装置メーカーを含めた分析装置への実装を睨み、国際標準化に向けての活動を進めて欲しい。
- ・ 材料開発は多種多様であり、XMAILや共通ホルダーに対して多様な要求が出てくると思われる。成果の普及において、さらには長期に渡り利用されるためには、これに対応する体勢を構築することが望まれる。オープンウェア化も一案と思われる。また、ユーザーによっては、暗号化は過剰な仕様となる場合も考えられ、複数のバージョンがあると使い勝手の良いデータフォーマットとなると思われる。
- ・ 本事業に参加しなかった企業や分析機器も、是非その標準化の枠組みに今後参加して、日本からデータのマルチモーダル化を発信して、世界規模で省エネ製品開発だけでなく様々な分野の製品開発が加速することを期待する。
- ・ AIを活用したビッグデータ解析にこの成果が重要なプラットフォームとして国内外で

活用されることを期待する。

- 本事業で取り組み始めた共通フォーマットについて、使いやすく普遍的なものとなるよう、後継プロジェクトにおいてさらに議論を深めていただきたい。JIS だけでなく、早い段階で国際標準化に取り組み始めるべきで、まずは大枠の設定を日本主導で進め、細かい修正については後日改訂するぐらいの気持ちで良いのではないかと考える。時機を逸しては当事業を行った意味が無くなる。

## 2. 3 研究開発成果について

短期間にもかかわらず、CPS (Cyber Physical System) 型複合計測分析プラットフォームの基盤となる技術・知見が得られており、目標を十分に達成していると判断できる。特に共通データフォーマットは世界的に例をみない成果である。JIS、ISO での標準化を目指す新たなプロジェクトが始まっており、国際的優位性の確保や成果を普及させる取り組みもみられる。

一方、順調に進捗していると判断される JIS での標準化に関しては、今後、ユーザーの求めるスピード感にいかにか合致できるかが鍵であり、またハードルが高いと予想される ISO 化に関しては、今後の展開を期待したい。

### <肯定的意見>

- ・ 本事業は、当初計画から短縮され 2 年間のみの研究実施期間となっているので、別途継続事業は予定されているが、本事業としては最終目標のみである。掲げられた 3 つの課題 (8 つのサブ課題を含む) のそれぞれにおいて、成果が得られている。特に、(1) データ共通フォーマットである XMAIL の改良と共通プラットフォームの開発は、分析に携わる研究者、技術者が長らく望んできたものである。(2) 複合計測用資料ホルダーの開発と評価についても、関連装置を使う研究者、技術者に望まれてきたものであり、目標とした精度 ( $\pm 3 \mu\text{m}$ ) 以上の性能を実現している。(3) タイヤ材料開発という具体例について、人工知能 (AI) 手法を用いた解析を実施し、これまで手作業で 30 分以上の時間が必要であったところを数秒に短縮できると例示するとともに、これまで気づいていない構造・物性相関を見いだす可能性を示している。
- ・ 何れの課題も当初計画で掲げた目標を達成し、一部課題では目標を上回る成果を挙げている。
- ・ 国際標準化に向けた計画も策定されており、一部進行中である。
- ・ 短期間にもかかわらず、CPS 型複合計測分析プラットフォームの基盤となる技術・知見が得られており、目標を十分に達成していると判断できる。特に共通データフォーマットは世界的に例を見ない成果である。JIS、ISO での標準化を目指す新たなプロジェクトが始まっており、国際的優位性の確保や成果を普及させる取り組みも見られる。
- ・ CPS 型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発に参画した企業とその対象とした装置は、省エネ製品開発の加速化に向けた主たる装置であり、その 14 装置による測定データを XMAIL フォーマットに変換出来るデータコンバータを開発した成果は目標を上回ると言える。
- ・ 統合ビューアーによる 4 社 14 機種のデータを共通に取り扱って、データ共有出来ることは、コロナ禍の中、非常に期待出来る成果であり、after コロナにおいても、グローバルに展開する企業等にとって有力な研究開発のプラットフォームであると言える。
- ・ 共通試料ホルダーを利用したラウンドロビン試験や企業間の試料輸送等、実用化を見据えた取り組みであり、それらは十分実用化に耐えうる妥当な成果を示している。
- ・ メソスケールで機能を発揮する材料等の観察に適した分解能を目標とし、共通試料ホ

ホルダーの位置合わせの研究開発を行い、本事業で対象とした企業間の異なる装置を用いたラウンドロビン試験を行い全てにおいて目標を達成したことは特筆すべきである。

- ・ フィッシュボーンダイアグラムによる様々な条件がどの様に影響するか相関解析を用いて研究課題に取り組んだことは評価出来る。
- ・ 「データ表現」の「不確かさ」をデータに付加して、今後進展するビッグデータ解析やAI解析におけるデータの品質を評価する指標としたことは評価出来る。
- ・ 知的財産として管理する秘密性・安全性を確保したデータ収集と管理技術を開発できたことは、実用化戦略に沿って成果の普及に向けた重要な成果である。
- ・ 事業期間が短縮されたが、知的財産の出願実績や性可の普及に向けた成果発表は、十分な数を有しており評価出来る。
- ・ 設定されている諸テーマに明確な目標(数値目標)が設定されているわけではないが、概念は達成されている。共通試料ホルダーを用いた同一視野計測については、設定された(数値)目標を超えた精度を実現しており、また、このホルダーを用いたラウンドロビン試験など重要な取り組みがすでになされている点は大いに評価できる。

#### <改善すべき点>

- ・ データコンバータが必要と言うことは、元のデータ形式と XMAIL 形式に違いがあるということになるので、コンバートするときのデータ劣化(あっても無くても)に関する注意書きがあつてしかるべきであろう。
- ・ FBD (Fish Bone Diagram、Function Block Diagram) に関する項目は、分かり易く説明する工夫があつて良い。また、XMAIL における不確かさの定義や取り扱いと並列に活用できれば、有用性が増すと思われる。
- ・ 統合ビューアーの画像データの倍率、スケール補正等の機能について、今後改善されることを期待する。
- ・ 成果の普及について、現段階でも活用・実用化できる部分はあるにも関わらず、この点にあまり努力がなされていないようである。一般に向けての情報発信には一層の努力が必要であろう。機械学習を用いた物性予測・設計については成果そのものが不明確と感じた。

#### <今後に対する提言>

- ・ JIS 化(国内標準化)および ISO 化(国際標準化)を計画しており、前者に関しては順調に進捗していると判断される。実施者らのコメントにあった通り、ユーザーの求めるスピード感にいかにか合致できるかが鍵を握るであろう。後者に関しては、ハードルが高いと予想されるが、今後の展開が期待される場所である。
- ・ XMAIL が国内 JIS に制定されて、国際標準化へ進むことを期待しています。
- ・ 産業界の実用化研究がメソスケールだけでなく、ナノスケールへ進展あるいは既に取り組んでいる領域もあるので、共通試料ステージの位置合わせ技術の更なる高度化や冷却に加えて加熱等の様々なアタッチメントの機能付加がなされることを期待します。

- 当事業で先鞭を付けた共通フォーマットの更なる洗練度向上、共通試料ホルダーの実用化、共通フォーマットによる計測結果のビッグデータ化などを積極的に進めて欲しい。

## 2. 4 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて

市販の実用分析装置に開発したシステムが実装可能なこと、また本システムが実装された分析装置を材料開発メーカーが試用し、有用であることを確認していること等、成果の実用化につながる具体的な取組みがなされた点は評価できる。

国内の計測分析装置を製造・販売している企業の製品は、海外にも多くのユーザーがいることから、共通データフォーマット技術が国内において標準化されて国際標準化されれば、今後の分析機器の販売増にも繋がると期待出来る。そのためには、海外を含めた本プロジェクトに参画していない分析装置メーカーの本開発システムの実装がキーとなるので、更なる本開発システムの有用性の PR や国際標準化の推進を期待したい。また、企業ごとに異なる用語（同じ操作を違う名称で呼ぶ等）を、どの様に揃えていくかの戦略は、多数の競争相手がある中で進めなければならない話であり、戦略を持って進めていっていただきたい。

### <肯定的意見>

- ・ 3つの課題それぞれにおいて、部分的には、即、実用化ができる段階にあり、かつ普及と標準化を目指すという実用化戦略は、明確である。
- ・ 市販の実用分析装置に開発したシステムが実装可能なこと、また本システムが実装された分析装置を材料開発メーカーが試用し、有用性を確認していることから、実用化が可能なことは検証されている。
- ・ 標準化を目指すプロジェクトが始まっており、成果の実用化につながる具体的な取組みが見られる。
- ・ 本事業の共通データフォーマット技術は、最近のデジタルトランスフォーメーションの施策の先取りとも言え、現在進行中のマテリアルインフォマティクスや今後のデータ駆動型先端材料開発のマテリアル DX には、必須の成果であると評価でき、国内において広く実用化されることは間違いないと考えられる。
- ・ 企業の研究開発活動の中で重要な、計測分析データの共通データフォーマットにおける秘密保持のための管理技術を開発したことは、実用化に向けた具体的な課題設定として妥当でありその成果は評価出来る。
- ・ サプライチェーン間で、共通試料ホルダーを輸送することを想定して行ったラウンドロビン試験は実用化に向けた取組みとして重要な課題でありその成果は評価出来る。
- ・ 当事業は探索的なフェーズであり、必ずしも成果の実用化を目指したものではないが、共通試料ホルダーなど、実用化が可能な技術が創出されている点は評価できる。

### <改善すべき点>

- ・ 本プロジェクトに参加していない企業を如何にデータ共通フォーマット (XMAIL) 利用に巻き込んでいくか、また、企業ごとに異なる用語（同じ操作を違う名称で呼ぶ等）をどの様に揃えていくかの戦略は、多数の競争相手がある中で進めなければならない

話であり、極めて難しいことは承知しているが、ユーザーにとっては格段の利益が保証される話であるので、戦略を持って進めることが望ましい。

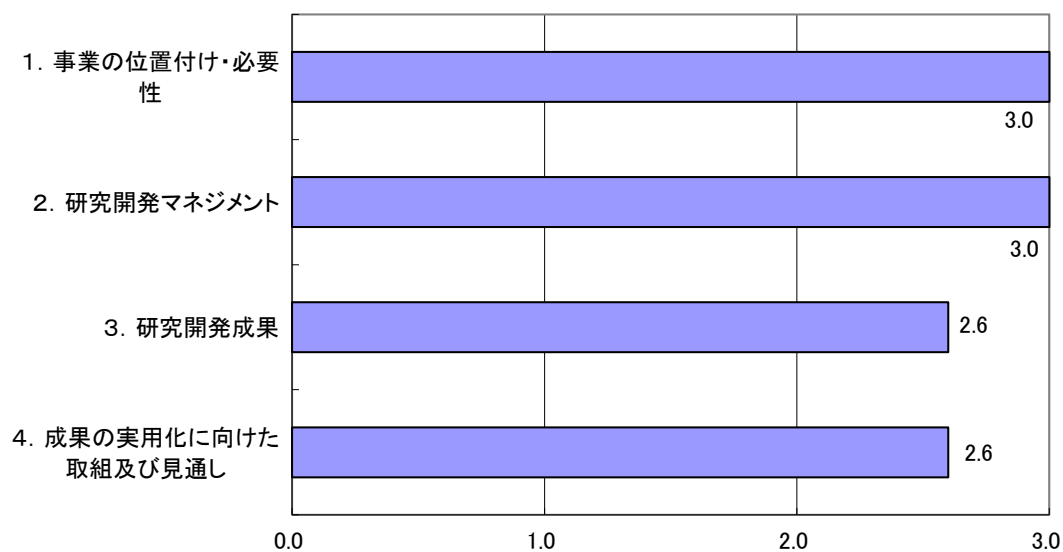
- ・ シンポジウムでの講演や nano tech 2019 における展示などの成果があるが、展示会は参加者にアンケート等をとって想定されるユーザーの意見を集約してフィードバックすることなどが可能であることから、事業途中であるため難しいこともあるが、もっと積極的に広報することも重要であると感じた。
- ・ 成果の実用化に向けた明確な戦略はあまり明確とは言えない。

#### <今後に対する提言>

- ・ 上記改善すべき点の“異なる用語”に関しては、学術用語集を発行する文部科学省やそれに協力する学協会に尽力いただいて、整理していくことが望ましい。
- ・ 本開発システムの実用化を推進する上で、海外を含めた本プロジェクトに参画していない分析装置メーカーの本開発システムの実装がキーとなるので、本開発システムの有用性の PR、国際標準化の推進などを進めて欲しい。
- ・ XMAIL は JIS, ISO における標準化に止まらず、真の世界標準として広く普及させることを目指した戦略を立てると良いと思われる。
- ・ 国内の計測分析装置を製造・販売している企業の製品は、海外にも多くのユーザーがいることから、共通データフォーマット技術が国内において標準化されて国際標準化されれば、今後の分析機器の販売増にも繋がると期待出来る。
- ・ 共通データフォーマット技術は、計測、分析後のデータのマルチモーダル化に主眼をおいているが、放射光での取り組みの様なリアルタイムでのデータ取り組みとサプライチェーン間でのインターネットを通じたリアルタイムでリモート共有する時代にも陳腐化しない技術へ昇華することを期待する。
- ・ 当事業の目標が（少なくとも現段階では）直近の実用化を目指したものではなく、事業期間を考慮しても、「実用化」の成否がプロジェクトの価値に大きく影響するとは考えられない。従って、現段階で実用化の芽が多くないことは十分に許容できる。今後、（当事業を受け継いだ）後継プロジェクトにおいて、共通試料ホルダーやソフトウェアの実用化を進めることを希望する。



### 3. 評点結果



評価項目	平均値	素点 (注)				
		A	A	A	A	A
1. 事業の位置付け・必要性について	3.0	A	A	A	A	A
2. 研究開発マネジメントについて	3.0	A	A	A	A	A
3. 研究開発成果について	2.6	A	A	B	A	B
4. 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて	2.6	A	A	B	A	B

(注) 素点：各委員の評価。平均値は A=3、B=2、C=1、D=0 として事務局が数値に換算し算出。

〈判定基準〉

1. 事業の位置付け・必要性について	3. 研究開発成果について
・非常に重要 →A	・非常によい →A
・重要 →B	・よい →B
・概ね妥当 →C	・概ね妥当 →C
・妥当性がない、又は失われた →D	・妥当とはいえない →D
2. 研究開発マネジメントについて	4. 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて
・非常によい →A	・明確 →A
・よい →B	・妥当 →B
・概ね適切 →C	・概ね妥当 →C
・適切とはいえない →D	・見通しが不明 →D

## 第2章 評価対象事業に係る資料

## 1. 事業原簿

次ページより、当該事業の事業原簿を示す。

「省エネ製品開発の加速化に向けた  
複合計測分析システム研究開発事業」

事業原簿【公開】

担当部	国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機 材料・ナノテクノロジー部
-----	--

# 目次

## 概要

用語集	i
第1章 事業の位置付け・必要性について	1
1. 事業の背景・目的・位置付け	1
1. 1 事業の背景	1
1. 2 事業の目的及び意義	1
1. 3 事業の位置付け	1
2. NEDOの関与の必要性・制度への適合性	2
2. 1 NEDOが関与することの意義	2
2. 2 実施の効果（費用対効果）	2
第2章 研究開発マネジメントについて	3
1. 事業の目標	3
2. 事業の計画内容	6
2. 1 研究開発の内容及び全体スケジュールと予算	6
2. 1. 1 研究開発の内容	6
2. 1. 2 研究開発のスケジュール	18
2. 1. 3 研究開発予算	19
2. 2 研究開発の実施体制	20
2. 3 研究開発の運営管理	20
2. 4 研究開発の実用化に向けたマネジメントの妥当性	21
3. 情勢変化への対応	23
4. 評価に関する事項	26
第3章 研究開発成果について	27
1. 事業全体の成果	27
1. 1 研究開発成果と目標の達成度および成果の意義	27
1. 2 成果の普及と知的財産権等の確保に向けた取り組み	34
2. 研究開発項目毎の成果	37
2. 1 CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発(研究課題1)...	37
2. 1. 1 CPS型複合計測分析用機種対応コンバータの開発(研究課題1-1)...	37
2. 1. 2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題1-2)...	40
2. 1. A 島津製作所	41
2. 1. B 日本電子	45
2. 1. C 日立ハイテク	50
2. 1. D 堀場製作所	57
2. 1. E 住友ゴム工業	65
2. 1. F TDK	65
2. 1. G 理化学研究所	66
2. 2 CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発(研究課題2)...	85
2. 2. 1 CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題2-1)...	85
2. 2. 2 測定位置精密位置合わせ技術の開発(研究課題2-2)...	90
2. 2. A 島津製作所	102
2. 2. B 日本電子	115
2. 2. C 堀場製作所	124
2. 2. D 九州工業大学	132
2. 2. 3 試料前処理技術の開発：均質な試料調製法とその評価法の開発(研究課題2-3)	142

2. 3	AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発(研究課題3)...	158
2. 3. 1	測定データの信頼性向上技術の開発(研究課題 3-1) .....	158
2. 3. 2	相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発(研究課題 3-2).....	174
2. 3. 3	相関解析に向けた AI 活用技術の開発とモデル実証による評価(研究課題 3-3).....	201
<b>第4章</b>	<b>成果の実用化に向けた取組及び見通しについて .....</b>	<b>246</b>
4. 1	マテリアル関連分野における現状と成果の実用化へ向けた戦略.....	246
4. 2	成果の実用化へ向けた次段階での具体的な取組について.....	248
4. 3	成果の実用化の見通し .....	249

(添付資料)

1. 基本計画
2. 事前評価資料

概 要

		最終更新日	2020年9月11日
プロジェクト名	省エネ製品開発の加速化に向けた 複合計測分析システム研究開発事業	プロジェクト番号	P18009
担当推進部/ PMまたは担当者	材料・ナノテクノロジー部 PM 氏名 長島 敏夫 (2019年9月1日～2020年11月現在) 材料・ナノテクノロジー部 PM 氏名 大滝 篤史 (2017年12月25日～2019年8月31日)		
0. 事業の概要	<p>本事業で開発するCPS型複合計測分析システムは有機部材、無機部材の製品開発に活用される。有機部材向けの複合計測分析システムは、複合階層構造解析の目的に活用され、マクロスケールからマイクロ（ナノ）スケールの空間識別能力を有する。具体的には次の計測分析装置群で構成される。（液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、核磁気共鳴装置）。無機部材向けの複合計測分析システムは、粒界構造解析の目的に活用され、主としてマイクロ（ナノ）スケールの空間識別能力を有する。具体的には次の計測分析装置群で構成される。（走査型電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、ラマン分光分析装置、原子間カプローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置）。この2種類をCPS型複合計測分析システムのモデルと位置づけ、次のステップで研究開発を進める。</p> <p>① CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発（以下、課題1） CPS型複合計測分析システムを構成する個別計測分析装置の測定結果に、装置の動作状態、試料の処理など固有の情報を付与し、遡及性、信頼性、再現性を確保してデータの品質保証が可能な共通データフォーマットを開発・策定する。併せて、個々の計測分析装置によるデータを共通データフォーマットに変換するコンバータの開発を行う。更に、サイバー空間に集約されたデータの秘密性・安全性を確保できるデータ収集・管理技術の仕様を作成する。</p> <p>② CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発（以下、課題2） CPS型複合計測分析において同一試料の同一部位を測定可能とするため、各種複数計測分析装置に共通的に利用できる試料ホルダーの開発と精密位置合わせ技術の開発を行う。同時に、共通試料ホルダーを活用した、複合計測分析遂行中の試料環境のセンシング技術の仕様を作成する。</p> <p>③ AIを活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発（以下、課題3） CPS型複合計測分析システムの測定結果の信頼性を向上するため、計測手法毎に主たる不確かさ因子を検討する。次に信頼性の検討結果を踏まえて、マクロ-マイクロ分析の相関解析を基にした複合階層構造解析用の統合ビューアと、マイクロ-マイクロ分析の相関解析を基にした粒界構造解析用の統合ビューアの研究開発を試行する。合わせて、それぞれを、タイヤ材料、および、磁石材料の性能向上を目指す2つの開発事例に適用させ、AI等の技術の活用や統合ビューア用のデータ解析／管理用ソフトウェアツール群の整備を試行することで製品開発サイクルの効率化を表現する複合解析システムを試作開発し、またそれらをモデル事例として評価する。</p>		
1. 事業の位置 付け・必要性について	<p>計測分析機器は、ものづくり産業の発展の源泉であり、その国際競争力を高めることは我が国産業全体の国際競争力を維持・向上させる上で必要不可欠である。内閣府が作成した「科学技術イノベーション総合戦略2017」では、ビッグデータ解析技術、IoTシステム構築技術を含むAI関連技術による、ものづくり現場等における生産性向上の重要性が指摘されている。また、サイバー空間関連技術やフィジカル空間（現実空間）関連技術の開発を横断的に支える技術として先端計測技術が言及されている。その強化にあたっては、計測分析分野における精度・感度・省エネ等の様々な点で、従来技術の課題を解決し、産業へ応用してゆくことの重要性が述べられている。近年、ものづくりの現場では、部素材の組成やナノメートルスケールから製品レベルまでの構造が複雑化することで、構造と機能との相関解析が困難となる状況が増加しており、各種計</p>		

測分析機器データの統合的な解析を容易に行う環境作りが必要となってきた。本事業は、ものづくりの現場において部素材の組成や構造が複雑化・微細化している状況を踏まえて、計測分析技術における喫緊の課題解決を目指す。すなわち、部素材のサブミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータをサイバー空間に集約して統合的な解析を容易に行う環境作りと、ビッグデータや AI 等による高度な解析に向けた基盤技術の開発を行うことを目的とする。合わせて、ものづくり産業（計測分析機器ユーザー）が求める機能（機械特性、電気特性等）を有する部素材の開発を支援するため、CPS（Cyber Physical System）型複合計測分析システムを開発し、部素材研究開発の高度化・効率化などの課題解決に有効であることを検証することを目的とする。

2. 研究開発マネジメントについて

事業の目標	研究開発項目「複合計測分析システムの開発」 【最終目標（2019年度）】 ・電子顕微鏡観察や顕微分光分析、顕微質量分析等、複数の機器において同一試料の観察位置を3μm以下の精度で合わせこむ技術を開発する。 ・各種計測分析機器データフォーマットの統一を図り、ビューア（各種観測データを表示できるソフトウェア）を開発する。					
事業の計画内容	主な実施事項	2018fy	2019fy			
	複合計測分析システムの開発	→				
事業費推移 (会計・勘定別にNEDOが負担した実績額（評価実施年度については予算額）を記載） (単位:百万円) (委託)・(助成)・(共同研究)のうち使用しない行は削除	会計・勘定	2018fy	2019fy			
	一般会計					
	特別会計 (電源・需給の別)	281	102			
	開発成果促進財源	0	0			
	総 NEDO 負担額	281	102			
	(委託)	281	102			
	(助成) : 助成率△/□					
	(共同研究) : 負担率△/□					
開発体制	経産省担当原課	製造産業局産業機械課				
	プロジェクトリーダー	【プロジェクトリーダー】 学校法人早稲田大学リサーチイノベーションセンター教授: 一村 信吾				
	プロジェクトマネージャー	材料・ナノテクノロジー部 氏名 長島 敏夫 (2019年9月1日～2020年11月現在) 材料・ナノテクノロジー部 P M 氏名 大滝 篤史 (2017年12月25日～2019年8月31日)				



	<p>委託先 （助成事業の場合 「助成先」とするなど 適宜変更） （組合が委託先に 含まれる場合は、そ の参加企業数及び 参加企業名も記 載）</p>	<p>委託先：(株)株式会社島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、国立大学法人九州工業大学、国立大学法人名古屋大学、国立研究開発法人産業技術総合研究所、国立研究開発法人理化学研究所 再委託先：(株)日立ハイテクサイエンス、学校法人早稲田大学</p>		
情勢変化への対応	<p>進捗状況や技術推進委員会の結果をふまえ、2018年度に研究開発実施体制を変更した。課題 3-3（相関解析に向けた AI 活用技術の開発とモデル実証による評価）に関する研究開発推進のために、国立研究開発法人産業技術総合研究所の再委託先として、学校法人早稲田大学を追加した。</p>			
中間評価結果への対応	<p>中間評価未実施</p>			
評価に関する事項	事前評価	2017 年度実施 担当部 材料ナノテクノロジー部		
	中間評価	未実施		
	事後評価	2020 年度実施 担当部 材料ナノテクノロジー部		
3. 研究開発成果について	項目	最終目標	成果	達成度
	1. CPS 型複合計測分析用機種対応コンバータの開発（研究課題 1-1）	①CPS 型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する。	NEDO エネルギー・環境新技術先導プログラム「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」で得られた共通データフォーマットを拡張し、4 つのタグ：document、protocol、data、および eventLog を規定し、サイバー空間で遡及性、信頼性、再現性を保証した各分析装置共通の XMAIL データフォーマットの仕様を決定し、共通データフォーマット（Ver.0）を開発した。	◎

		<p>②タイヤ材料開発と磁石材料開発において活用が想定される CPS 型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。</p>	<p>タイヤメーカーと磁石メーカーの要求を反映させて、測定データを前述の XMAIL フォーマットに変換できる各社分析装置(計 14 種類)用のデータコンバータを開発した。変換後の XMAIL ファイルを使用して、後述する課題 3-2 で製作した統合ビューアで、共通に扱えることを確認した。データコンバータを開発した装置(担当計測装置メーカー)は下記の通り</p> <p>【(株)島津製作所】 液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、 液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計</p> <p>【日本電子(株)】 走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、核磁気共鳴装置、蛍光 X 線分析装置、電子線後方散乱回折装置</p> <p>【(株)日立ハイテクノロジーズ】 走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光 X 線分析装置</p> <p>【(株)堀場製作所】 ラマン分光分析装置、蛍光 X 線分析装置</p>	◎
		<p>③放射光施設での測定データと CPS 型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。合せて X 線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。</p>	<p>調査研究の結果から放射光施設のデータシステムに新規にデータフォーマットを相互に変換するコンバータを作成することで、複合計測分析システムと放射光施設のデータを連携させることが最も適切であることを明らかにした。</p> <p>また実験室 X 線源を用いた X 線画像検出器の評価方法を見出すことができた。光子判定しきい値による画素間ばらつきや画素内アンプの時定数などを評価特徴量として掲げている。</p> <p>標準評価プロトコルについて記載する事</p>	○
	<p>2. 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題 1-2)</p>	<p>タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデル事例として、開発したデータコンバータで変換された測定データのインテグリティ(データの完全性)に関し、パラメータの保存性とデータ改変履歴が確保されていることを確認する。これにより、秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ</p>	<p>ユーザ企業である住友ゴム工業と TDK からのデータの秘密性/安全性に関する要望・意見に基づいて、データ収集・データ管理技術に係わる以下の仕様を決定・作成した。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・改竄や差し替えを防ぐため、データファイル全体に XML 署名を行うこととした。</li> <li>・公開したくない装置の中間データは非公開データとして、部分的に暗号化することができる仕様とした。</li> <li>・部分的な暗号化については、XML エlement 暗号技術を使用するものとした。</li> </ul> <p>「パラメータの保存性とデータ改変履歴が確保されて</p>	○

		管理技術の仕様を作成する。	いることを確認する」に関する記述を追加すること。	
3. CPS 型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発 (研究課題 2-1)	走査電子顕微鏡（日本電子(株)、(株)日立ハイテクノロジーズ）、電子線プローブマイクロアナライザ（日本電子(株)）、顕微赤外分光光度計（(株)島津製作所）、ラマン分光分析装置（(株)堀場製作所）間に適用する試料ホルダを開発する。 測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタも搭載可能な仕様を作成する。 水系試料の凍結試料を用いる事で大気等による試料劣化しない試料観察が可能な両社製のクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ（50-100K の温度可変型）を試作し、日本電子(株)、(株)日立ハイテクノロジーズと協力し、汎用化への提案を行う。	<ul style="list-style-type: none"> <li>・同一試料を走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤外分光光度計、ラマン分光分析装置にて測定可能とする共通的な試料ホルダを製作した。この共通試料ホルダが、参画 4 計測機器メーカーの装置における試料観察の際に十分機能することを確認した。</li> <li>・測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能な環境アダプタの仕様を策定し、その仕様に基づく試料輸送用チャンバーを試作した。試料輸送用チャンバーを用いて参画 4 計測機器メーカーによるラウンドロビン試験を実施し、仕様を満たす結果が得られることを確認した。</li> <li>・走査型電子顕微鏡と透過型電子顕微鏡で使用可能な凍結試料を保持する試料ホルダを製作した。</li> <li>・上記試料ホルダにて、水系凍結試料の大気等による試料劣化のない観察が可能であることをクライオ電子顕微鏡により 50-100K の温度範囲で確認した。</li> </ul> 汎用化への提案に関して記載すること	○	
4. 測定位置の精密位置合わせ技術の開発 (研究課題 2-2)	研究課題 2-1 で開発・試作した共通試料ホルダを使用し、複数の機器において位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発する。装置間の位置再現精度は位置合わせマーカーとアライメント法の確立により実現する。 さらに、ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカーとして 3 $\mu$ m 以下の	<ul style="list-style-type: none"> <li>・上記研究課題 2-1 の成果物である試料ホルダに参画 4 計測機器メーカーの装置で観察可能なマーカーを実装し、位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発した。また位置合わせマーカーとアライメント法の確立により、各装置（FTIR、ラマン分光、走査型電子顕微鏡）の位置再現情報が<math>\pm 3.0 \mu\text{m}</math>以内で一致することを確認した。</li> <li>・ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、ナノ粒子によるフィンガープリント法でも蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において<math>\pm 3.0 \mu\text{m}</math>以内の精度が実現できることを確認し、測定位置合わせ技術を開発した。</li> <li>・位置合わせの精度は実際のユーザが使用する装置の状態に依存することになるが、少なくとも位置情報を取得し、観察領域の指定等の作業を容易にすることが可能であることが確認できた。</li> </ul>	◎	

		<p>精度で合わせこむ測定位置合わせ技術を開発する。</p>		
	<p>5. 試料前処理技術の開発：均質な試料調製法とその評価法の開発 (研究課題 2-3)</p>	<p>①安定かつ均一な分散液作製のため、ナノ材料分散に関与する影響因子を抽出し、分散性・均質性の評価手法を検討する。</p> <p>②一次粒子のサイズと形状や二次粒子の形態など、多様な情報を顕微鏡観察で引き出すため、ナノ材料の顕微鏡用基板上展開法について、試料品質を左右する要因を確定し、表面展開試料品質の簡易評価法を確立する。</p>	<p>①液中ナノ材料分散に対する影響因子 FBD として整理した。作成された FBD に基づき、因子間の相関影響評価を実施し、液中分散試料作製に係る重要な影響因子を特定した。さらに調製されたナノ材料分散液を対象とした分散性・均質性の評価方針を確定した。</p> <p>微粒子分散液を基板上に均一に微粒子を表面展開する方法について、その試料品質、すなわち表面展開した試料粒子の分布の均一性について、影響を与える 4 要因を抽出し FBD に整理した。</p> <p>②電子顕微鏡法用には、ナノ粒子のリング状積層物の形成の有無を評価指針とし、リング形成の有無を迅速に評価するナノ蛍光標識方法を開発した。</p> <p>原子間力顕微鏡用には、試料品質の FBD を確定した。またサンドイッチ凍結乾燥法を採用し、白色光斜上照射暗視野顕微法と SEM 計測の複合による高速試料評価法を開発し、良好領域探索のプログラムを確定した。その検証をカーボンブラック試料で行って FBD との関連を概観し、開発の適切性を示した。</p>	○
	<p>6. 測定データの信頼性向上技術の開発 (研究課題 3-1)</p>	<p>タイヤ材料の開発に使われる計測分析法 4 種類 (ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計)、磁石材料の開発に使われる 3 種類 (走査電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分析装置、蛍光 X 線分析装置) の手法について、信頼性に対して大きな影響を与える不確かさ因子を検討し Fish-bone 図(フィッシュボーンダイヤグラム：以下 FBD)の基本骨格をまとめる。</p>	<p>不確かさ因子を FBD にまとめるとともに、実データに基づいて主たる因子の測定結果の信頼性を向上させるため、GC-FID、LC-UV、Py-GC-FID (-MS)、LC-MS を用いた測定での主たる不確かさ因子を明らかにし、FBD にまとめるとともに、実データに基づいて主たる因子の寄与を評価した。GC-FID や LC-UV では主たる不確かさ因子が試料調製の不確かさであること、Py-GC-FID では Py 機種間差や供試料量による差異が結果に影響を及ぼすことをそれぞれ明らかにした。LC-MS では定性分析に影響を与える主たる因子を選定した。</p> <p>略号で示された装置を、目標に記載された装置名称と対応づけること。例) 液体クロマトグラフ質量分析設計 (LC-MS)</p> <p>結晶粒とそれを囲む境界からなる材料についてグレイ境界判定方法を調査した。磁石材料のモデル試料の走査電子顕微鏡 (SEM) ・エネルギー分散型 X 線分析装置 (SEM-EDS) ・蛍光 X 線</p>	○

			<p>分析装置（XRF）測定について、結晶粒境界を判定して結晶粒の面積や形状を測定するときに判定精度に影響を与える因子について検討し、SEM測定に関する因子を抽出して FBD の基本骨格を完成した。また SEM 法によるグレイン境界判定を容易にする試料の前処理方法を開発し、広範な領域の結晶粒境界判定を可能とした。結晶粒の面積や形状測定の精度評価に必要な二次元画像の歪みの評価方法を開発した。</p>	
<p>7. 相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発 (研究課題 3-2)</p>		<p>①AI 活用に必要な解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)を構築する。このため、 【実施計画記載の最終目標】 ①-1 タイヤ材料の研究開発に活用される複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析の相関解析用)を試作し統合ビューアを開発する。 ①-2 磁石材料の研究開発に活用される粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)用統合ビューアを試作し、統合ビューア技術を開発する。</p>	<p>①-1 住友ゴムと島津製作所において、クロマトグラフ、NMR、顕微鏡の各装置のデータコンバートと共に XMAIL 内に特徴量を内包する手法を検討し、データマネージャアプリ、All ビューアアプリ、特徴量ビューアアプリ、テンプレート Editor アプリ、プロパティテーブル・インポータを有し、一般的な Web ブラウザ上で動作可能な Web アプリケーションとして複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアを完成させた。  ①-2 TDK が磁石材料の材料提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出の議論・提案、特徴量をもとにした物性との回帰解析などを行った。この結果を踏まえて、日立ハイテックは SEM、日本電子は SEM および EBSD、堀場製作所はラマン分光顕微鏡のデータをそれぞれ読み込むことが可能な XMAIL 変換テーブルを作製し、粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアを完成させた。加えて、データをローカル環境に置かず CPS 環境(共通サーバー)から引き出し、結果を CPS 環境に戻す構造を構築し、CPS の安全性を確保しつつユーザがストレスなくデータのアップデートと解析が可能になる環境を提供する仕組みを開発した。</p>	<p>◎</p>

		<p>②統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し修正するための可視化ツールを試作する。</p>	<p>②透過型電子顕微鏡画像のみに絞って、ある条件、ある電子顕微鏡で撮影した画像のデータ補償を行い、異なる条件、異なる電子顕微鏡で撮影された画像と比較できるようにするためのデータ補償ツールを開発した。計測・分析条件の違い等を補償して比較検討が可能なデータを提供するデータ補償ツールの成果は、OSDN(<a href="https://ja.osdn.net/projects/eos/">https://ja.osdn.net/projects/eos/</a>)を通して公開した。</p> <p>複数の XMAIL 内に記述された計測・分析のフローをペトリネットと呼ばれる離散分散システムを数学的に表現するための記法である PNML 形式と対応する形で記述することで可視化し、接続がおかしい部分を明確にすることで修正できるツールを XMAIL-Viewer(仮名)として試作した。</p>	○	
	<p>8. 相関解析に向けた AI 活用技術の開発とモデル実証による評価 (研究課題 3-3)</p>	<p>①磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性と相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。</p>	<p>①タイヤ用ゴム材の原料であるゴム材原料の分子量分布推定の精度について、ヘイズ推定を用いた精度と不確かさを定量化する手法についても検討し、マルコフ連鎖モンテカルロ(MCMC)法を用いて分子量分布の不確かさを定量的に評価可能な手法を開発した。</p> <p>磁石材料に関して特徴量がサンプルサイズと比較して多い条件であったため、観測変数間での多変量相関図を作成し、特徴量間の相関係数の大きさにより関係性の強いものを選出し、それを基に数十パターンのパス図を作成した。作成したパス図に関して構造方程式モデリングを用いて相関解析を行い、モデル適合度の高いものを構造化ライブラリとした。</p> <p>また、製品性能を予測する評価項目に関しても、タイヤ材料に関しては材料の熱伝導率、磁石材料に関してはビッカース硬度を新たに示唆することができた。</p>	○	
		<p>②タイヤ材料、磁石材料を対象にファイラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発する。</p>	<p>②ファイラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出を行い、これに基づく解析アルゴリズムを試作開発した。タイヤ材料解析に向けては、ファイラーサイズやファイラー粒間距離などの形態学的特徴量抽出するソフトウェアパッケージを試作開発した。磁石材料開発に向けては、実際の結晶粒界画像から特徴量を自動抽出できるソフトウェアパッケージや、開発した関数パッケージとともに Matlab 機能を利用する新たな変換・表示用ソフトウェアパッケージを試作開発した。</p>	○	



		<p>③タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI 活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。</p> <p>③-1 タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。</p> <p>③-2 磁石材料開発の効率化に向けて、多種の計測分析装置で収集された複合・補間データと粒界構造解析用統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。</p>	<p>③-1 島津製作所を責任機関とする計測機器メーカー4社の協力により、モデル計測データやモデル解析データの授受が可能な複合計測分析システムモデル(複合積層構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたにもかかわらず、住友ゴムによる実証評価を行い、モデルシステムを用いることで、これまで経験的にしか知られていなかった相関関係を明確化することが可能になり、新たなタイヤ材料開発の指針を得ることが可能となった。</p> <p>③-2 日立ハイテクを責任機関とする計測機器メーカー4社の協力により、複合計測分析システムモデル(粒界構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたため、扱える画像解析可能な計測分析装置の種類(機種)を限定する形になったが、Nd系磁石5種類のモデル試料を用いて収集された多量な複合・補間データを活用して、構造と物性の相関を迅速に解明できることを明らかにした。</p>	◎
	投稿論文	0件		
	特許	「出願済」4件		
	その他の外部発表 (プレス発表等)	研究発表・講演：9件		
4.成果の実用化・事業化に向けた取組及び見通しについて	<p>本プロジェクトである「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」では、2機関のユーザー企業が参画し統合的なデータ解析等の検証を行い成果を得ることができた。将来的に、本事業で使用した計測分析装置は2機関のユーザー企業の関連する分野のみではなく、自動車、情報通信機械、医薬品、電気機械、業務用機械、化学、電子部品・デバイス・電子回路などの分野における研究開発で使用される設備である。</p> <p>したがって、本事業の成果をより多くの分野に浸透させることが実用化へ向けた取組として非常に重要であり、次段階で、いくつかの業界団体の参画を含めた体制で実施するプロジェクトを計画しており、国内へ本事業の成果を浸透させるための適切な展開が可能となる。また、さらに広い範囲の関係機関への本事業成果の普及を加速しなければ、世界各国で進められているデータ駆動型研究開発に対する競争力の維持は困難であるため、標準技術として規格化することを計画しており、本事業の成果を実用化へつなげることが可能となる。</p>			

5. 基本計画に関する事項	作成時期	2018年1月 作成
	変更履歴	2019年10月 改訂（研究開発期間の変更による改定）



## 用語集

No.	用語	説明
1	API	Application Programming Interface 下位レベルのプログラムが、上位プログラムから使われるために用意するアクセスのためのインターフェース。複数の関数の形をとることが多い。上位プログラムは下位プログラムが中で何をしているかを知らずとも、APIを呼び出すだけでその機能を利用できるようになる。APIの関数の呼び出し方を決めておけば、下位プログラムが異なる働きをするものに置き換わっても、上位プログラムは修正しなくてもよいというメリットがある。例えば、上位プログラムはあるデータをファイルに書き出すために下位プログラムを呼ぶが、APIを合わせておけばその下位プログラムが「XMAIL形式を書き出すもの」、「HDFS5形式で書き出すもの」を容易に交換可能となる。
2	Cache Storage および Archive Storage	短時間で大量のデータを出力する測定装置からデータを取得するとき、取りこぼしが無いようにするため、高速に読み書きできるCache Storage(キャッシュストレージ)という媒体(メモリなど)に、まずは一時的にデータを書き込み、その後、低速でしか書きこめないArchive Storage(アーカイブストレージ)に徐々に書き込むという方法が取られる。
3	CPS型複合計測 分析	複数種類の計測システムが収集した情報を、サイバー空間でAIなどのコンピューター技術を活用し、総合的な分析すること。定量的、複合的な分析結果に基づいてあらゆる産業へ役立てようという取り組み。CPS(Cyber-Physical System:サイバーフィジカルシステムの略)
4	configファイル	ソフトウェアプログラムで使用する設定ファイルのこと
5	GPFS	General Parallel File System IBMによって開発されたクラスタコンピューティング向けの分散ファイルシステムの1種。多くのスーパーコンピューターのファイルシステムで使われている。クラスターを組む複数のコンピューターが持つストレージ上に、分散させた状態でデータを持たせることができる。それによりデータの冗長性が生じ、さらには並列計算が容易にできるようになる。
6	GUI	Graphical User Interfaceの略。コンピューターの操作の対象が絵で表現されるユーザーインターフェース。マウスなどを使用して、直感的にコンピューターを操作できる。
7	HDF5フォーマット	Hierarchical Data Format Version 5。 階層化された形でデータを保存することができるファイル形式。複数の種類のデータをまとめて保存したり、多次元データを効率的に扱えるメリットがある。種々のプログラム言語からのアクセスも容易。
8	I/O	Input/Outputの略。コンピューター用語で主にファイルの入出力を指す。
9	Matlab	数値解析用ソフトウェアの一つ。Mスクリプトと呼ばれる独自の言語を用いており、Python同様簡単な記述で高度な処理が可能である。統合解析環境のもと、ツールボックスと呼ばれる、目的に特化した専用関数群を組み合わせることで、通常の数値解析のみならず画像処理

		や機械学習を一元的に行える。
10	Mie散乱	光の波長程度以上のサイズの粒子による光の散乱現象。
11	OSDN	日本のオープンソースソフトウェアプロジェクト向けのホスティングサイト。Open Source Development Networkの略。
12	Python および C言語	プログラム言語の種類。C言語は古くからあるコンパイラ言語で、高速性と実行ファイルのコンパクトさ、小回りが利くことがメリットだが、人に分かりやすいというよりプロセッサに分かりやすい低級言語である。比べてPythonは高級言語であり、簡単な記述で高度な処理が可能である。C言語に比べて実行速度は遅いが、高速なライブラリが益々充実してきており、データや画像処理、機械学習においては最も人気のある言語である。
13	RAID6	2台以上のハードディスクを組み合わせることで1台のハードディスクに見せかける技術で、いくつかの種類がある。中でもRAID5は高速性と冗長性の両者を兼ね備えるものだが、RAID6はさらに耐障害性を高めたもの。
14	Rayleigh散乱	光の波長よりも小さいサイズの粒子による光の散乱現象。
15	Semantic Segmentation	画像内の全画素にラベルやカテゴリを関連付けるディープラーニング (Deep Learning) のアルゴリズム
16	SHA-2 (SHA-256 もしくはSHA-512)	ハッシュ値を計算するハッシュ関数には様々な種類がある。歴史的にできるだけ一意のハッシュ値が計算されるように工夫が凝らされてきており、現状最も良く使われているのがSHA-256/SHA-512という関数である。計算されるハッシュ値のビット長により複数種のハッシュ関数があり、その総称をSHA-2と呼ぶ。SHA-1は前世代のハッシュ関数ですでにハッシュ値が一意にならない例が発見されたため、新規には採用されなくなっている。
17	SSL/TLS	SSL (Secure Sockets Layer) / TLS (Transport Layer Security) であり、広く利用されているインターネット上で通信を暗号化する技術。利用者が送信するデータは「公開鍵」を使って暗号化され、サーバ側は「秘密鍵」を使ってそれを解読する仕組み。
18	URI	WebページのアドレスのことをURL (Uniform Resource Locator) と呼ぶが、URIはそれより広い概念で Uniform Resource Identifier の略。XMAIL形式の中では、XMAILファイルの外部に存在する画像データファイルなどの在処を示すタグとして使われ、内容としては相対パス (XMAILファイルから見てどこにあるか) が用いられることが多い。
19	UUID	Universally Unique Identifierの略語。全世界においてユニークとなるID。通常128ビットの整数値で規定されたソフトウェア上でオブジェクトを一意に識別するための識別子である。生成方法は各種あるが、128ビットとすることにより偶然の一致は宇宙規模で考えてもありえないとされる。一般には32桁の16進数の文字列として扱われることが多い。
20	VOCセンサ	揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compounds) を測定するセンサ
21	XMAILガイドライン	XMAILの仕様に加えて使い方の注意点などが記載された文書。XMAILスキーマがあれば仕様は厳密に規定されるが、スキーマはヒューマンリーダブルではないため、仕様書やガイドラインが必要となる。
22	XMLエレメント暗号 技術	XMLを規定しているW3CがXML形式に付帯させる署名も規定している。このうちファイルの一部の要素に対して署名を付ける機能を指す。 <a href="https://www.w3.org/TR/2002/REC-xmlsig-core-20020212/">https://www.w3.org/TR/2002/REC-xmlsig-core-20020212/</a>
23	XML形式	Webページを記載するための言語であるHTML (Hyper Text Markup

		Language)は良く知られているが、そこからより一般的なデータを構造的に記述できるように考えられた言語がXML (eXtensible Markup Language)である。インターネット上で使用される各種技術の標準化推進団体である、W3C (World Wide Web Consortium)によって規定されているオープンな規格である。XMLで書かれたファイルをXML形式ファイルと呼ぶ。
24	XML署名	XMLを規定しているW3CがXML形式に付帯させる署名も規定している。このうちデータファイル全体に署名を付ける機能を本書ではXML署名と呼んだ。正式名称は“enveloped-signature”である。 <a href="https://www.w3.org/TR/2002/REC-xmlsig-core-20020212/">https://www.w3.org/TR/2002/REC-xmlsig-core-20020212/</a>
25	XPath	XML形式ファイルの中で、あるデータの要素にたどり着くためのルートから枝葉までのパスを特定の形式で表した文字列を指す。 例://document/instrument/name
26	ZIP	データ圧縮やアーカイブのためのフォーマットで一般に最も使われている。ZIP形式で圧縮されたファイルを“.zip”を付けたファイル名で表す。圧縮だけでなく暗号化も可能。種々のZIPファイル用読み書きライブラリがあるため、プログラムで実現しやすい。
27	アフィン変換	画像の拡大縮小、回転、平行移動などをまとめて、3×3の行列を使って行う変換
28	アンサンブル計測手法	多数の粒子を含む集合体に対して計測を行う集合体評価手法。個々の粒子を計測する個別評価手法(カウント法)と対比して使用される。
29	安全性(未改変保証、改竄保証)	データファイルを第三者が改ざんできないことを指す。手段としては、元のデータから生成したハッシュ値をデータの一部として埋め込んでおき、もし改ざんを受けた場合、改ざん後のデータから計算したハッシュ値が元のハッシュ値と異なることがわかれば改ざんを発見することができる。また、データ全体をパスワード付きのZIP形式などで圧縮することで改ざんを防ぐ方法もあるが、その場合はデータの可読性が失われる。
30	イオンエッチング(FIB:Focused ion etching)	集束したイオンビームを試料に照射し、加工や観察を行うこと。FIB(集束イオンビーム)加工ともいう。微細加工用ではガリウム(Ga)イオンビームが良く用いられる。
31	インスタンス	実体。概念を表したクラスに対して、その概念に含まれる実体を指す。
32	滴下法ナノ粒子展開	ナノ粒子を含んだ液体を滴下後、乾燥させてナノ粒子が散らばった試料を基板上に得ること
33	液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)	質量分析計(MS)を取り付けた液体クロマトグラフ(LC)。質量分析計(MS)は、分析種をイオン化し、生じたイオンの質量電荷比(m/z)の違いを利用し分離した個々のイオン強度を測定し、イオン強度をグラフ化したマススペクトルから定性分析を行う。MSは、分析種のイオン化を行うことができれば、他の検出器にくらべ高い感度と高い選択性が得られる。
34	外部ファイルのリンク	URIを参照。
35	カセグレン鏡	赤外顕微鏡において微小領域を測定するための対物集光鏡で、凹面鏡と双曲面鏡を組み合わせた、天体望遠鏡などによく使用されるタイプの集光鏡
36	仮想環境	パソコンやサーバなどを構成するリアルなハードウェアの中で、CPUやメモリなどを理論的に分離、仮想化することにより作りだされた、ヴァ

		ーチャルな環境のこと。ここではプラットフォームの違いや利用ハードウェア環境の違いにより生じる面倒な準備を省くために利用される。
37	共通データフォーマット(XMAIL形式)	分析装置から得られるデータは各社ごと、また1社においても装置によってフォーマットが異なっている場合があり、データの相互利用の点で障害となっている。そこで、九州工業大学が提案した種々の分析装置のデータを表現できるフォーマットがXMAIL形式のフォーマットである。この形式はXML形式に準拠しており、XML形式に対して用意されたエディタなどのツール類や暗号化手法を使用することができる。
38	クライオ電子顕微鏡(法)	生体内の構造を染色することなくそのまま凍らせて観察する方法。高性能な透過型電子顕微鏡(TEM)に低温(-160~-270℃)で試料観察が出来る装備(クライオホルダなど)を備えた顕微鏡(による観察法)。
39	クライオポンプ	真空容器内に極低温面を設置することで、その表面に残留気体を凝縮させ捕捉するタイプのため込み式真空ポンプの一つ。真空容器内で動作する装置が無く、また油を利用しないオイルフリーであるため、クリーンな真空が得られる。
40	クラス	複数の実体について、それらを抽象的に表す概念でまとめたもの。
41	蛍光顕微鏡	生体または非生体試料からの蛍光・燐光現象を観察することによって、対象を観察する顕微鏡
42	原子間力プローブ顕微鏡	試料と探針プローブの原子間に作用する力を検出して画像を得る走査型プローブ顕微鏡(SPM)の一種。Atomic Force Microscopeの略称としてAFMと呼ばれることが多い。
43	構造化ライブラリ	従来のような変数を羅列したデータベース形式のライブラリではなく、各変数間の相関性や因果関係を含む構造化されたライブラリ。本研究では得られた変数を用いて、それらの相関性を構造方程式モデリングによりパス解析を行い、得られた結果のパス図の集合を構造化ライブラリと呼ぶ。
44	構造方程式モデリング	重回帰分析と因子分析、パス解析を併せ持つ統計学的解析手法であり、共分散構造分析とも呼ばれる。観測変数間の相関関係だけでなく、観測変数間の関係を解釈する潜在変数を設定可能である。複雑な統計モデルの構造を、変数間の因果関係を矢印で示したパス図を用いて視覚的にわかりやすく表現することが可能である。
45	後方散乱電子回折パターン(EBSD)	約60~70° 傾斜した試料に電子線を照射することで得られる試料表面から約50nm以下の領域の各結晶面の回折パターン。この後方散乱電子回折パターン(EBSD)を解析することで結晶性試料の方位解析の情報が得られ、電子回折法より容易にかつ広い領域の結晶情報を得ることができる。
46	再現可能性	ある測定データが生じた際の測定条件や試料情報をそのデータ内に埋め込むことで、そのデータを追試実験で再現できるようにするための機能。
47	紫外吸光度検出器付液体クロマトグラフ(LC-UV)	紫外吸光度検出器(UV)を付けた液体クロマトグラフ(LC)。紫外吸光度検出器(UV)はLCで最も多く用いられている検出器で紫外域に吸収を持つ成分が測定対象となる。液体中の成分を固定相と移動相の相互作用の差を用いて分離し、紫外吸光度検出器(UV)で検出する。
48	深層学習イメージフィルター	与えられた画像の特定成分を取り除く、弱める、強めるなどの処理をする機能を持つ物をイメージフィルターと呼ぶ。既存フィルターの多くは局所的な画素値(分布)に応じて事前に決められたルール内で処



		理を行うため、適応(汎化)性が劣るが、これは機能そのものを学習するため、柔軟な処理を実現することが出来る。
49	スキーマ	独自のXML形式ファイルフォーマットを作ったときに、そのフォーマットの文法を規定するもの。通常は拡張子 .xsd のファイルに記述し、このファイル自体もXMLで記載する。XMAILフォーマットの文法を規定しているのはXMAILスキーマ(XMAIL.xsd)ということになる。このスキーマファイルを使うことで文法に則っていないファイルのエラーを見つけることができる。
50	遡及性(追跡可能性)	データファイルに書かれているデータがどのように測定され、どのように解析されたものであるかをたどるための機能。XMAIL形式には<eventLog>と呼ばれる領域が確保されており、その中では測定データが取得された際の装置の動作ログが書きこまれている。また、それが解析後のデータであれば、施された解析手順がログとして残される。このログを閲覧することでデータの出自を明確にすることができる。
51	タグ	XMLにおいて、要素の位置を明示したり、要素の属性を表すために記述される文字列。
52	データインテグリティ、DI(Data Integrity: データの完全性)	データの安全性、遡及性を合わせた概念。
53	データコンバータ	各種分析装置から得られる独自のデータフォーマットを共通データフォーマットのXMAIL形式に変換するためのソフトウェアツール。
54	データの唯一性	そのデータが全世界でユニークであることを示すことができること。通常はそのデータに全世界でユニークであるUUIDを付けることでそれを表す。
55	電子線プローブマイクロアナライザ	電子線を対象物に照射する事により発生する特性X線の波長と強度から構成元素を分析する装置。略称:EPMA(Electron Probe Micro Analyzer)
56	独立可用性	データファイルがサイバー空間に移行しデータ単体になっても、計測分析に関わる全ての情報が再現可能性、遡及性、安全性が担保された状態で存在できることをいう。
57	熱分解-水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ(Py-GC-FID))	ガスクロマトグラフィ(GC)で用いられる標準的な検出器である水素炎イオン化検出器(FID)を取り付けた分析装置で、ほぼすべての有機化合物を検出可能である。水素炎イオン化検出器(FID)は、可燃性の有機化合物を水素炎中で燃焼させたときに生成されるイオンをコレクターで捕集し、このときに発生した電流を検出する。
58	ニューラルネットワーク(NN)	脳の神経細胞(シナプス)に見られる特性に類似した数理的モデル。ネットワーク構造を有する脳シナプスが如く、学習によりシナプス間の結合強度を変化させ、問題解決能力を獲得する。
59	ハーメチック導入フランジ	外気を完全に遮断する気密封止構造を持った電流導入端子付きのフランジ。
60	バイナリファイルおよびバイナリデータ	中身が分かるように文字列や数値で記述されたテキスト形式ではなく、情報をできるだけ小さいサイズに収まるように詰め込んだ形式のデータファイル。詰め込んだ方法を知らないと読み出すことができない。ただし、読み出す方法が公開されているJPEGなどの画像データファイルもバイナリデータの1種である。
61	ハッシュ値	大きなデータを一意の短いデータに要約する関数をハッシュ関数と

		言い、それにより計算された値をハッシュ値(=一意の短いデータ)と呼ぶ。大きなデータのうちのほんの一部でも変更されれば異なるハッシュ値が計算されるため、改ざんを検知することができる。
62	ハフ変換	輪郭検出を行うための特徴抽出法の一つ。
63	ビッカース硬度	硬さを表す尺度の一つであり、押し込み硬さの一種である。金属材料や無機材料などに幅広く応用されている。ダイヤモンドでできた剛体(圧子)を被試験物に対して押し込み、そのときにできるくぼみ(圧痕)の面積から硬度を算出する。
64	秘密性(機密性)	データファイルを第三者が閲覧した場合に、データファイル作成者が見られたくない情報を隠すことができるようにすることを指す。例えば、中間的な解析結果を第三者に見せたくない場合、その部分をフォーマット不明なバイナリファイルにして外部にリンクしたり、ファイルの中で部分的に暗号化することで、解読不可能にすることができる。
65	ファラデーカップ	導電性のある金属製のカップで、帯電した粒子を真空中で捕捉する装置。荷電粒子や電子を検出する時に使用される。
66	フィッシュボーンダイアグラム(FBD)	"FBD"は"Fish-Bone Diagram"の略。結果や特性がどのような要因で発生したのかを図式化したもの。魚の骨に似た形のためフィッシュボーンと呼ばれる。品質工学の分野では特性要因図と呼ばれる。
67	フィンガープリント(指紋法)	元々は指紋の照合による個人の識別を連想して用いられる用語で、ここではデータの同一性を証明するためのハッシュ値に代えて、ランダムに試料の一部にバラまいたナノ粒子の蛍光画像のパターンで試料の同一性を保証する方法の事を言う。なお、一般的にはRAMANや蛍光分光法でスペクトルのパターンの一致度から測定試料の同定法でもフィンガープリント法という言葉が用いられることがある。
68	ペトリネット(PNML)	Petri Net。 <a href="https://ja.wikipedia.org/wiki/%E3%83%9A%E3%83%88%E3%83%AA%E3%83%8D%E3%83%83%E3%83%88">https://ja.wikipedia.org/wiki/%E3%83%9A%E3%83%88%E3%83%AA%E3%83%8D%E3%83%83%E3%83%88</a> プレス(丸)とトランジション(縦棒)とアーク(矢印)という単純な3種類の図形を使って、視覚的に事象を記述できるツール。XMAIL形式の中では、データを得た際の測定手順や解析手順を表すために<Protocol>領域にて使用する。自然言語で書くよりも形式的に記述でき、PNML(Petri Net Markup Language)という記述用言語も用意されている。また、PNMLで記述した事象を図形化するツールもいくつか存在する。
69	ホモジナイザ	液体に含まれる粒子を微細、均一にするための装置。高圧式・超音波式など複数の方式が存在する。
70	メタデータ	データを取得した際の条件、あるいは、データのサマリー的な情報を記載したもの。データに対して付加的に用いられる。
71	モルフロジー法(処理)	画像中の対象の輪郭や領域などを決定するときによく用いられる画像処理技術の1種。2値化画像などにおいて画像要素の膨張・収縮演算処理により、ノイズ除去や輪郭抽出によく用いられる。
72	ラウンドロビン(テスト)	箇所間比較試験。同じサンプルを同時に複数の試験所で試験・分析を実施し、統計的に測定値の偏りやばらつきを評価する方法。
73	ラマン分光分析装置	物質に照射された光とは異なる波長に散乱されたラマン散乱光(非弾性散乱光)を分光し、得られたラマンスペクトルにより分子レベルの構造を分析する装置

## 第1章 事業の位置付け・必要性について

### 1. 事業の背景・目的・位置付け

#### 1.1 事業の背景

計測分析機器は、ものづくり産業の発展の源泉であり、その国際競争力を高めることは我が国産業全体の国際競争力を維持・向上させる上で必要不可欠である。内閣府が作成した「科学技術イノベーション総合戦略 2017」では、ビッグデータ解析技術、IoT システム構築技術を含む AI 関連技術による、ものづくり現場等における生産性向上の重要性が指摘されている。また、サイバー空間関連技術やフィジカル空間（現実空間）関連技術の開発を横断的に支える技術として先端計測技術が言及されている。その強化にあたっては、計測分析分野における精度・感度・省エネ等の様々な点で、従来技術の課題を解決し、産業へ応用してゆくことの重要性が述べられている。

近年、ものづくりの現場では、部素材の組成やナノメートルスケールから製品レベルまでの構造が複雑化することで、構造と機能との相関解析が困難となる状況が増加しており、各種計測分析機器データの統合的な解析を容易に行う環境作りが必要となってきた。

#### 1.2 事業の目的及び意義

計測分析技術はものづくり産業の発展の源泉であり、その国際競争力を高めることは我が国産業全体の国際競争力を維持・向上させる上で必要不可欠である。ものづくり現場等における生産性の向上に向けては、ビッグデータ解析技術を含む AI 関連技術の展開が重要であることが、「科学技術イノベーション総合戦略 2017」において指摘されている。

本事業は、上記と、ものづくりの現場において部素材の組成や構造が複雑化・微細化している状況を踏まえて、計測分析技術における喫緊の課題解決を目指す。すなわち、部素材のサブミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータをサイバー空間に集約して統合的な解析を容易に行う環境作りと、ビッグデータや AI 等による高度な解析に向けた基盤技術の開発を行うことを目的とする。合わせて、ものづくり産業（計測分析機器ユーザ）が求める機能（機械特性、電気特性等）を有する部素材の開発を支援するため、CPS（Cyber Physical System）型複合計測分析システムを開発し、部素材研究開発の高度化・効率化などの課題解決に有効であることを検証することを目的とする。

#### 1.3 事業の位置付け

我が国では、国立研究開発法人科学技術振興機構（JST）において、最先端の研究ニーズに応えるため、将来の創造的・独創的な研究開発に資する先端計測分析技術・機器及びその周辺システムの開発を目的に、2004 年度より「先端計測分析技術・機器開発プログラム」が実施されていた。また、2016 年度より、戦略的創造研究推進事業（CREST）の中で、「計測技術と高度情報処理の融合によるインテリジェント計測・解析手法の開発と応用」領域が設定され、AI 等を用いた計測データ解析の研究が行われている。しかし、これらのプログラムは、新規性のある独創的な計測分析機器・技術及び解析手法の開発に主眼が置かれている。

2013 年度には、欧州において導入が始まっているナノ材料規制への対応を可能とするナノ材料の特性評価手法・装置の開発を目指し、国立研究開発法人産業技術総合研究所と国内計測機器メーカーが協力して「ナノ材料の産業利用を支える計測ソリューション開発コンソーシアム（COMS - NANO ; Consortium for Measurement Solutions for Industrial Use of Nanomaterials）」の活動が開始されている。本活動は、計測分析機器の統合を志向する先駆的な取組と言えるが、ナノ材料に限定した活動となっている。

一方、米国では、2011年に新材料の開発に要する期間とコストを半減する事を目的とした Materials Genome Initiative (MGI) 政策が策定された。2014年には MGI 実現に向けた短期目標(マイルストーン)を詳細に定めた Materials Genome Initiative Strategic Plan が発表されている。この方針の下、2011年～2015年合計で5億米ドル以上の予算が、分析計測技術開発を含めたマテリアルズ・インフォマティクスに関する研究に対して投じられている。この中で米国国立標準技術研究所(NIST)が中核となり、研究機関を超えたハイスループット実験データの一元管理に関する手法を検討している。また、各種計測分析機器データの統一化の動きとしては、米国試験材料協会(ASTM)において Analytical Information Markup Language (AnIML)を利用したデータ統合の取り組みが行われている。

また、米国エネルギー省(DOE)の Basic Energy Research においても、放射光施設の各種計測機器や電子顕微鏡の高速化、高精細化により生成する大量のデータを如何に整理し、有意な物理的意味にまで結び付けてゆくかとの観点から、データ処理のワークフローや物理モデルに基づくデータ解析の効率化の研究が行われている。

一方、EUにおいても Horizon2020 の中で、複雑あるいはノイズの大きい実データから、機械学習を用いて物理的な意味を抽出するためのデータ処理の研究が行われており、リモートセンシング等への応用が期待されている。

各方面の動向に加えて、先端材料の研究開発では、超精密な計測分析技術が求められるだけでなく、部素材のマイクロレベルの局所領域における各種計測データを取得し、それらと部素材の機能とを詳細に比較検討するニーズが高まっている。

本事業では、このような開発動向に対応するため、部素材のマイクロレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とする基盤技術の開発を行う。これらを実現するための具体的な基盤技術として、複合計測分析システムの開発に注目し、産学官が協調・連携して取り組み、これらを技術の核として新しい計測分析機器の開発に応用していく。

## 2. NEDO の関与の必要性・制度への適合性

### 2.1 NEDOが関与することの意義

本事業で開発される技術は、我が国が強みを有する素材開発技術、更には次世代ものづくりを支えるものであり、将来性が極めて高い。構造部材(カーボンコンポジット等)などの高性能化や、高効率製造技術の確立に寄与し、最終的に省エネに大きく貢献することが期待されるため、国民や社会のニーズを的確に反映している。

また、開発した技術を、研究現場に限らず、開発・生産技術段階から量産へ向けたあらゆるシーン(生産、流通、故障解析等)に展開して、新規の市場の創出・獲得に繋げることが必要であり重要である。しかし、これを実現するためには、計測分析機器メーカー同士の連携、ユーザとの連携、研究機関との連携、長期かつ多額の研究開発費が必要となり、民間企業のみで実施することは困難であるため、国費を投入し、産学官の連携で実施する必要がある。

### 2.2 実施の効果(費用対効果)

本プロジェクトは、事業期間2年間、事業規模3.7億円で実施された委託事業である。本事業は、部素材の組成や構造が複雑化・微細化している状況を踏まえて、ユーザが求める計測分析技術における課題解決を目指すために、研究開発項目「複合計測分析システムの開発」を実施した。本研究開発項目を達成することで、以下の効果が予測される。なお、売上、効果は全て2030年度の推定値である。



- (1) プロジェクト費用の総額 3.7億円(2年間)
- (2) 売上予測 1400億円/年  
(新規市場創出効果として)
- (3) CO<sub>2</sub>削減効果 11万tCO<sub>2</sub>/年  
(制御機器使用電力削減の効果として)

## 第2章 研究開発マネジメントについて

### 1. 事業の目標

#### [アウトプット目標]

本プロジェクトでは、ユーザが求める機能(機械特性、電気特性等)を有する部素材の開発を支援するための複合計測分析システム(部素材のマイクロレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とするハード・ソフトウェアプラットフォーム)を開発する。

#### [アウトカム目標]

2013年における世界の計測分析機器市場4兆円の内、日本メーカーのシェアは10%となっている。2030年時点で予想される9兆円の世界市場において、日本メーカーのシェア拡大に貢献するため、本プロジェクトで開発する革新的基盤技術(複合計測分析システム等)を活用した計測分析機器の普及を目指す。

省エネルギー効果として、複合計測分析システムの普及による低電力化、作業効率向上効果等により、2030年には11万t/年(制御機器使用電力の32%)のCO<sub>2</sub>削減を、また、新規市場創出効果として、計測分析機器とソフト開発で1,400億円を目指す。

#### [テーマの開発目標]

研究開発項目「複合計測分析システムの開発」

##### 【基本計画最終目標(2019年度)】

- ・電子顕微鏡観察や顕微分光分析、顕微質量分析等、複数の機器において同一試料の観察位置を3μm以下の精度で合わせこむ技術を開発する。
- ・各種計測分析機器データフォーマットの統一を図り、ビューア(各種観測データを表示できるソフトウェア)を開発する。

本事業で開発するCPS型複合計測分析システムは有機部材、無機部材の製品開発に活用される。有機部材向けの複合計測分析システムは、タイヤ材料の研究開発に不可欠な複合階層構造解析の目的に活用され、マクロスケールからマイクロ(ナノ)スケールの空間識別能力を有する。具体的には次の計測分析装置群で構成される。(液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、核磁気共鳴装置)。無機部材向けの複合計測分析システムは、磁石材料の研究開発に不可欠な粒界構造解析の目的に活用され、主としてマイクロ(ナノ)スケールの空間識別能力を有する。具体的には次の計測分析装置群で構成される。(走査型電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、ラマン分光分析装置、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置)。この2種類をCPS型複合計測分析システムのモデルと位置づけ、次の研究開発課題毎に、下記の最終目標(2019年度)を設定する。

課題1: CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発

(課題1－目標①)CPS 型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する。

(課題1－目標①に対する根拠)

必要とされる情報を網羅した共通データフォーマットを開発することで、各分析機器データフォーマットとの統一化を図ることが可能となり、複数の計測手法による統合解析に繋がる。

(課題1－目標②)タイヤ材料開発と磁石材料開発において活用が想定される CPS 型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。データコンバータを開発する計測分析装置は下記を網羅することとする。

【(株)島津製作所】

液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計

【日本電子(株)】

走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナ

ライザ、核磁気共鳴装置、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置

【(株)日立ハイテク】

走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置

【(株)堀場製作所】

ラマン分光分析装置、蛍光X線装置

(課題1－目標②に対する根拠)

研究開発に使用する異なる計測分析機器の測定データを、共通データフォーマットに変換するためのデータコンバータは必要である。

(課題1－目標③)タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデルとして、開発したデータコンバータで変換された測定データのデータインテグリティ(データの完全性:以下DI)に関し、パラメータの保存性とデータ改変履歴が確保されていることを確認する。これにより秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。

(課題1－目標③に対する根拠)

共通データフォーマットに変換されたデータは、そのままでは容易に読み出し書き出しが可能のため、データ秘密性・安全性を確保することは重要である。

(課題1－目標④)CPS 型計測分析の高度化を目指して、放射光施設での測定データとCPS 型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される 機能・性能を明らかにする。合わせて X 線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。

(課題1－目標④の根拠)

ラボベースでの計測分析データの共通化を進めた後に、より高度な最先端機器を所有し外部解放している大型施設での測定データとの連携、共通化が行われるためには必要である。

課題2: CPS 型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発

(課題2－目標①)各種分析装置間に適用する試料ホルダを開発する。複数の機器において位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発する。

(目標2－目標①の根拠)

材料開発を主としたユーザは、観察装置、分析装置、計測装置を横断的に活用してそれらのデ

ータをもって総合的な判断を下している。そのために必要な、同等な試料で、試料観察位置情報を同等にすることを可能にする。

(課題2-目標②)測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタも搭載可能な仕様を作成する。

(課題2-目標②の根拠)

開発された新材料の計測では計測中の試料状態を把握し、その情報を計測データと同時に取得することで、CPS型複合計測分析の精度を高めることが期待される。計測装置で分析している際に温度、湿度、ビーム照射量などが把握できれば、材料特性の評価に効果があることが判明している。

(課題2-目標③)装置間の位置再現精度は位置合わせマーカとアライメント法の確立により実現し、さらに、ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカとして $3\mu\text{m}$ 以下の精度で合わせこむ測定位置合わせ技術を開発する。

(課題2-目標③の根拠)

材料開発を主としたユーザは、観察装置、分析装置、計測装置を横断的に活用してそれらのデータをもって総合的な判断を下している。そのために必要な、同等な試料で、試料観察位置情報を同等にすることを可能にする。

課題3: AIを活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

課題3-1: 測定データの信頼性向上技術の開発

(課題3-1目標)タイヤ材料の開発に使われる計測分析法4種類(ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計)、磁石材料の開発に使われる3種類(走査電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、蛍光X線分析装置)の手法について、信頼性に対して大きな影響を与える不確かさ因子を検討しFish-bone図(フィッシュボーンダイアグラム:以下FBD)の基本骨格をまとめる。

(課題3-1目標の根拠)

ビッグデータ解析に基づく材料特性評価の確度を高めるためには、解析に用いる定量値の信頼性の数値化が重要である。定量値の信頼性を数値として取り扱いたい場合、計測手法毎に主たる不確かさ因子を同定し、測定値に紐づけることは有効な手段である。

課題3-2: 関連解析に向けた統合ビューア作成技術の開発

(課題3-2目標①)複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の関連解析用)の統合ビューアと、粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の関連解析用)統合ビューアの2種類を試作し統合ビューア技術を開発する。

(課題3-2目標①の根拠)

複合計測分析システムを構成する個々の計測分析装置の測定結果を共通的にハンドリングし、関連解析に向けて解析結果を視覚化するための統合ビューアは必要である。

(課題3-2目標②)統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し、修正するための可視化ツールを試作する。

(課題3-2目標②の根拠)

統合ビューアで活用される画像データに対して、計測・分析条件の違いなどを補償して比較検討が可能補償ツールは必要である。そのためにも計測・分析方法等のフローを可視化するツールも必要である。

課題3-3 関連解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価

(課題3-3目標①)磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等

の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性との相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。

(課題3-3目標①の根拠)

材料開発のための相関解析に向けたAI活用技術のためには、構造化ライブラリ、製品性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定することは必要である。

(課題3-3目標②)タイヤ材料、磁石材料を対象にフィラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発する。

(課題3-3目標②の根拠)

材料開発のための相関解析に向けたAI活用技術のためには、材料に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムは必要である。

(課題3-3目標③)タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

(課題3-3目標③の根拠)

開発した統合ビューアを活用し、複合計測分析システムモデルの評価を行い、モデル部素材の構造と物性の相関を解明できるか検証することで、実際の材衣製品開発に貢献できることを導き出せる。

## 2. 事業の計画内容

### 2.1 研究開発の内容及び全体スケジュールと予算

#### 2.1.1 研究開発の内容

##### 2.1.1.1 研究開発内容の概要

新しい機能性部素材の発見や更なる高性能化のためには、複数の素材を最適に組み合わせ、ナノメートルからマクロレベルで制御することが必要であり、様々な計測分析機器を駆使して、組成・構造・形状等、異なる計測分析機器から得られる多数のデータを複合的に解析し、高性能を実現する条件を導き出す必要がある。

これら研究開発には、超精密な計測分析技術が求められるだけでなく、部素材のマイクロレベルの局所領域における種々の計測分析結果を総合的に解析し、開発に活かす必要がある。しかし、部素材の組成やナノメートルスケールから製品レベルまでの構造が複雑化することで、構造と機能との相関解析が困難となる状況が増加している。このため、部素材のマイクロレベルの局所領域における各種計測データを取得し、それらと部素材の機能とを詳細に比較検討するニーズが高まっている。

本研究開発では、AI等による各種計測データの統合的な解析を行うための環境作りとして、日本メーカーの強みである各種計測分析機器(電子顕微鏡、質量分析装置、X線分析装置等)の観測位置のトレーサビリティ確保等のシステム開発、データフォーマットの統一、ビューア(各種観測データを表示できるソフトウェア)開発を行う。さらに、ユーザが求める機能(機械特性、電気特性等)を有する部素材の開発を支援するため、部素材のマイクロレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とする複合計測分析システムを開発する。このため、研究体制にユーザ企業を組み入れ、実効性のある複合計測分析システムの開発と早期の実用化を図る。また、必要に応じて、周辺技術の調査研究を実施する。



上記開発を達成するために、以下の3つの技術課題の解決を目指す。

- ① CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発(以下、研究課題1)  
CPS 型複合計測分析システムを構成する個別計測分析装置の測定結果に、装置の動作状態、試料の処理など固有の情報を付与し、遡及性、信頼性、再現性を確保してデータの品質保証が可能な共通データフォーマットを開発・策定する。併せて個々の計測分析装置によるデータを共通データフォーマットに変換するコンバータの開発を行う。更に、サイバー空間に集約されたデータの秘密性・安全性を確保できるデータ収集・管理技術の仕様を作成する。
- ② CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発(以下、研究課題2)  
CPS 型複合計測分析において同一試料の同一部位を測定可能とするため、各種複数計測分析装置に共通的に利用できる試料ホルダの開発と精密位置合わせ技術の開発を行う。同時に、共通 試料ホルダを活用した、複合計測分析遂行中の試料環境のセンシング技術の仕様を作成する。
- ③ AIを活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発(以下、研究課題3)  
CPS 型複合計測分析システムの測定結果の信頼性を向上するため、計測手法毎に主たる不確かさ因子を検討する。次に信頼性の検討結果を踏まえて、マクロ-マイクロ分析の相関解析を基にした複合階層構造解析用の統合ビューアと、マイクロ-マイクロ分析の相関解析を基にした粒界構造解析用の統合ビューアの研究開発を試行する。合わせて、それぞれを、タイヤ材料、および磁石材料の性能向上を目指す2つの開発事例に適用させ、AI 等の技術の活用や統合ビューア用のデータ解析/管理用ソフトウェアツール群の整備を試行することで製品開発サイクルの効率化を表現する複合解析システムを試作開発し、また それらをモデル事例として評価する。

## 2. 1. 1. 2 研究開発内容の詳細

2. 1. 1. 2. 1 研究課題1: CPS 型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発  
担当:(株)島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、九州工業大学、理化学研究所

本事業では、CPS 型複合計測分析に不可欠な、測定結果の遡及性、信頼性、再現性など測定結果の品質を保証する情報付与が可能な共通データフォーマットを最適化し、個々の計測分析装置によるデータを共通データフォーマットに変換するコンバータの開発を行う。更に、サイバー空間に集約されたデータの秘密性・安全性を確保できるデータ収集・管理技術の仕様を作成し、CPS 型複合計測分析用のデータプラットフォームを構築する。

### 2.1.1.2.1.1) CPS 型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題 1-1)

担当:(株)島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、九州工業大学、理化学研究所

#### ①共通データフォーマットの作成

NEDO エネルギー・環境新技術先導プログラム(2016-2017 年度)「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」(以下先導プログラム)において 開発した共通データフォーマットを基に、計測分析機器メーカー(4社)と九州工大が連携しながら、改良型の共通データフォーマットを構築し、その最適化を行う。開発する共通データフォーマットは、前述の先導プログラムで検討した XML 対応を基礎として、データ品質を保証する4つの観点(データの唯一性、再現可能性、遡及性、未改変保証)をデータに付与した XMAIL 形式をさらに発展させて、同プログラムで検討したナノ粒子解析分野以外の応用分野および使用される計測分析機器群にも対応したものとする。

#### ② CPS 型計測分析を実現するための各機種データコンバータの作成

前項目で規定した共通データフォーマットに則し、素材・部材メーカー(2社)において、研究開発に使用する異なる計測分析機器の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。開発では、各社の各計測分析機器からのデータ変換を容易にする変換ライブラリの作成を行い、新たな計測分析機器を共通データフォーマットに対応させることを容易にする開発環境の整備を進める。

### ③ CPS 型計測分析の高度化のための調査研究

CPS 型複合計測分析を推進し高度化するため、より高度な最先端機器を所有し外部開放している理化学研究所の放射光施設での測定データと計測分析機器の測定データを連携させるための調査研究を行う。Spring-8 の次世代高速画像検出器を計測分析機器に将来搭載した場合を念頭に、本事業の新データフォーマットが次世代高速画像検出器に対応できるようにするための調査研究を行う。

計測分析機器メーカー(4社)と九州工大は、連携して改良型の共通データフォーマットを構築して、その最適化を行う。

計測分析機器メーカー(4社)は、下記分析機器のデータコンバータを開発する。

#### 【株式会社島津製作所】

液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計

#### 【日本電子株式会社】

走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分光装置、電子線プローブマイクロナライザ、核磁気共鳴装置、蛍光 X 線分析装置、電子線後方散乱回折装置

#### 【株式会社日立ハイテク】

走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光 X 線分析装置

#### 【株式会社堀場製作所】

ラマン分光分析装置、蛍光 X 線分析装置

住友ゴム工業と TDK は、データコンバータ作成のために、これまでに取得した実データの提供及び必要なデータを新たに取得するとともに、データに付加すべき情報の選定及び検証を行う。

理化学研究所は、放射光施設での測定データと計測分析機器の測定データを連携させるための調査研究と次世代検出器を計測分析機器に将来搭載した場合を念頭に、本事業で作成する共通データフォーマットが次世代検出器に対応できるようにするための調査研究を行う。合わせて X 線画像検出器の標準評価プロトコルの実験を含めた検討を行う。

#### <2018 年度の実施内容>

- ・ 先導プログラム成果を活用して共通データフォーマット改良仕様を検討し作成する。
- ・ 上記の共通データフォーマットを基に対象装置(液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分析装置、ラマン分光分析装置)のデータコンバータの試作。
- ・ 放射光施設での測定データと計測分析機器の測定データを連携させるための調査研究次世代検出器を計測分析機器に将来搭載した場合を念頭に、本事業の新データフォーマットが次世代検出器に対応できるようにするための調査研究、および X 線画像検出器の標準評価プロトコルの実験を含めた検討。

#### <2019 年度の実施内容>

- ・ 対象各装置におけるデータコンバータを開発

以下装置のコンバータを試作する。

液体クロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計、電子線プローブマイクロアナライザ、核磁気共鳴装置、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光 X 線分析装置、電子線後方散乱回折装置

- ・ 開発したデータコンバータの課題抽出

統合ビューアと共に試用することで、各種装置で不足する情報を追加する。また、外部ファイルのリンクに必要な技術課題を洗い出す。

#### 2.1.1.2.1.2) 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題 1-2)

担当: (株)島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、九州工業大学

研究課題 1-1 で作成する共通データフォーマットに従い変換されたデータは、そのままでは容易に読み出し書き換えが可能のため、秘密性・安全性の確保が必須となる。本プロジェクトでは、計測分析データの改ざんや差し替えなどからデータインテグリティ(Data Integrity: データの完全性:以下 DI と略す)を確保するために、データの変更履歴の記録やデータの必要な項目に鍵をかけることが可能な技術についても検討を行い、共通データフォーマットおよびコンバータの開発に反映する。

計測分析機器メーカー(4社)と九州工大は、連携して DI を確保したデータの秘密性および安全性のためのデータ収集技術、データ管理技術の調査を行い、共通データフォーマットおよびコンバータの仕様を作成する。

住友ゴム工業と TDK は、それぞれタイヤ材料開発と磁石材料開発におけるデータの秘密性および安全性に関してユーザの立場からの仕様提案を行う。

#### <2018 年度の実施内容>

- ・ データの秘密性・安全性に関してユーザの立場から住友ゴム工業と TDK の提言を受け、DI を確保したデータ収集管理方法を検討し、仕様を作成する。  
なお、本課題は、2018 年度末で終了した。

#### 2.1.1.2.2 研究課題 2: CPS 型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発

担当: (株)島津製作所、日本電子(株)、(株)堀場製作所、(株)日立ハイテク、九州工業大学、産業技術総合研究所

CPS 型複合計測分析による統合解析に向けて、構成要素である各種計測分析装置が付与する個別情報の“同等性”の確保を目指した研究開発を行う。この場合の同等性とは、各装置間で、同一位置を観察すること、計測、観察環境が同じであること、または対象とする試料を均質化して計測することである。

そこで本課題では、試料ホルダ、試料状態モニタの共通化技術の仕様検討、測定位置精密位置合わせ技術と試料前処理技術の開発を行う。一つは、測定位置を物理的に揃える(同一試料の同一部位を測定可能とする)ことで同等性を保証するための、各種計測分析装置に共通的な試料ホルダの開発と精密位置合わせ技術の開発である。他の一つは、空間的に一様・均質な試料を準備することでナノ構造を有する原材料に対する特性評価(キャラクタリゼーション)の同等性を保証するための、試料前処理技術の開発である。合わせて、CPS 型複合計測分析を遂行中の試料環境のモニタリングを行うためのセンシング技術の仕様を作成する。3つのサブ研究課題 2-1、2-2 および 2-3 に分けて遂行する。

#### 2.1.1.2.2.1) CPS 型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題 2-1)

担当: ㈱島津製作所、日本電子㈱、㈱日立ハイテク、㈱堀場製作所、九州工業大学

#### ①試料ホルダ共通化技術

材料開発の加速化を実現するには、ユーザが各分析装置で得られた同一試料のデータを用いて、複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)を行うことが必要である。しかし、多くの分析装置メーカーでは計測装置に適応した独自の試料ホルダを作製していることから、メーカーや手法が違う装置では、測定試料を測定装置の試料ホルダに取り付け直す必要があった。ユーザ側では試料取り付けの際に測定試料の損傷、紛失が発生する問題が発生している。また、各分析装置の測定者(担当者)が違うケースも多く、試料情報が正しく伝わらない、試料を取り違えるなどの問題も発生している。これら問題を解決するために、異なる計測装置で利用できる共通試料ホルダの試作を行い共通試料ホルダの規格化(標準化)を目指す。また、装置間、ユーザの部署間で試料が移動しても、試料の識別を間違いないよう、共通試料ホルダに試料の同一性(UUID)を保証する識別マーカを付与する。識別マーカは、CPS 型複合計測分析に対応可能な仕様をユーザと検討し決定する。さらに、大気暴露すると試料特性が変化する材料(例:Li イオン電池関連材料など)を装置間で運搬する雰囲気遮断可能なキャリーケースも試作する。

#### ②試料状態モニタ技術

開発された新材料の計測では計測中の試料状態を把握し、その情報を計測データと同時に取得することで、CPS 型複合計測分析の精度を高めることが期待される。これまで、生物試料などを生の状態に近い状態で観察するクライオ法では、試料温度をモニタし試料表面に付着する氷の有無を確認しながら観察している。また、電子顕微鏡などで X 線分析する際には、フェラデーカップを用いて照射する電子線量を把握している。計測装置のユーザにヒアリングした結果、計測装置で分析している際に温度、湿度、ビーム照射量などが把握できれば、材料特性の評価に効果があることが判明した。

そこで、研究課題 2-1①で開発する共通試料ホルダに搭載する試料近傍の温度、湿度およびビーム照射量が測定可能なアダプタの方式について仕様を作成する。

#### <2018 年度の実施内容>

担当: ㈱島津製作所、日本電子㈱、㈱日立ハイテク、㈱堀場製作所

- ・ 走査電子顕微鏡(日本電子㈱、㈱日立ハイテク)、電子線プローブマイクロアナライザ(日本電子㈱)、原子間力プローブ顕微鏡(㈱日立ハイテク)、顕微赤外分光光度計(㈱島津製作所)、ラマン分光分析装置(㈱堀場製作所)のステージ移動量、試料サイズを考慮した共通試料ホルダの仕様検討および試作品を作製する。
- ・ 上記の共通試料ホルダに試料の同一性を保証する識別マーカの方式を計測装置メーカーで検討する。
- ・ 試料環境(温度、湿度、ビーム照射量)の把握を可能とするアダプタの技術調査と仕様を検討する。

担当: 九州工業大学

- ・ 他の計測に利用する共通試料ホルダを先端部で共有し、計測によるダメージの軽減を視野に入れた、同一試料、同一視野計測が可能なクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ(50-100K の温度可変型)の設計とプロトタイプ開発を行う。

#### <2019 年度の実施内容>

担当: ㈱島津製作所、日本電子㈱、㈱日立ハイテク、㈱堀場製作所

- ・ 2018 年度で試作した共通試料ホルダの検証、課題抽出、および試作品を改良する。また、雰囲気遮断ホルダの方式について計測装置メーカーで検討し仕様を作成する。
- ・ 試料の同一性を保証する識別マーカの付与とその方式を検討し仕様を提案する。
- ・ 試料環境測定アダプタ(温度、湿度、ビーム照射量)の仕様を作成する。



担当:九州工業大学

- ・ 2018年度で試作したクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ(50-100Kの温度可変型)の改良と評価(試料ステージのドリフト量、振動量、達成温度および達成温度の安定性、共通試料ホルダ上でホルダ座標系が指定されたグリッドの観察とその相対位置の決定等)を行う。

#### 2.1.1.2.2.2) 測定位置精密位置合わせ技術の開発(研究課題 2-2)

担当:㈱島津製作所、日本電子(株)、㈱日立ハイテク、㈱堀場製作所、九州工業大学

複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)では、試料の特性を正確に把握するために異なる計測装置で同一試料の同一箇所を測定することが必要である。しかし、現在は異なる装置間でのアライメント手法などの手順が規格化されていない。そこで、本事業では、各計測装置のステージ座標補正を行うためのアライメントマーカを共通試料ホルダに付与する。サブミクロンでの位置再現精度を実現するために、アライメントマーカの形状、位置を検討する。ユーザ企業からは、複合階層構造解析で走査電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡と顕微赤外分光光度計での相関解析が望まれている。粒界構造解析では、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、原子間力プローブ顕微鏡での相関解析のニーズが高い。本課題では、共通試料ホルダに位置精度を向上するためのマーカを付与し、異なる装置間で座標校正を行い、同一箇所の測定を再現させる。

先導プログラムで、調査研究で共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行ったところ、最大で 50  $\mu\text{m}$  程度の位置再現性であることが判明している。これは、マーカの大きさや手順が規格化されていないことが要因と推測される。そこで、本課題では、各計測装置メーカーが位置再現性の向上を実現するマーカの仕様と蛍光顕微鏡像と電子顕微鏡像を用いた自動アライメント手法を開発する。さらに、透過電子顕微鏡との相関解析を実現するために、ファインアライメントに必要なマーカの検討を行い、ユーザが容易に位置再現できるよう自動で実施可能なアライメント手法(アルゴリズム)を開発し標準化を目指す。

九州工業大学は、ナノ粒子を分散した試料分散基材を作成し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡を用いて、同一視野を精度良く(3  $\mu\text{m}$  以下)決定するためのアルゴリズムを提案する。加えて、同試料分散機材を利用して、同一試料性を保証するためのフィンガープリント技術を提案する。

#### <2018年度の実施内容>

担当:㈱島津製作所、日本電子(株)、㈱日立ハイテク、㈱堀場製作所

- ・ 走査電子顕微鏡(日本電子(株)、㈱日立ハイテク)、電子線プローブマイクロアナライザ(日本電子(株))、原子間力プローブ顕微鏡(㈱日立ハイテク)、顕微赤外分光光度計(㈱島津製作所)、ラマン分光分析装置(㈱堀場製作所)および課題 2-1①で試作する共通試料ホルダを用いて、位置再現性を向上させるための課題を抽出し改善法を計測装置メーカーで検討する。

担当:九州工業大学

- ・ ナノ粒子を分散した試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡を用いて観察し、同一視野計測のための基材の基礎データを収集する。
- ・ マーカ配置(各種顕微鏡による観察)によるフィンガープリント技術の調査研究を行う。

#### <2019年度の実施内容>

担当:㈱島津製作所、日本電子(株)、㈱日立ハイテク、㈱堀場製作所

2018年度に作製した共通試料ホルダでは、試料の向き(上下)の確認を目視で行えないため、上下を判断可能なマーカを付与する。また、位置再現性を向上させるアライメントマークの形

状、個数を最適化し、アライメント精度を向上する手法(アルゴリズム)の仕様を作成する。

担当:九州工業大学

- ・ 分散したナノ粒子をマーカとして、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡の画像間のマーカ相関から共通座標位置を求め、3000nm以下の精度を目指す。
- ・ マーカ配置によるフィンガープリント技術により、同一試料保証のためのツールのプロトタイプを作成し、検証する。

2.1.1.2.2.3) 試料前処理技術の開発:均質な試料調製法とその評価法の開発(研究課題 2-3)

担当:産業技術総合研究所

サイバー空間に集約された計測分析装置の測定結果をもとに統合解析を実施するためには、各種計測法にて利用される評価対象試料そのものの同一性が極めて重要であり、そのための試料調製法開発が課題となっている。複数の機器において同一試料の特性を評価することを想定すると、各種顕微計測における同一視野の確保と保証(課題 2-2 で実施)に加えて、①ナノ材料等の均質分散液調製、②分散液の均質展開が、対象とする試料の代表性を確保する観点から重要となる。このため次の個別課題を実施する。

①ナノ材料の液体中への均質分散法・評価法の確立

ナノ材料等の原材料を液中に分散する際、安定かつ均一な分散液を作製することは非常に困難である。ナノ材料間の相互作用の観点から凝集を防ぐために分散媒環境(pH 等)の最適化は欠かすことができない。さらに後段の顕微鏡用試料の調製(課題 2-3②)においては分散液の均質性の確保だけでなく、分散液調製後の試料の安定性も重要である。

当課題ではこれらのナノ材料の液中分散に係る課題点を解決するため、ナノ材料の液中均質分散に係る要件の確定(影響因子の確定)、ナノ材料の分散状態の評価、ならびに分散液の安定性評価法確立に係る基盤研究を実施する。対象として住友ゴム工業や TDK が使用し世界的にも使用実績の高いシリカやカーボンブラック等を中心に開発を展開する。

ナノ材料の長期間における安定な液中分散性の保持の制御では、分散剤を用いたナノ材料の液中分散を実施する。さらにナノ材料分散における分散手法の差異(超音波・高圧ホモジナイザ等)、分散剤(イオン性・非イオン性界面活性剤・高分子分散剤等)の影響などのナノ材料分散に関与する様々な影響因子群を抽出し、分散されたナノ材料の粒子径を基本パラメータとした分散性評価を実施することで、ナノ材料の液中分散における重要な影響因子を抽出する。影響因子の包括的な抽出・評価は、今まで見落とされていた観点であり、当該評価結果は課題 1 の CPS 型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発へ還元されることが期待される。

また、ナノ材料分散液の分散安定性および均質性は、分散液作製から顕微鏡用試料作製に要する 時間や試料採取方法を制限する要素であるとともに、観察に用いる試料の同一性を保証する観点から重要な特性である。このため、ナノ材料分散液の分散安定性および均質性評価に係る基盤技術およびその評価手法を検討する。

<2018 年度の実施内容>

シリカ・カーボンブラックを中心としたナノ材料を対象とし、ナノ材料分散に関与する様々な影響因子を抽出する。さらに調製されたナノ材料分散液を対象とした分散性・均質性の評価手法を検討する。なお本課題に対しては 2019 年度は実施しない。

②顕微鏡用試料の均質試料調製法とその評価法の開発

ナノスケールの空間分解能を有する顕微鏡法は、ナノ材料の構造を識別することによって、一次粒子のサイズと形状や二次粒子の形態など、多様な情報を引き出すことができる。顕微鏡法の能力を最大限に活かすためには顕微鏡法に最適な試料の調製法が重要である。調製試料にナノ材料の著しい凝集があった場合、粒子境界の識別の妨げや、粒子サイズ測定への影響、

積層下部粒子の数え落としなどの障害が発生する。

そこで本課題では、ナノ材料の顕微鏡用基板上展開した試料の品質を左右する要因を抽出し、顕微鏡用試料の調製に際するナノ材料等の均質展開法の開発および均質性を評価する手法の検討を行う。

ナノ材料の顕微鏡用試料作製では、ナノ材料を溶媒に分散し、その分散液を基板上に滴下・乾燥させる方法が一般的に用いられている。乾燥時におけるナノ粒子の凝集抑制が課題である。滴下乾燥による試料展開法では溶媒乾燥に伴って液滴周上にナノ材料が堆積し、顕微鏡観察による個々の粒子の識別を困難にしている。また、他の問題として、分散剤等が乾燥してできた凝集体等の夾雑物が存在すると、測定対象のナノ材料の識別を妨げる場合がある。高品質な顕微鏡用試料とは、顕微鏡計測においてナノ粒子の判別の妨げが少ないものである。そのため、要因の検討では、分散溶媒、滴下基板 表面の状態等による影響を評価する。研究課題 2-3①とも連携し制御された試料を用いるなどにより要素の明確化を図る。

ナノ材料等を顕微鏡基板上で凝集する箇所を抑制すること、つまり試料展開の均質性を向上させることによって、顕微鏡のナノスケール計測性能を活かして、ナノ材料の一次粒子や二次粒子形状の識別性の向上につなげることができる。そこで凍結乾燥法等を用いたナノ材料の均質な展開法を開発する。そして研究課題 2-3①から得られる試料等を用いて均質展開法の確立を図る。ナノ材料の均質展開性を評価する手法を併行して開発し、試料の品質を定量的に提示する。上述に係る各年の実施計画を下記に示す。

#### <2018 年度の実施内容>

・ ナノ材料の電子顕微鏡用基板上への表面展開法について、従来法の課題を整理し、試料品質を左右する要因を確定する。原子間力プローブ顕微鏡用には表面展開試料品質の簡易評価法を確立する。滴下法ナノ粒子展開における試料の品質を左右する要因について、粒子密度の高さを重視しながら確定する。

なお本課題は、2019 年度は実施しない。

#### 2. 1. 1. 2. 3 研究課題3 AI を活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

担当:(株)島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、九州工業大学、名古屋大学、産業技術総合研究所

CPS 型複合計測分析システムを構成する個別計測分析装置毎の測定結果の信頼性向上を目指して、計測手法毎に主たる不確かさ因子を検討する。この信頼性の検討結果を踏まえて、マクロ-マイクロ分析の相関解析を基にした複合階層構造解析用の統合ビューアと、マイクロ-マイクロの相関解析を基にした粒界構造解析用の統合ビューアの研究開発を試行する。合わせて、統合ビューアの開発基盤をなすソフトウェア解析ツール群の整備を試行するとともに、AI 技術を適用し、タイヤ材料の性能向上技術、磁石材料の性能向上技術の 2 つのモデル事例において、製品開発サイクルの効率化の検証を試みる。3つのサブ研究課題 3-1、3-2 および 3-3 に分けて遂行する。

##### 2.1.1.2.3.1) 測定データの信頼性向上技術の開発(研究課題 3-1)

担当:産業技術総合研究所

ビッグデータ解析に基づく材料特性評価の確度を高めるには、解析に用いる定量値の信頼性の数値化、すなわち同定量値がどれだけ不確実性をもつ値なのかの評価されていることが極めて重要である。定量値の信頼性を数値として取り扱いたい場合、計測手法毎に主たる不確かさ因子を同定し、測定値に紐づけをすることが極めて有効な手段となる。

本研究課題では先導プログラムにおいて試行した、複合計測分析システムを構成する個別計測法ごと確かさ因子の FBD によるとりまとめ法を踏襲し、参画企業より要望のあったガスクロ



マトグラフ法、熱分解ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ、X線蛍光分析装置、走査電子顕微鏡および走査電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分析装置に関して、標準液等を用いてFish-bone図(フィッシュボーンダイアグラム:以下FBD)の基本骨格をまとめる。各測定法における信頼性に対して大きな影響を与えうる不確かさ因子を検討することで、実データに基づく相関解析(研究課題3-3)において精度向上に貢献する。

#### <2018年度の実施内容>

- ・ ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、蛍光X線分析装置に関して、標準液ないし純金属ベースでの試験により、不確かさ要因の関係整理を行い、FBDの基本骨格をまとめる。
- ・ 走査電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置の測定による結晶粒(グレイン)境界判定に関して、モデル試料等を用いて、判定に影響を及ぼす要因を抽出し、FBDの基本骨格をまとめる。  
なお本課題に対しては、2019年度は実施しない。

#### 2.1.1.2.3.2) 相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発(研究課題3-2)

担当: (株)島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、九州工業大学

研究課題1で作製された共通データフォーマットとデータコンバータをもとに、CPS型複合計測分析システムを構成する個々の計測分析装置の測定結果を共通的にハンドリングし、相関解析に向けて解析結果を視覚化する統合ビューアの研究開発を行う。研究課題3-3で遂行するモデル実証への展開を想定し、①複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューア、②粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアの2種類を試作し、統合ビューア技術を開発する。

統合ビューアの機能は、異なる装置で測定されたデータの連携と一覽性の観点から評価する。研究開発に際しては、ナノ材料のサイズ分布用統合ビューアを先導プログラムで試作した経験と知見を活用する。

複合階層構造解析用統合ビューアは、タイヤ材料の研究開発に活用される以下の個別計測分析装置の出力結果を統合解析する用途に用いる。

液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、  
ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計、走査電子顕微鏡、  
透過電子顕微鏡、核磁気共鳴装置

粒界構造解析用統合ビューアは、磁石材料の研究開発に活用される以下の個別計測分析装置の出力結果を統合解析する用途に用いる。

走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、  
電子線プローブマイクロアナライザ、ラマン分光分析装置、  
原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置

この研究開発において、計測分析機器メーカー4社(島津製作所、日本電子、日立ハイテク、堀場製作所)は協力して統合ビューアの仕様策定や機能評価を行うとともに、島津製作所が複合階層構造解析用統合ビューアの、日立ハイテクが粒界構造解析用統合ビューアのとりまとめ責任を果たす。

住友ゴム工業は、ゴムに配合される各種ポリマーカーボンブラックやシリカなどの材料提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出の議論・提案を行う。また、特徴量をもとに、物性との回帰解析などを行い、タイヤ用ゴム材料のマクロ-マイクロ統合ビューアの実証検証・有用性の確認を行う。

TDKは、磁石材料の材料提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出の議

論・提案を行う。また、特徴量をもとに物性との回帰解析などを行い、磁石材料のマイクロ-マイクロ統合ビューアの実証検証・有用性の確認を行う。

九州工業大学は、統合ビューアで活用される画像を中心とするデータ群に対して、計測・分析条件の違い等を補償して比較検討が可能なデータを提供するデータ補償ツールを試作する。また計測・分析方法の可視化や試料作成フローの追加修正が可能な可視化ツールを作成する。

#### <2018 年度の実施内容>

- ・ 複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアと、粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアの仕様策定とフレームワークやコンポーネントの基本設計を行う。
- ・ 統合ビューアでの活用をめざし、①画像を中心としてモデルデータを取得し、計測・分析条件の違い等を補償するためのアルゴリズムを提案する。②共通フォーマットの仕様策定を効率化するため、フォーマットのプロトコル部分に記述されている計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し、修正するための可視化ツールの仕様を検討する。
- ・ ゴムに配合される各種ポリマーカーボンブラックやシリカなどの材料提供と各種測定、および磁石材料の提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出の議論・提案を行う

#### <2019 年度の実施内容>

- ・ 2018 年度にモデル設計した 2 種類の統合ビューアを試作して課題抽出を行い、統合ビューア表示に必要なソフトウェアの改良を行う。
- ・ 統合ビューアでの活用をめざし、①計測機器(透過電子顕微鏡)の画像データを補償するためのツールの試作を行い、モデルデータに対して試行する。②データマイニングに適した、計測・分析における試料・計測・分析作成フローを可視化するツールを作成する。
- ・ 特徴量をもとに物性との回帰解析などを行い、タイヤ用ゴム材料のマクロ-マイクロ統合ビューアおよび磁石材料用のマイクロ-マイクロ統合ビューアの試作開発に向けてフィードバックする。

#### 2.1.1.2.3.2) 相関解析に向けた AI 活用技術の開発とモデル実証による評価(研究課題 3-3)

担当: (株)島津製作所、日本電子(株)、(株)日立ハイテク、(株)堀場製作所、住友ゴム工業(株)、TDK(株)、名古屋大学、産業技術総合研究所

本課題では、AI 活用に必要なデータの収集・蓄積(データベース化)とデータ解析に向けた支援技術の開発を行う第1段階までを推進する。

第1段階のデータの収集・蓄積(データベース化)では、タイヤ材料開発に特徴的なマクロ-マイクロ構造の相関および磁石材料開発に特徴的なマイクロ-マイクロ構造の相関に着目して遂行する。このため、名古屋大学は住友ゴム工業と連携し、マトリックス(ゴム材料)の分子量分布、フィルターの分散状態やパーコレーション構造、フィルターの空間的分布や配向、有機材料の結晶化度、異種成分間界面の状態などに着目して複合計測分析を実施し、マクロ-マイクロ構造パラメータの抽出・ライブラリ化を行う。また TDK との連携のもとに、磁石の結晶相、磁性粒子の界面構造などの粒界や欠陥などに着目した複合計測分析を実施し、マイクロ-マイクロ構造パラメータの抽出・ライブラリ化を行う。

データ解析に向けた支援技術の開発では、相関解析に向けた特徴量抽出・評価を試行する。産総研は住友ゴム工業との連携のもとに、タイヤ材料に使用されるポリマ、添加剤(組合せ)のグリップ性能向上に資する特徴量抽出・評価とともに、原料フィルターの走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡観察画像から形態や分散状態の差異を特徴付け、ゴム特性との関係性を明らかにする。ここで、ゴム系材料の特徴量抽出・評価のためには、微弱信号のノイズとの分離や高速データ処理に向けたソフトウェア開発の拡張が必要となった為、拡張分を含めたゴム系材料の開発を早稲田大学に再委託する。また TDK との連携のもとに、主として走査電子顕微鏡画像情報(結晶粒組織のサイズや異方性など)を対象として、材料組織情報に変換するための自動セグメンテーション技術の開発を実施し、組成や結晶方位など 抽出した特徴量と磁石特

性に対する関係評価を行う。特徴量抽出に必要な解析パッケージは、統合ビューアから出力された測定倍率などの情報をテキストとして読み込み、着目した試料に関する特徴量をテキスト等として出力、協調動作が可能なものとする。

このため、計測分析機器メーカー(4社)は、ユーザ企業がビッグデータ・AI を活用するために必要な構造パラメータと特徴量抽出に必要な解析パッケージを共有し、課題1の共通データフォーマット(コンバータ)の開発、課題3-2の統合ビューアの開発にフィードバックする。また複合的なデータを対象とした主成分分析およびクラスタ解析による組成分析、ディープラーニングによる境界解析を行う解析技術を他のコンポーネントと連携可能なソフトウェアとして開発する。

計測分析機器メーカー(4社)は、住友ゴム工業と TDK の AI 活用に向けて、構造ライブラリ、統合ビューア、特徴量抽出のための解析パッケージ、関連ソフトウェアパッケージ等が協調動作できるソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)の構築を行う。ゴム材料開発に向けたソフトウェア環境構築は島津製作所が、磁石材料開発に向けたソフトウェア環境構築は日立ハイテクが、それぞれ主担当となる。

住友ゴム工業は、複合階層構造解析用(マクロ-ミクロの相関解析用)統合ビューアをもとに、これまで人の手を介した解析では発見できなかった新たな相関関係や、そこから導かれる知見(因果関係)の新たな発掘を目指し、得られた知見をタイヤ製品開発にフィードバックする。

TDK は、粒界構造解析用(ミクロ-ミクロの相関解析用)統合ビューアをもとに、測定試料の総合的な評価技術(寿命、欠陥、最適製造法など)および製品開発の効率化の観点から検証する。

#### <2018年度の実施内容>

- ・ ①ゴム材料をサンプルとしたマトリックス(ゴム材料)の分子量分布、フィラーの分散状態やパーコレーション構造等の評価、②磁石材料(モデルサンプル)を対象とした粒界や欠陥などミクロ-ミクロ相関に着目した観察や分析評価を実施し、試料と同時に提供された分析情報を併せて構造データとする。
- ・ タイヤ材料、磁石材料に対して既存の計測・評価の問題点を把握し、効率化を目的とした作業仮説を作成する。磁石材料を中心に、結晶相、磁性粒子の界面構造情報の取得と整理を進め、仮説実証に必要な特徴量抽出と解析アルゴリズムの検討を行う。
- ・ タイヤ材料、磁石材料の過去データをもとにビッグデータ・AI 活用のプラットフォームを構築するために必要な項目を共有し、課題3-1および課題3-2にフィードバックする。
- ・ AI 解析データの収集に向けて各種ゴム材料を提供し、構造のパラメータ化、ライブラリ化を行う
- ・ AI 解析データの収集に向けて磁気特性の異なる磁石モデルサンプルを提供し、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、電子線後方散乱回折装置の画像データを取得・収集する。

#### <2019年度の実施内容>

- ・ ①ゲル浸透クロマトグラフィーデータを用いたタイヤ材料(ポリスチレン、ポリブタジエン)の分子量分布推定の精度と不確かさを定量化する手法を、ベイズ推定手法を用いて開発する。タイヤ材料のフィラーとマトリックスに関する構造データを継続して取得・拡充し、摩擦摩耗特性などの特性データを取得して、得られた構造データと特性データ間の相関を構造方程式モデリングを使って解析する。②磁石材料を対象としたラマン分光分析装置、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡等を使ったマイクロ構造に関する分析データを取得・拡充し、保磁力特性情報等との相関について、構造方程式モデリングを使った解析を実施する。
- ・ タイヤ材料特性では、深層学習によるフィラーの粒子形態自動識別や、マトリックス組織中の分散性などの構造的影響評価技術開発を行い、磁石材料特性では、深層学習による粒界自動検出とそれに基づく三重点など固有の解析・処理に必要な解析パッケージモデルを作成する。
- ・ タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI 活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して課題3-2にフィードバックする。

- ・ AI 解析に向けてゴムの特性データを取得し、各特性データの組み合わせ解析を実施する。
- ・ 磁石材料評価に向けて 2018 年度実施サンプルを用いて走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型 X 線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、電子線後方散乱回折装置の画像データの数量をふやし、関連機関と共有する。

## 2. 1. 2 研究開発のスケジュール

### 課題 1 CPS 型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発

(課題リーダー；島津製作所)	2018 年度	2019 年度
課題 1-1 CPS 型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発		
<ul style="list-style-type: none"> <li>実データ/付加情報の提供 (住友ゴム、TDK)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>ユーザー視点でのコンバータ作成協力</li> <li>実データの提供および必要なデータの新たな取得</li> <li>データに付与すべき情報の選定および検証</li> </ul>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>データフォーマットの作成 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場、九工大)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>共通フォーマット仕様の作成</li> </ul>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>データコンバータ開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>データコンバータ要素開発</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>データコンバータの開発と課題抽出</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>CPS 型計測分析高度化のための調査研究 (理研)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>放射光施設と計測分析器のデータ連携に関する調査研究</li> <li>次世代検出器対応に関する調査研究</li> <li>X線画像検出器の標準評価プロトコルの検討</li> </ul>	
課題 1-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発		
<ul style="list-style-type: none"> <li>秘密性/安全性の提案 (住友ゴム、TDK)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>データの秘密性・安全性に関してユーザーの立場からの仕様提案</li> </ul>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>秘密性/安全性確保のための管理技術の開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場、九工大)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>DI を確保したデータ収集/管理方法の仕様作成</li> </ul>	

### 課題 2 CPS 型複合計測分析用の試料保持、試料前処理技術の開発

(課題リーダー；日立ハイテクノロジーズ)	2018 年度	2019 年度
課題 2-1 CPS 型複合計測分析に適応する試料ホルダー作製技術の開発		
<ul style="list-style-type: none"> <li>試料ホルダー共通化技術 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>仕様検討および試作</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>実証、課題抽出、改良版の試作品</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>試料ホルダー共通化技術 (クライオ電顕) (九工大)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>製品設計およびプロトタイプ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>改良、ドリフト補正検討、同一視野精度の向上</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>試料状態モニター技術 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>技術調査、仕様検討</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>試料環境測定アダプタの仕様決定</li> </ul>
課題 2-2 測定位置精密位置合わせ技術の開発		
<ul style="list-style-type: none"> <li>マイクロ解析装置とマクロ解析装置との位置合わせ (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場、九工大)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>先導研課題の抽出と改善法の検討</li> </ul>	
課題 2-3 試料前処理技術の開発:均質な試料調整法とその評価法の開発		
<ul style="list-style-type: none"> <li>ナノ材料の液体中への均質分散法・評価法の確立 (産総研)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>影響因子の抽出</li> <li>分散性、均質性の評価手法検討</li> </ul>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>顕微鏡用試料の均質試料調整法とその評価法の開発 (産総研)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>SEM:課題整理、要員の確定</li> <li>AFM:滴下法の評価</li> </ul>	



課題 3 AI 活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

(課題リーダー；産総研)	2018 年度	2019 年度
課題 3-1 測定データの信頼性向上技術の開発		
・ FBD 作成と不確かさ評価 (産総研)	・ 粒界判定の影響要因抽出と FBD の基本骨格まとめ	
課題 3-2 相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発		
・ データ補償ツールの開発 (九工大)	・ データ補償ツール仕様検討と試作 ・ フロー可視化ツール仕様検討と試作	
・ 有機材料系/無機材料系統合ビューアの開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・ ミクロマクロ系、ミクロミクロ系の統合ビューア仕様検討とコンボート試作開発	
・ 有機/無機データの取得と統合ビューアの検証 (住友ゴム、TDK)	・ タイヤ、磁石材料の提供と各種測定 ・ 特徴量抽出の議論・提案	・ AI 解析に向けたタイヤ、磁石材料用統合ビューアの検証
課題 3-3 相関解析に向けた AI 活用技術の開発とモデル実証による評価		
・ 構造ライブラリーの作製 (名大)	・ ミクロミクロ、ミクロマクロ構造や物性に関するデータ取得	・ 構造ライブラリーの作製
・ AI 利用環境のモデル化・構築 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・ タイヤ材料、磁石材料の特性データ解析の基本検討 ・ データ間の特徴抽出、因果構造抽出	・ 各種解析前処理ツールの作製・検証
・ 特徴量抽出とベイズモデリングによる最適化 (産総研)	・ 課題把握と作業仮説作成 ・ 特徴量抽出と実証アルゴリズムの検討(主に磁石材料)	・ 結晶粒自動分割 AI 及び解析ソフトウェアパッケージ作成(磁石材料) ・ フォーム形態、分散性の画像診断手法開発(タイヤ材料)
・ データの相関解析と AI 解析による効率化検証 (住友ゴム、TDK)	・ 各種ゴム、磁石材料の提供と構造パラメータ化、ライブラリー化	・ ゴム及び磁石材料の特性データ取得と各データの組み合わせ解析

2. 1. 3 研究開発予算

本事業は、当初5年間で計画を進めていた。政府予算の変更に伴い、2019年3月、減額(2019年度:187百万円減額, 2020年度:194百万円減額)、2019年10月、事業期間を5年から2年に短縮した。それに伴い、2019年3月に、本研究開発の目標を達成するための3つの技術課題の最終目標について変更した。2019年10月に、基本計画及び本研究開発の目標を達成するための3つの技術課題の最終目標を変更した。当初設定していた2020年度中間目標を、概ね最終目標とした。本事業の最終予算を、表2. 1. 3-1に示す。表2. 1. 3-1に本事業の予算を示す。

表2. 1. 3-1 本事業の予算(単位:百万円)

研究開発項目	2018年度	2019年度
複合計測分析システムの開発	281	102



## 2.2 研究開発の実施体制

図2.2-1に事業全体の実施体制を示す。

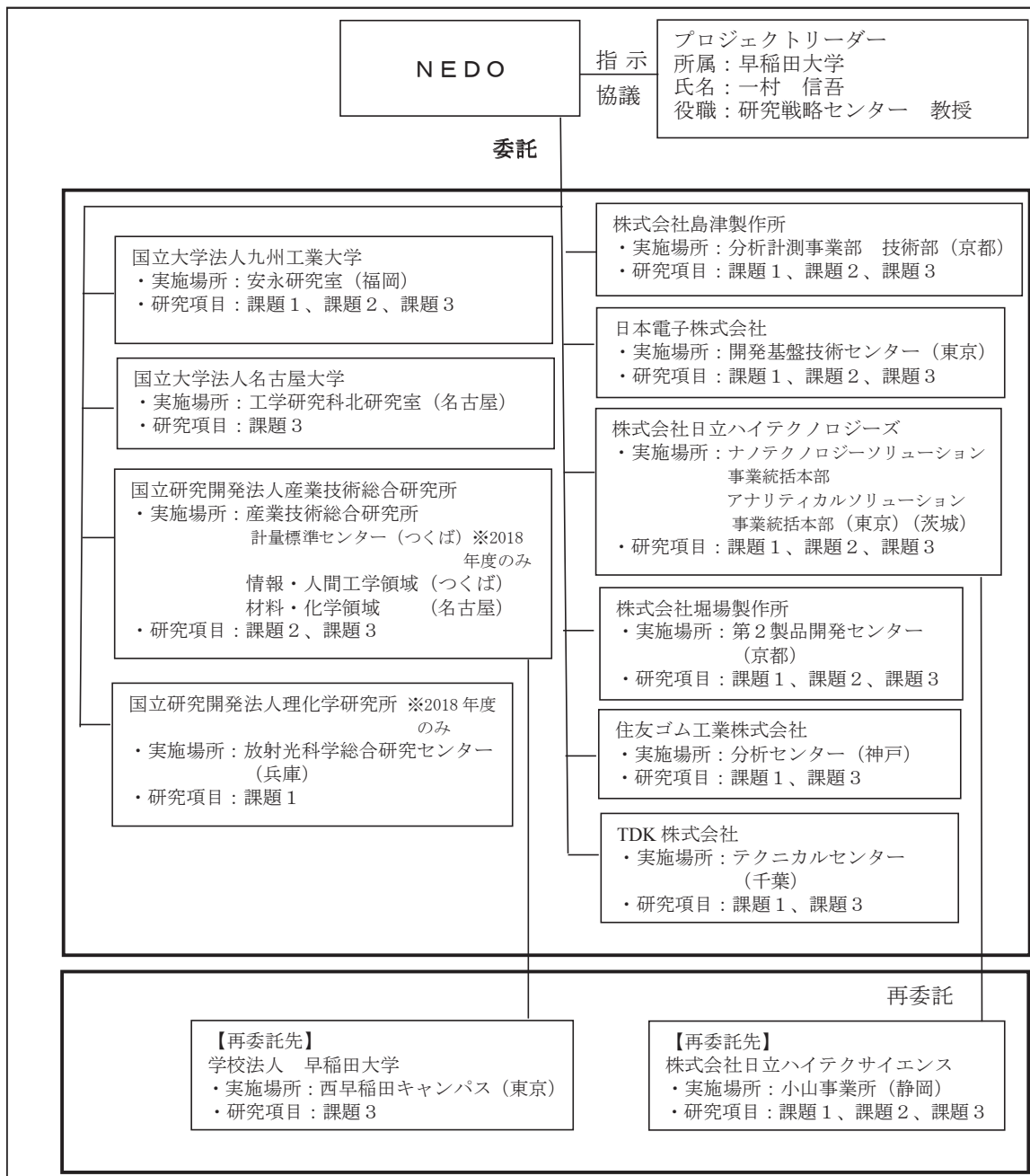


図2.2-1プロジェクト実施体制

### 2.3 研究開発の運営管理

NEDO は、研究開発全体の管理・執行に責任を負い、研究開発の進捗のほか、外部環境の変化等を適時に把握し、必要な処置を講じるものとする。運営管理は、効率的かつ効果的な方法を取り入れることとし、次に掲げる事項を実施する。

研究開発全体の管理・執行に責任を有するNEDOは、経済産業省及び研究開発実施者と密接な関係を維持しつつ、本事業の目的及び目標に照らして適切な運営管理を実施する。具体的には、必要に応じて、技術推進委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させる他、随時、プロジェクトの進捗について報告を受けること等により進捗の確認及び管理を行うものとする。また、全体の最終目標の効率的かつ効果的な早期達成のため、(新たな課題の対応も含む)関連技術や市場の動向を随時把握し、最新の技術や知見を取り込むこととし、毎年度、実施方針に掲げられた研究開発プロジェクトの目標や研究開発の内容を評価し、必要に応じて変更するものとする。早期実用化が可能と認められた研究開発については、期間内であっても研究を完了させ、実用化へ向けた実質的な研究成果の確保と普及に努める。

具体的には、プロジェクト推進のために以下の会議を開催した。表2.3-2の外部有識者による委員会も開催した。

表2.3-1 会議等による運営管理の実績

主な会議	開催頻度	メンバー	内容	実績
技術推進委員会(NEDO主催)	年1回	実、P、外部委員、N	外部委員による進捗議論	1回
プロジェクト進捗報告会	2か月に1回	実、P、N	プロジェクト推進のための検討委員会	12回
各実施者への訪問、ヒヤリング	年2回(1実施者)	実、N	進捗確認	20回(10実施者分)
個別課題打ち合わせ	随時	実、P	プロジェクト推進のための検討会議	-
知財委員会	随時	実、P	知財に関する検討委員会	6回

実:実施者、P:PL、委:外部委員、N:NEDO

表2.3-2 研究推進委員会外部有識者委員

	名前	所属	役職
委員長	伊藤 聡	国立研究開発法人 物質・材料研究機構 統合型材料開発・情報基盤部門 情報統合型物質・材料研究拠点	拠点長 (MI2I プロジェクトリーダー)
委員	大塚浩二	京都大学 大学院工学研究科 材料化学専攻 有機材料化学講座 材料解析化学分野	教授
委員	尾崎 公洋	国立研究開発法人産業技術総合研究所 中部センター 磁性粉末冶金研究センター	研究センター長
委員	田中浩三	株式会社住化分析センター クライアントサービス本部長	東京営業所長
委員	藤田大介	物質材料研究機構 先端技術材料解析研究拠点	拠点長
委員	河原 成元	長岡技術科学大学 工学部 物質材料工学専攻 バイオ複合材料工学講座	教授

### 2.4 研究開発の実用化に向けたマネジメントの妥当性

本研究開発の推進に際して、下記3つの開発課題を設定している。

研究課題1:CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発

研究課題2:CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発

研究課題3:AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

この課題を遂行するに際して、大きく分けて3つのグループから研究開発ポテンシャルを集めた研究開発体制を構築している。即ち、A)計測分析機器を製造・販売する企業

グループ、B)計測分析機器を活用して新たな機能素材を開発・販売する企業グループ、C)大学、研究開発法人などのアカデミアグループである。

ただし、課題毎に主体的に責任を果たすグループが異なること、また共通プラットフォームの構築やビッグデータ解析のモデル実証などから推察されるように、課題毎に共通性・個別性の度合いは違う。このため開発する技術のオープンクローズ戦略は、上記課題1～3と、研究開発グループA)～C)の組合せによって異なる性格を有する。

大別すれば、課題1と課題2は研究成果のオープン化を基本方針として展開する。即ち、グループA)機関とグループC)機関が主体的に展開する課題1、課題2は、開発する共通データフォーマット構造、精密位置合わせ技術等の広範な利活用の推進を目指して、標準化展開を積極的に進める。標準化に際してはRAND/FRAND条件の設定など、広範な利活用の促進に向けた運用を行うことを目指す。このため研究開発過程で創出される知的財産（特許、ソフトウェア）も防衛的観点での取得にとどめ、成果の目途が確立した時点で、出願を進める。

これに対して課題3は、サブ課題毎にオープンクローズの方針を設定し、運用する。サブ課題は、以下になる。

- 1) 測定データの信頼性向上技術の開発
- 2) 相関解析に向けた統合ビューアー作製技術の開発
- 3) 相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価

グループC)機関が主体的に開発するサブ課題1)は、信頼性向上のための測定結果の不確かさ評価技術の開発が中心であり、まさにオープン戦略に基づく広範な展開を図る。グループA)機関が主体的に開発するサブ課題2)は、統合ビューアーの作製に際して必要となる知識の階層化において、グループB)機関のこれまでの知見・ノウハウを活用することが想定される。従って知見・ノウハウに密接に関する成果物は、限定的なメンバーでの利用を第一ステップとするセミクローズな戦略での展開を基本とする。一方、並行した研究開発で創出される、統合解析に向けたソフトウェアやアルゴリズム、データベースシステムなど【グループA)機関とグループC)機関の担当分】は、オープン戦略に基づいて積極的な活用を図る。但し、研究成果物の知的財産化には配慮した上で、実施権の弾力的な運用でオープン化を推進する。

最後にグループB)機関が主体的に開発するサブ課題3)は、モデル実証・評価に際して担当機関の研究開発に係わる知見・ノウハウが集約されることが想定される。このため、サブ課題3)で展開されるCPS型複合計測分析（モデルシステム）は、基本的に限られたメンバーだけのセミクローズな運用を基本として研究開発を推進する。そこで活用されるAI技術や開発されるソフトウェアなど【グループA)機関とグループC)機関の担当分】も、実証・評価対象のモデル系に密接に係わるインタフェース部分はクローズを原則として、基本フレーム部分のみをオープンな成果物の対象とする。

本研究開発のオープン戦略に基づく成果物を基にした国際標準化の推進では、まず計測分析装置の共通データフォーマット、精密位置合わせ技術が候補となる。このような国際標準化は、計測分析装置に係わる国際標準化を推進しているISO（国際標準化機構）のTC（専門委員会）が担っている。

TCにおいて、日本は、しっかりとリーダーシップを確保・発揮しており、本研究開発の共同研究体を構成する計測分析機器メーカー各社からは、上記のTCに数多くの委員、エキスパートを送り出している。従って本研究開発の課題1、課題2の研究成果

物を中心に、国際標準化の積極的な展開をはかることができるものと考えている。加えて、本研究開発に参画する産業技術総合研究所は、組織として国際標準化に取り組む姿勢を明示している国内最大の研究機関であり、様々な専門委員会で活躍する議長、エキスパートなどを多数擁している。従って本研究開発で展開された成果の国際標準化（オープン化）を、最も適した専門委員会において展開する上で、それら関連人材との横の連携（ネットワーク）を活用できる。

また課題1では、本研究開発に参画している計測分析機器メーカー（4社）のすべてがX線分析装置の製造・販売を行っていることから、検出器仕様記述の共通化は、関係する計測分析機器業界でのフォーラム規格にできる条件を具備したものといえ、この観点からも標準化、更には国際標準化への展開を見通すことが可能である。これらの国際標準化を先導するために、（一社）日本分析機器工業会と連携する。今後、本研究開発の課題1、課題2の成果物を中心とした標準化は、次期標準化プロジェクトで進めていく。

知財マネジメントに関しては、図2.4-1に示すように、複数の実施者が参加している開発項目のため、知財等合意書にて実施者間の運用ルールを規定するとともに、当該合意書に基づく知財運営委員会を立ち上げて、本プロジェクトの研究開発活動で出てきた知的財産の運用を行っている。



図2.4-1 本プロジェクトの知財マネジメント推進体制

また、展示会等を通して、事業と成果のPRを行い、本研究開発の重要性とその先進性をアピールしている。

### 3. 情勢変化への対応

(1) 2018年11月26日に開催された技術推進委員会で、表2.3-2の外部有識者の意見をマネジメントに反映し、追加予算（加速予算）の投入を行うことで、研



究開発を促進し、実用化・事業化の早期実現に繋げた。図2. 2-1のプロジェクト実施体制に変更した。以下に、追加予算の内容を記す。

国立研究開発法人産業技術総合研究所は、課題3-3（相関解析に向けたAI活用技術

の開発とモデル実証による評価）において、ゴム系材料、磁石材料のAI活用に向けたモデル実証の為に、AI等を利用した特徴量抽出のための解析パッケージ開発を行うことになっていた。

検討の結果、ゴム系材料の複合階層構造解析（マクロ-ミクロ分析結果の相関解析）用技術開発において、当初想定していなかった計測器からの微弱な信号とノイズとの分離や、多量のデータから高速（短時間）に相関解析を行う為のAIソフト開発の拡張が必要となることが判明した。そのため、事業開始1年目から、ゴム材料に関して、拡張分を含めた追加実施を開始することにした。

具体的な体制の変更として、ゴム系材料の特徴量抽出・評価の為に、微弱信号のノイズとの分離や高速データ処理に向けたソフトウェア開発の拡張が必要となり、この拡張分を含めたゴム系材料開発加速の為に、我が国でこの分野をリードする早稲田大学理工学術院を国立研究開発法人産業技術総合研究所の再委託先に加えた。事業終了まで、最終的な研究開発体制は、2.2研究開発の実施体制に示す通りであり、より高度な開発および加速が可能となった。

上記、早稲田大学を再委託先に加えることは、2018年11月26日に開催された、表2.3.2の外部有識者による研究推進委員会においても承認された。本件に関する予算加算額は、2百万円である。

(2)政府予算の変更に伴い、2回の研究開発計画の見直しを実施している。2019年3月、減額(2019年度:187百万円減額,2020年度:194百万円減額)、2019年10月、事業期間を5年から2年に短縮した。それに伴い、2019年3月に、本研究開発の目標を達成するための3つの技術課題の最終目標について変更した。2019年10月に、基本計画及び本研究開発の目標を達成するための3つの技術課題の最終目標を変更した。当初設定していた2020年度中間目標を、概ね最終目標とした。

(研究課題1最終目標変更前)

開発した共通データフォーマットに変換された測定データについて、前述のタイヤメーカーと磁石材料メーカーでの実際の研究開発をモデルとして検証を行う際に抽出した課題、問題点を検討し、共通データフォーマットについて改良、改善を加える。また、それらの多数のデータの収集・管理が可能なこと、データの秘密性・安全性が確保できていること、課題3で開発する複合解析システムで活用可能なことを確認する。

(研究課題1最終目標変更1回目)

開発した共通データフォーマットに変換された測定データについて、前述のタイヤメーカーと磁石材料メーカーでの実際の研究開発をモデルとして検証を行う際に抽出した課題、問題点を検討し、共通データフォーマットについて改良、改善を加える。また、それらの多数のデータの収集・管理が可能なこと、データの秘密性・安全性の確保に必要な仕様が作成できていること、課題3で開発する複合解析システムで活用可能なことを確認する。

(研究課題1最終目標変更2回目)

・CPS型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する

・タイヤ材料開発と磁石材料開発において活用が想定される CPS 型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。

・タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデルとして、開発したデータコンバータで変換された測定データのデータインテグリティ(データの完全性:以下 DI)に関し、パラメータの保存性とデータ改変履歴が確保されていることを確認する。これにより秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。

・放射光施設での測定データと CPS 型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。合わせて X 線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。

(研究課題 2 最終目標変更前)

・計測装置メーカーは走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤外分光光度計、ラマン分光分析装置で使用する共通試料ホルダーの標準化・規格化を実施する。また、共通試料ホルダーにはファインアライメント用マーカを付与し、自動アライメント手法(アルゴリズム)の開発により数 10nm の位置再現性を実現した上で試料環境測定アダプタを搭載する。また、試料の同一性を保証する識別マーカについても標準化と規格化を実施する。上記以外の 3 種類以上の計測分析装置への共通試料ホルダーの適用可能性について検証・課題抽出を行う。

・産総研では、実試料への適用を通して試料前処理技術および評価技術のデータ蓄積と高度化を行い、CPS 型複合計測用の基盤技術として確立する。

(研究課題 2 最終目標 1 回目変更後)

計測装置メーカーは走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤外分光光度計、ラマン分光分析装置で使用する共通試料ホルダーの標準化・規格化を目指す。また、共通試料ホルダーにはファインアライメント用マーカを付与し、自動アライメント手法(アルゴリズム)の開発により数 10nm の位置再現性を可能にする使用を作成する。また、試料の同一性を保証する識別マーカについても標準化と規格化を目指す。上記以外の 3 種類以上の計測分析装置への共通試料ホルダーの適用可能性について検証・課題抽出を行う。

(研究課題 2 最終目標 2 回目変更後)

走査電子顕微鏡(日本電子(株)、(株)日立ハイテクノロジーズ)、電子線プローブマイクロアナライザ(日本電子(株))、顕微赤外分光光度計(株)島津製作所)、ラマン分光分析装置(株)堀場製作所)間に適用する試料ホルダーを開発する。複数の機器において位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発する。さらに、測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタも搭載可能な仕様を作成する。装置間の位置再現精度は位置合わせマーカとアライメント法の確立により実現する。九州工業大学は、水系試料の凍結試料を用いる事で大気等による試料劣化しない試料観察が可能な両社製のクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダー(50-100K の温度可変型)を試作し、日本電子(株)、(株)日立ハイテクノロジーズと協力し、汎用化への提案を行う。さらに、ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカとして 3 $\mu$ m 以下の精度で合わせこむ測定位置合わせ技術を開発する。

(研究課題 3 最終目標変更前)

・各種計測分析法の不確かさ因子を評価し、実データに基づく相関解析における信頼性向上に貢献する。

・タイヤ材料開発、磁石材料開発において、AI 解析パッケージを用いた解析工程の高効率化と、データ空間拡大に伴う全体最適化性能向上(=実験回数の半減)を実現する。



・CPS 型複合計測分析システムによる測定データ群から、新たな相関関係の解明や知見(因果関係)の導出が可能な、タイヤ材料開発、磁石材料開発向け2種類のAI活用型CPS複合計測分析システムを開発する。

・ゴム物性データやプロセスデータなどを含めた複合解析データをAI解析し、従来の人が介在する解析法では限界であった埋もれた情報を抽出し、新たな物質創成に向けた有効性を検証する。さらに、従来の開発期間との比較し、期間短縮(半減)が図られていることを確認する。

・多種の計測分析装置で収集した磁石材料の統合解析データや解析システムを活用して、自動車(EV)用のモーターなど磁石利用製品の研究開発の高度化・効率化(半減)等の解決に有効であることを検証する。

(研究課題3最終目標1回目変更後)

・タイヤ材料開発、磁石材料開発において、AI解析パッケージを用いた解析工程の高効率化と、データ空間拡大に伴う全体最適化性能向上を実現する。

・CPS 型複合計測分析システムによる測定データ群から、新たな相関関係の解明や知見(因果関係)の導出が可能な、タイヤ材料開発、磁石材料開発向け2種類のAI活用型CPS複合計測分析システムを開発する。

・ゴム物性データやプロセスデータなどを含めた複合解析データをAIでモデル解析し、従来の人が介在する解析法では限界であった埋もれた情報を抽出し、新たな物質創成に向けた有効性を検証する。

・多種の計測分析装置で収集した磁石材料の統合解析データや解析システムを活用して、自動車(EV)用のモーターなど磁石利用製品の研究開発の高度化・効率化等の解決に有効であることを検証する。

(研究課題3最終目標2回目変更後)

・タイヤ材料の開発に使われる計測分析法4種類(ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計)、磁石材料の開発に使われる3種類(走査電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、蛍光X線分析装置)の手法について、信頼性に対して大きな影響を与える不確かさ因子を検討しFish-bone図(フィッシュボーンダイアグラム:以下FBD)の基本骨格をまとめる。

・複合階層構造解析用(マクロ・マイクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアと、粒界構造解析用(マイクロ・マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアの2種類を試作し統合ビューア技術を開発する。

・統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し、修正するための可視化ツールを試作する。

・磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリーを試作開発する。合わせて物性との相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。

・タイヤ材料、磁石材料を対象にフィラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発する。

・タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

・磁石材料開発の効率化に向けて、多種の計測分析装置で収集された複合・補間データと粒界構造解析用統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

(基本計画アウトプット目標変更前)

本プロジェクトでは、ユーザーが求める機能（機械特性、電気特性等）を有する部素材の開発を支援するための複合計測分析システム（部素材のサブミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とするハード・ソフトウェアプラットフォーム）を開発する。さらに部素材研究開発の高度化・効率化などの解決に有効であることを検証する。

(基本計画アウトプット変更後)

本プロジェクトでは、ユーザーが求める機能（機械特性、電気特性等）を有する部素材の開発を支援するための複合計測分析システム（部素材のサブミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とするハード・ソフトウェアプラットフォーム）を開発する。

#### 4. 評価に関する事項

NEDOは、(1)事業の位置付け・必要性、(2)研究開発マネジメント、(3)研究開発成果、(4)実用化に向けての見通しおよび取り組みの4つの評価項目について、外部有識者による評価を行うこととしている。本プロジェクトは、2018年から2年間の事業であることから、事後評価を2020年度に実施することにした。2017年度に実施した事前評価の結果は、添付資料2を参照。

### 第3章 研究開発成果について

#### 1. 事業全体の成果

##### 1.1 研究開発成果と目標の達成度および成果の意義

本事業の実施計画書における各サブ課題の最終目標と、それに係わる研究開発成果及び目標の達成度を表1.1-1に記載した。いずれの目標も達成したが、特筆する成果として①共通データフォーマットの開発とそれに基づく計14種類の計測分析装置のコンバータ開発、②位置合わせマーカとアライメント法の確立により、各装置(顕微赤外分光光度計、ラマン分光、走査型電子顕微鏡)の位置再現情報が±3.0 μm以内で一致することの確認、③2種類の統合ビューアを開発して共通データフォーマット形式に変換された各種計測分析装置データを用いるCPS型複合計測分析の実現、更に④統合ビューアを活用した新たなアプローチ法により材料開発の指針がえられることの実証、を挙げることができる。

表1.1-1 事業全体の目標達成状況

項目	最終目標	成果	達成度
1. CPS型複合計測分析用機種対応コンバータの開発(研究課題1-1)	①CPS型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する。	NEDOエネルギー・環境新技術先導プログラム「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」で得られた共通データフォーマットを拡張し、4つのタグ：document、protocol、data、およびeventLogを規定し、サイバー空間で遡及性、信頼性、再現性を保証した各分析装置共通のXMAILデータフォーマットの仕様を決定し、共通データフォーマット(Ver.0)を開発した。	◎
	②タイヤ材料開発と磁石材料開発において活用が想定されるCPS型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。	タイヤメーカーと磁石メーカーの要求を反映させて、測定データを前述のXMAILフォーマットに変換できる各社分析装置(計14種類)用のデータコンバータを開発した。変換後のXMAILファイルを使用して、後述する課題3-2で製作した統合ビューアで、共通に扱えることを確認した。 データコンバータを開発した装置(担当計測装置メーカー)は下記の通り 【株式会社】 液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計 【日本電子(株)】 走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、核磁	◎

		<p>気共鳴装置、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置</p> <p>【㈱日立ハイテク】 走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置</p> <p>【㈱堀場製作所】 ラマン分光分析装置、蛍光X線分析装置</p>	
	<p>③放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。合せてX線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。</p>	<p>調査研究の結果から放射光施設のデータシステムに新規にデータフォーマットを相互に変換するコンバータを作成することで、複合計測分析システムと放射光施設のデータを連携させることが最も適切であることを明らかにした。</p> <p>また実験室X線源を用いたX線画像検出器の評価方法(プロトコル)を見出すことができた。光子判定しきい値によるエネルギー分解能、X線強度による光子計数回路の時定数、一様X線による感度の画素ばらつきを評価することで、データ品質への影響について定量的な知見を得ることができた。</p>	○
2. 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題1-2)	<p>タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデル事例として、開発したデータコンバータで変換された測定データのインテグリティ(データの完全性)に関し、パラメータの保存性とデータ改変履歴が確保されていることを確認する。これにより、秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。</p>	<p>ユーザ企業である住友ゴム工業とTDKからのデータの秘密性/安全性に関する要望・意見に基づいて、データ収集・データ管理技術に係わる以下の仕様を決定・作成した。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・改竄や差し替えを防ぐため、データファイル全体にXML署名を行うこととした。</li> <li>・公開したくない装置の中間データは非公開データとして、部分的に暗号化することができる仕様とした。</li> <li>・部分的な暗号化については、XMLエレメント暗号技術を使用するものとした。</li> <li>・上記項目1で開発したXMAILファイルには計測パラメータがDocumentとprotocolに記載できる仕様となっており、またファイルにXML署名を行うことで、パラメータの保存性と改変履歴が確保されている。</li> </ul>	○
3. CPS型複合計測分析に適応	<p>走査電子顕微鏡(日本電子㈱)、㈱日立ハイテク)、電</p>	<p>・同一試料を走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤</p>	○

<p>する試料ホルダ作製技術の開発 (研究課題2-1)</p>	<p>子線プローブマイクロアナライザ（日本電子株）、顕微赤外分光光度計（梶島津製作所）、ラマン分光分析装置（梶堀場製作所）間に適用する試料ホルダを開発する。測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタも搭載可能な仕様を作成する。水系試料の凍結試料を用いる事で大気等による試料劣化しない試料観察が可能な両社製のクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ（50-100Kの温度可変型）を試作し、日本電子(株)、(株)日立ハイテクと協力し、汎用化への提案を行う。</p>	<p>外分光光度計、ラマン分光分析装置にて測定可能とする共通的な試料ホルダを製作した。この共通試料ホルダが、参画4計測機器メーカーの装置における試料観察の際に十分機能することを確認した。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能な環境アダプタの仕様を策定し、その仕様に基づく試料輸送用チャンバーを試作した。試料輸送用チャンバーを用いて参画4計測機器メーカーによるラウンドロビン試験を実施し、仕様を満たす結果が得られることを確認した。</li> <li>・走査型電子顕微鏡と透過型電子顕微鏡で使用可能な凍結試料を保持する試料ホルダを製作した。</li> <li>・上記試料ホルダにて、水系凍結試料の大気等による試料劣化のない観察が可能であることをクライオ電子顕微鏡により50-100Kの温度範囲で確認した。</li> <li>・上記試料ホルダを用いて、クライオ電子顕微鏡からクライオ光学顕微鏡までの共通試料について撮影できる汎用的な手法として提案できる精度であることを確認した。</li> <li>・上記試料ホルダを用いて、クライオ電子顕微鏡からクライオ光学顕微鏡までの共通試料について撮影できる汎用的な手法として提案できる精度であることを確認した。</li> </ul>	
<p>4. 測定位置の精密位置合わせ技術の開発 (研究課題2-2)</p>	<p>研究課題2-1で開発・試作した共通試料ホルダを使用し、複数の機器において位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発する。装置間の位置再現精度は位置合わせマーカとアライメント法の確立により実現する。さらに、ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカとして3<math>\mu</math>m以下の精度で合わせこむ測定位置合</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・上記研究課題2-1の成果物である試料ホルダに参画4計測機器メーカーの装置で観察可能なマーカを実装し、位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発した。また位置合わせマーカとアライメント法の確立により、各装置（顕微赤外分光光度計、ラマン分光、走査型電子顕微鏡）の位置再現情報が<math>\pm 3.0 \mu</math>m以内で一致することを確認した。</li> <li>・ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、ナノ粒子によるフィンガープリント法でも蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において<math>\pm 3.0 \mu</math></li> </ul>	<p>◎</p>



	わせ技術を開発する。	m以内の精度が実現できることを確認し、測定位置合わせ技術を開発した。 ・位置合わせの精度は実際のユーザが使用する装置の状態に依存することになるが、少なくとも位置情報を取得し、観察領域の指定等の作業を容易にすることが可能であることが確認できた。	
5. 試料前処理技術の開発：均質な試料調製法とその評価法の開発 (研究課題2-3)	①安定かつ均一な分散液作製のため、ナノ材料分散に関与する影響因子を抽出し、分散性・均質性の評価手法を検討する。 ②一次粒子のサイズと形状や二次粒子の形態など、多様な情報を顕微鏡観察で引き出すため、ナノ材料の顕微鏡用基板上展開法について、試料品質を左右する要因を確定し、表面展開試料品質の簡易評価法を確立する。	①液中ナノ材料分散に対する影響因子FBDとして整理した。作成されたFBDに基づき、因子間の相関影響評価を実施し、液中分散試料作製に係る重要な影響因子を特定した。さらに調製されたナノ材料分散液を対象とした分散性・均質性の評価方針を確定した。微粒子分散液を基板上に均一に微粒子を表面展開する方法について、その試料品質、すなわち表面展開した試料粒子の分布の均一性について、影響を与える4要因を抽出しFBDに整理した。 ②電子顕微鏡法用には、ナノ粒子のリング状積層物の形成の有無を評価指針とし、リング形成の有無を迅速に評価するナノ蛍光標識方法を開発した。原子間力顕微鏡用には、試料品質のFBDを確定した。またサンドイッチ凍結乾燥法を採用し、白色光斜上照射暗視野顕微法とSEM計測の複合による高速試料評価法を開発し、良好領域探索のprotocolsを確定した。その検証をカーボンブラック試料で行ってFBDとの関連を概観し、開発の適切性を示した。	○
6. 測定データの信頼性向上技術の開発(研究課題3-1)	タイヤ材料の開発に使われる計測分析法4種類 (ガスクロマトグラフ[GC]、ガスクロマトグラフ質量分析計[GC-MS]、液体クロマトグラフ[LC]、液体クロマトグラフ質量分析計[[LC-MS])、磁石材料の開発に使われる3種類 (走査電子顕微鏡[SEM]、エネルギー分散型X線分析装	不確かさ因子をFBDにまとめるとともに、実データに基づいて主たる因子の測定結果の信頼性を向上させるため、ガスクロマトグラフ-水素炎イオン化検出法(GC-FID)、液体クロマトグラフ-紫外分光検出法(LC-UV)、熱分解ガスクロマトグラフ-水素炎イオン化検出法(Py-GC-FID)、LC-MSを用いた測定での主たる不確かさ因子を明らかにし、FBDにまとめるとともに、実データに	○

	<p>置[EDS]、蛍光X線分析装置[XRF])の手法について、信頼性に対して大きな影響を与えうる不確かさ因子を検討しFish-bone図(フィッシュボーンダイヤグラム：以下FBD)の基本骨格をまとめる。</p>	<p>基づいて主たる因子の寄与を評価した。GC-FIDやLC-UVでは主たる不確かさ因子が試料調製の不確かさであること、Py-GC-FIDではPy機種間差や供試料量による差異が結果に影響を及ぼすことをそれぞれ明らかにした。LC-MSでは定性分析に影響を与える主たる因子を選定した。</p> <p>結晶粒とそれを囲む境界からなる材料についてグレイン境界判定方法を調査した。磁石材料のモデル試料の走査電子顕微鏡(SEM)・エネルギー分散型X線分析装置(SEM-EDS)・蛍光X線分析装置(XRF)測定について、結晶粒境界を判定して結晶粒の面積や形状を測定するとき判定精度に影響を与える因子について検討し、SEM測定に関する因子を抽出してFBDの基本骨格を完成した。またSEM法によるグレイン境界判定を容易にする試料の前処理方法を開発し、広範な領域の結晶粒境界判定を可能とした。結晶粒の面積や形状測定の精度評価に必要な二次元画像の歪みの評価方法を開発した。</p>	
<p>7. 相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発 (研究課題3-2)</p>	<p>①AI活用に必要な解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)を構築する。このため、</p> <p>①-1 タイヤ材料の研究開発に活用される複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析の相関解析用)統合ビューアを試作し統合ビューアを開発する。</p> <p>①-2 磁石材料の研究開発に活用される粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)用統合ビューアを試作し、統合ビューア技術を開発する。</p>	<p>①-1 住友ゴムと島津製作所において、クロマトグラフ、クロマトグラフ質量分析計、NMR、電子顕微鏡の各装置のデータコンバートと共にXMAIL内に特徴量を内包する手法を検討し、データマネージャアプリ、Allビューアプリ、特徴量ビューアプリ、テンプレートEditorアプリ、プロパティテーブル・インポータを有し、一般的なWebブラウザ上で動作可能なWebアプリケーションとして複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアを完成させた。WebアプリケーションのためデータはCPS環境に置かれるため、複数地点のユーザからの解析が可能となった。</p> <p>①-2 TDKが磁石材料の材料提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出の議論・提案、特徴量をもとにした物性との回帰解析などを行った。この結果を踏まえて、日立ハイテ</p>	<p>◎</p>

		<p>クはSEM、日本電子はSEMおよびEBSD、堀場製作所はラマン分光顕微鏡のデータをそれぞれ読み込むことが可能なXMAIL変換テーブルを作製し、粒界構造解析用(マイクロマイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアを完成させた。加えて、データをローカル環境に置かずCPS環境(共通サーバー)から引き出し、結果をCPS環境に戻す構造を構築し、CPSの安全性を確保しつつユーザがストレスなくデータのアップデートと解析が可能になる環境を提供する仕組みを開発した。</p>	
	<p>②統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し修正するための可視化ツールを試作する。</p>	<p>②透過型電子顕微鏡画像のみに絞って、ある条件、ある電子顕微鏡で撮影した画像のデータ補償を行い、異なる条件、異なる電子顕微鏡で撮影された画像と比較できるようにするためのデータ補償ツールを開発した。計測・分析条件の違い等を補償して比較検討が可能なデータを提供するデータ補償ツールの成果は、OSDN(<a href="https://ja.osdn.net/projects/eos/">https://ja.osdn.net/projects/eos/</a>)を通して公開した。複数のXMAIL内に記述された計測・分析のフローをペトリネットと呼ばれる離散分散システムを数学的に表現するための記法であるPNML形式と対応する形で記述することで可視化し、接続がおかしい部分を明確にすることで修正できるツールをXMAIL-Viewer(仮名)として試作した。</p>	○
<p>8. 相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価(研究課題3-3)</p>	<p>①磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性との相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。</p>	<p>①タイヤ用ゴム材の原料であるゴム材原料の分子量分布推定の精度について、ベイズ推定を用いた精度と不確かさを定量化する手法についても検討し、マルコフ連鎖モンテカルロ(MCMC)法を用いて分子量分布の不確かさを定量的に評価可能な手法を開発した。磁石材料に関して特徴量がサンプルサイズと比較して多い条件であったため、観測変数間での多変量相関図を作成し、特徴量間の相関係数の大きさにより関係性の強いものを選出し、それを基に数十パターンパス図を作成し</p>	○



		<p>た。作成したパス図に関して構造方程式モデリングを用いて相関解析を行い、モデル適合度の高いものを構造化ライブラリとした。</p> <p>また、製品性能を予測する評価項目に関しても、タイヤ材料に関しては材料の熱伝導率、磁石材料に関してはビッカース硬度を新たに示唆することができた。</p>	
②	<p>タイヤ材料、磁石材料を対象にフィラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発する。</p>	<p>② フィラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出を行い、これに基づく解析アルゴリズムを試作開発した。タイヤ材料解析に向けては、フィラーサイズやフィラー粒子間距離などの形態学的特徴量を抽出するソフトウェアパッケージを試作開発した。磁石材料開発に向けては、実際の結晶粒界画像から特徴量を自動抽出できるソフトウェアパッケージや、開発した関数パッケージとともにMatlab機能を利用する新たな変換・表示用ソフトウェアパッケージを試作開発した。</p>	○
③	<p>③ タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。</p> <p>③-1 タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。</p> <p>③-2 磁石材料開発の効率化に向けて、多種の計測分析装置で収集された複合・補間データと粒界構造解析用統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。</p>	<p>③-1 島津製作所を責任機関とする計測機器メーカ4社の協力により、モデル計測データやモデル解析データの授受が可能な複合計測分析システムモデル(複合積層構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたにもかかわらず、住友ゴムによる実証評価を行い、モデルシステムを用いることで、これまで経験的にしか知られていなかった相関関係を明確化することが可能になり、新たなタイヤ材料開発の指針を得ることが可能となった。</p> <p>③-2 日立ハイテクを責任機関とする計測機器メーカ4社の協力により、複合計測分析システムモデル(粒界構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたため、扱える画像解析可能な計測分析装置の種類(機種)を限定する形になったが、Nd系磁石5種類のモデル試料を用いて収集</p>	◎

		された多量の複合・補間データを活用して、構造と物性の相関を迅速に解明できることを明らかにした。	
--	--	---	--

## 1.2 成果の普及と知的財産権等の確保に向けた取組み

本事業で推進する3つの研究課題のうち、「課題1：CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発」と、「課題2：CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発」はそれぞれ計測分析装置メーカー機関、計測分析装置ユーザ機関で共通利用可能な基盤的技術の開発を目指すものである。このため、課題1及び課題2に係わる成果物については、知的財産の出願の上で公知化し広く普及を図るよりも、後述のように標準化による普及を目指す方針を採用した。この結果、知的財産の獲得対象は「課題3：AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発」の成果に限られることになった。

課題3に係わる知的財産の出願実績は、下表の通りである。いずれも、各種計測分析装置のデータを課題1で開発した共通データフォーマット構造に変換（コンバート）して複合的・統合的な解析を行う際の、データ管理や表示、AI活用における利便性向上のための方法に係わる知的財産である。現時点で共通データフォーマットに変換できる計測分析装置が国内メーカーの装置に限定的であることから、知財出願先は国内のみにしている。研究プロジェクト期間が当初の5年から2年に短縮された中では、十分な実績を示したと考えている。

	出願年月日	出願番号	発明の名称等	出願人
1	2020年 4月30日	特願2020- 080177	複合分析データ管理システム、複合分析データ管理方法および複合分析データ管理プログラム	株式会社島津製作所
2	2020年 4月30日	特願2020- 080347	解析用ビューア、表示システム、表示方法および表示プログラム	株式会社島津製作所 住友ゴム工業株式会社
3	2020年 5月21日	特願2020- 088916	分析データ管理システムにおける教師用データ生成方法	株式会社島津製作所 住友ゴム工業株式会社
4	2020年 5月22日	特願2020- 089675	複合計測統合ビューアおよびプログラム	株式会社島津製作所 住友ゴム工業株式会社

一方、課題1と課題2の標準化展開に関しては、本事業の研究開発成果の活用を標準化展開する上で必要となる国際標準化加速事業の獲得を目指して申請し、2020年度から3年間の課題として採択された。採択課題名、及び本プロジェクトの実施者を含めた課題実施者は下記の通りである。

【採択課題名】 経済産業省 戦略的国際標準化加速事業（JIS開発）「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」

【課題実施者】

プロジェクトメンバー：島津製作所、日本電子、日立ハイテク、堀場製作所、住友ゴム、九州工業大学

新メンバー： 日本分析機器工業会、物質・材料研究機構、コベルコ科研

このように標準化加速事業により規格作成に向けた活動が着実に進められることから、本事業の研究開発成果を継承・発展できることが明確になった。特に「サブ課題1-1：CPS型複合計測分析用機種対応コンバータの開発」で開発した各種計測分析装置のコンバータに関しては、ソフトウェア資産を継承して活用することにNEDOの規定上支障が無いことから、標準化加速事業において大きな貢献を果たすものと期待できる。標準化加速事業の遂行で、2022年度末には次の2つのJIS原案を提案し、JIS規格を作成することになっている。

- ・ 共通データフォーマット仕様書（附属書：分析共通用語シソーラス、コンバータ製作ガイドライン）
- ・ 同一箇所分析のための位置合わせ技術手順

また、「サブ課題2-3：試料前処理技術の開発：均質な試料調製法とその評価法の開発」においても、原子間力顕微鏡装置（AFM）を計測分析に活用する際の試料調整法とその評価法に関して、「原子間力顕微鏡用にナノ粒子を基板展開した試料の光学顕微鏡による事前評価」を付属文書としてまとめた。これは規格作成におけるworking draftに相当するもので、今後ユーザサイドからのフィードバックを元に更に検討を深めて、AFMに係わる規格を審議しているISO/TC201(Surface Chemical Analysis)/SC9(Scanning Probe Microscopy)等への規格提案を進めて行く予定である。

次に対外的な成果発信に関しては、2年間（一部の課題では1年間）という短い研究開発期間となったため、国立研究開発法人と大学等のアカデミア関係メンバーからの学会等での発表が中心となった。下表に成果の一覧を示す。

	発表年月日	発表媒体(場所)	題名	発表者	所属
1	2019年 9月16日 ～17日	Frontiers In Cellular, Viral and Molecular Microscopy - with Cryo-specimen Preparation Techniques -	Evaluation of correlation and alignment accuracy toward the same sample observation by CLEM	五味淵由貴 <sup>1)</sup> 江副里紗 <sup>1)</sup> 高橋寛子 <sup>1)</sup> 安永卓生 <sup>1)</sup>	1)九州工業大学・情報工学研究院
2	2019年 11月4日	8 <sup>th</sup> International Symposium on Practical Surface Analysis (PSA-19) (札幌) プレナリー招待講演	Toward Construction of Measurement/Characterization Platform for Open Innovation	一村信吾 <sup>1)</sup>	1)早稲田大学
3	2020年 3月14日	第67回応用物理学会 春季学術講演会(ウェブ)	光学顕微鏡等を用いた、基板上ナノ粒子分散状態の広域評価	重藤知夫 <sup>1)</sup> 加藤晴久 <sup>1)</sup> 時崎高志 <sup>1)</sup>	1)産業技術総合研究所
4	2020年 3月15日	第67回応用物理学会 春季学術講演会(ウェブ)	ナノ粒子のサイズ分布計測のための電子顕微鏡用調製試料の品質	黒河 明 <sup>1)</sup> 、 熊谷和博 <sup>1)</sup>	1)産業技術総合研究所
5	2020年 3月15日～17日	化学工学会第85年会 (関西大学)	ゲル浸透クロマトグラフィーによる分子量分布推定の不確実性定量化	脇田耕輔 <sup>1)</sup> 矢野智之 <sup>1)</sup> 川尻喜章 <sup>1)</sup>	1)名古屋大学
6	2020年 3月18日 ～20日	日本セラミックス協会 2020年会 (明治大学)	構造方程式モデリングを用いた磁石材料の構造・特性データの相関解析	山下誠司 <sup>1)</sup> 乗松 航 <sup>1)</sup> 北 英紀 <sup>1)</sup> 柳内克昭 <sup>2)</sup>	1)名古屋大学 2)TDK株式会社

このうち、発表1及び発表2は、ともに国際シンポジウム・セミナーの場での英語による発表で有り、我が国発のプロジェクト成果を世界に紹介する良い機会になっている。発表1

は、「サブ課題2-1:CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発」の成果で、発表2は、本プロジェクトの先導プログラム（ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発）の成果内容も含めた、プロジェクト全体に係わる成果である。発表3及び4は「サブ課題2-3：試料前処理技術の開発：均質な試料調製法とその評価法の開発」に係わる成果で、このサブ課題は1年の研究期間で見直しがかったことを勘案すれば、十分な成果発信状況と言える。発表5及び6は、「サブ課題3-3:相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価」の成果で有る。これは、共通フォーマットに基づく計測分析データを活用して複合・統合解析を実施し、計測分析ユーザ機関での利活用に向けて解析結果を提供した成果を発表したもので、本プロジェクトで目指したAI活用技術開発の基盤をなす成果と位置づけできる。

本プロジェクトの成果を広く普及する活動として、次のことを実施した。

①2018年9月6日

JASIS2018におけるシンポジウムでの講演

主題:イノベーション創出に向けた計測分析プラットフォームの構築-これまでの取り組みと今後の展望-

②2019年1月30日～2月1日

第18回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議[nano tech 2019]におけるパネル展示とショートプレゼンテーション。

③2019年9月4日

JASIS2019におけるシンポジウムでの講演

主題:イノベーション創出に向けた計測分析プラットフォームの構築-どんな基盤をつくり何を指すか-

このうち①と③は、日本学術振興会第193委員会、日本学術会議・化学委員会・分析化学分科会、日本分析機器工業会、日本分析化学会が共同主催するシンポジウムにおいて、本プロジェクトのメンバーが発表する形で本プロジェクトに係わる研究構想を中心に紹介した。いずれも100名を超える参加者を集め、産業界を中心とした多数の方々に活動内容を普及できた。また②はナノテク展の来場者と緊密な意見交換を行い、共通データフォーマットに関する高い関心を集めることができた。

最後に、本事業で収集したタイヤ材料、磁石材料試料を対象にした様々な装置を用いた計測分析測定データや解析アルゴリズムは部分的に公開することにし、データマネジメントプランに記載・公表した。これにより共通データフォーマット形式での計測分析データの概要を広く紹介できることになり、本プロジェクトの研究開発成果の普及に貢献するものと考えている。

## 2. 研究開発項目毎の成果

### 2.1 CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発(研究課題1)

研究課題1では、前述したように研究課題1-1および研究課題1-2の2つのサブ課題を設定し、これらの課題を達成した。2019年度末における目的、実施体制、およびそれらの成果について、次のとおりに報告する。

#### 2.1.1 CPS型複合計測分析用機種対応コンバータの開発(研究課題1-1)

##### (1) 目標

- ① CPS型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定し結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する。
- ② タイヤ材料開発と磁石材料開発において、活用が想定されるCPS型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。データコンバータを開発する計測分析装置は下記を網羅する。
  - 【(株)島津製作所】  
液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計
  - 【日本電子(株)】  
走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、核磁気共鳴装置、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置
  - 【(株)日立ハイテク】  
走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置
  - 【(株)堀場製作所】  
ラマン分光分析装置、蛍光X線装置(注記) 上記装置を構成する要素機器で上記4機関以外が財産権を保持し、データフォーマット構造の開示に応じない場合は、データコンバータの開発が一部制約される場合がある。
- ③ CPS型計測分析の高度化を目指して、放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。合わせてX線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。



(2) 実施体制

2018年および2019年の研究課題1の実施体制を図2.1.1-1に示す。

(課題リーダー；島津製作所)	2018年度	2019年度
課題1-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発		
・実データ/付加情報の提供 (住友ゴム、TDK)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ユーザ視点でのコンバータ作成協力</li> <li>・実データの提供および必要なデータの新たな取得</li> <li>・データに付与すべき情報の選定および検証</li> </ul>	
・データフォーマットの作成 (島津、日本電子、日立ハイテック、堀場、九工大)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・共通フォーマット仕様の作成</li> </ul>	
・データコンバータ開発 (島津、日本電子、日立ハイテック、堀場)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・データコンバータ要素開発</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・データコンバータの開発と課題抽出</li> </ul>
・CPS型計測分析高度化のための調査研究 (理研)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・放射光施設と計測分析器のデータ連携に関する調査研究</li> <li>・次世代検出器対応に関する調査研究</li> <li>・X線画像検出器の標準評価プロトコルの検討</li> </ul>	

図2.1.1-1 研究課題1-1の実施体制

(3) 成果

2017年度NEDO エネルギー・環境新技術先導プログラム「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」で得られたXMAILフォーマットを拡張し、前項(1)に記載された分析装置それぞれにおける測定データをXMAILに変換できるようにした。また、サイバー空間で独立可用性を保証し、かつ各分析装置で共通するデータフォーマットの仕様を決定し、これを満足するコンバータを試作した。また、CPS型計測分析の高度化を目指して調査研究を行い、放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フロー、データフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにした。

① 共通データフォーマットの改良仕様の策定

- ・ 2017年度NEDO エネルギー・環境新技術先導プログラム「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」で得られたXMAILフォーマットを拡張し、前項(1)に記載された分析装置のそれぞれにおける測定データをXMAILに変換できるようにした。また、九州工業大学安永先生の詳細指導を得て、サイバー空間で独立可用性を保証し、かつ各分析装置に共通するXMAILによる共通データフォーマットの仕様を決定した。4つの主なタグ: document、protocol、data、およびeventLogを規定し、それぞれのタグの下にぶら下がる情報をとおして、独立可用性<sup>\*1</sup>を保証できるものである。図2.1.1-2 参照。

\*1 独立可用性: データがサイバー空間に移行した際に、多様なデータ記述(不確かさを含む)に加え、計測分析の関わる全ての情報(再現性、追跡可能性)の改変を防止された状態で存在することをいう。共通データフォーマットの仕様を図2.1.1-2に示した。

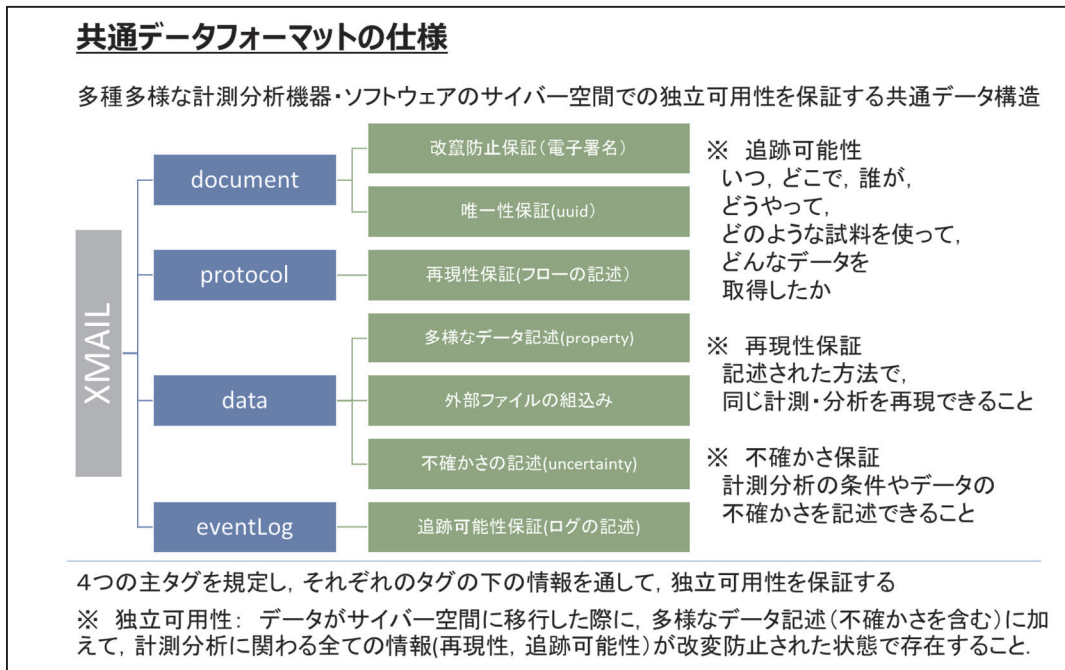


図2. 1. 1-2 共通データフォーマットの仕様

② コンバータの試作

- 前項の共通データフォーマットに基づいて, 各計測機器メーカーにおいて, それぞれが担当した計測分析装置のデータを変換する コンバータを試作した。その結果, 各社のコンバータを含め, 個別に取得した計測分析装置の様々なデータをXMAILに変換できるようになった。図2. 1. 1-3参照。

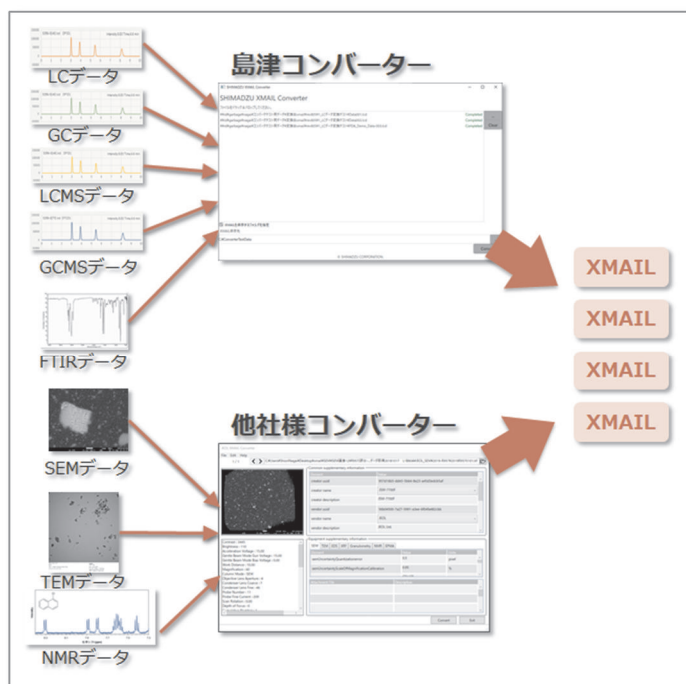


図2. 1. 1-3 計測分析装置データからコンバータによるXMAILへの流れ(例)

③ CPS型計測分析の高度化を目指した調査研究については、理化学研究所の項にて後述する。

### 2. 1. 2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題1-2)

#### (1) 目標

タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデルとして、開発したデータコンバータで変換された測定データのデータインテグリティ(データの完全性:以下DI)に関し、パラメータの保存性とデータ改変履歴が確保されていることを確認する。これにより、秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。

#### (2) 実施体制

(課題リーダー；島津製作所)	2018年度	2019年度
課題1-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発		
・秘密性/安全性の提案 (住友ゴム、TDK)	→ ・データの秘密性・安全性に関して ユーザの立場からの仕様提案	
・秘密性/安全性確保のための管理技術 の開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、 堀場、九工大)	→ ・DIを確保したデータ収集/管理方法の 仕様作成	

図2. 1. 2-1 研究課題1-2の実施体制

#### (3) 成果

計測分析装置のユーザ企業である住友ゴム工業とTDKからのデータの秘密性/安全性に関する要望・意見に基づいて、図2. 1. 2-2に示すように仕様を決定した。

- 改竄や差し替えを防ぐため、データファイル全体にXML 署名([XMLDSig:Enveloped, http://www.w3.org/2000/09/xmldsig#enveloped-signature](http://www.w3.org/2000/09/xmldsig#enveloped-signature))を行うこととする。
- 同一条件での計測・分析が可能な情報は全て XMAIL 上に持つとしたが、公開したくない装置調整条件、中間データなどは非公開データとして、部分的に暗号化することができることとした。
- 部分的な暗号化については、XML エlement暗号技術([XML Encryption: https://www.w3.org/Encryption/2001/](https://www.w3.org/Encryption/2001/))を使用するものとするが、技術の進展や実際の運用に合わせて継続的に審議が必要であるとした。
- 暗号化に関しては、完全にデコードできるものとする。暗号化の方式については、SSL/TLS 等が想定されるが、暗号化技術の進展がみられるため継続的に審議が必要であるとした。
- 上述の非公開情報は、そのまま外部ファイルとしてリンクできる仕様とした。ただし、外部ファイルのハッシュ値(署名:SHA-2(SHA-256もしくはSHA-512))を持つことにより、外部ファイルの改変に耐えられるものとした。
- 外部ファイルが存在する場合には、ZIP形式によりXMAILと併せてひとつのファイルにまとめるものとし、相対パスネームとして記述するものとした。

図2. 1. 2-2 DI(データインテグリティ)を確保するための仕様



以下に、研究課題1を担当した各機関における目標と成果を記載する。

## 2. 1. A 島津製作所

### 2. 1. A-1 GPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題1-1)

#### 【目標】

表2. 1. A-1に記載の分析装置種に対応するデータコンバータを開発する。

#### 【成果】

##### ① 共通データフォーマットの改良仕様の策定

- 分析メーカ各社および九工大 安永先生と協業して、一般的なメタ情報について共通データフォーマット (XMAIL) への格納方法を統一した。すなわち、ユーザが複数のXMAILから特定のXMAILを絞り込む際に使用されると想定される、次に示す3つの項目: 装置一般名(SET, TEM, NMR等)、分析者および分析日時については、各社間で共通のXPathに記述されていることが望ましいため、以下に記すとおりに統一した。なお、島津製作所が担当した分析装置種、それらの装置型番および対応ソフトウェアを表2. 1. A-1に示した。

表2. 1. A-1 島津製作所担当の分析装置種

装置種	対応機種型番	対応ソフトウェアバージョン
液体クロマトグラフ (LC)	ソフトウェア対応装置全て (ただし、LC40は非対応)	LabSolutions 5.97以降
ガスクロマトグラフ (GC)	本体:GC-2030, GC-2010, GC-2014, GC-2025, CAGC-100 前処理装置:AOC-5000, AOC-20i, AOC-20d(M), AOC-20d(S), AOC20i+ts, HS-10, HS-20	LabSolutions 5.97以降
液体クロマトグラフ 質量分析計(LCMS)	ソフトウェア対応装置全て	LabSolutions 5.97以降
ガスクロマトグラフ 質量分析計(GCMS)	ソフトウェア対応装置全て	GCMSSolution Ver.4.45以降
赤外分光光度計 (FTIR)	IRPrestige-21, IRAffinity-1, IRTracer-100, IRSpirit	LabSolutions IR

#### <装置一般名 (SET, TEM, NMR 等)>

- 「//document/instrument/name」に記述する。装置種の識別に使用するため、共通の装置種に対しては、各社間で共通の名称を使用することにした。
- 一方、「//document/instrument/description」にはソフトウェアでの表示名を記述する(Scanning Electron Microscope 等)こととした。
- また、装置の型番については「//document/creator/name」に記述するように統一した。

#### <分析者>

- 分析者のユーザIDを「//document/owner/name」に記述し、分析者名については、「//document/owner/description」に記述する。ただし、分析者の識別には分析者のUUID (//document/owner/uuid) を使用する。

#### <日時>

- ユーザがXMAIL中の日時データを使用する場合、機械的に読み込めることが望ましいため、日時を表すpropertyの型は、dateTimeTypeとし、formatStringを指定することにした。その理由は、スキーマで

はformatStringはoptionalになっているが、機械的に読むにはformatStringが必要なためである。なお、formatString(dateTimeFormatString型)の書式はスキーマで次のように定義した。  
すなわち、<xs:pattern value="(0+((Y.0+)?(Y.#+)?)#+Y.0+)" />である。

- 代表的な日時データである、XMAILの作成日時および分析日時については、以下に示すとおりとした。

—XMAIL生成日時—

「//document/property[@key="date"]/value」にXMAILの生成日時を記述する。

—分析日時—

eventLog内に記述する。eventLog 第2階層以下の XES フォーマットにおける Lifecycle extension の Transitionがcomplete に相当する箇所に分析・解析日時を記述する。

具体的には、instructionごとに以下の内容を記述する。

\*「//eventLog/log/trace/event/property[@key="concept:instance"]/value」  
(instruction によって生成される material, condition, result の UUID を記述する。)

\*「//eventLog/log/trace/event/property[@key="transition"]/value」(「complete」と記述する。)

\*「//eventLog/log/trace/event/property[@key="date"]/value」(日時を記述する。)

例を以下に記す (uuid要素やdescription要素は省略)。

```
<eventLog>
```

```
<log xes.version="3.0">
```

```
<trace>
```

```
<property xsi:type="uuidType" key="concept:name">
```

```
<value>c6ec9ab3-04f2-4556-8650-58da58de164d</value>
```

```
</property>
```

```
<event>
```

```
<property xsi:type="uuidType" key="concept:instance">
```

```
<value>c6ec9ab3-04f2-4556-8650-58da58de1640</value>
```

```
</property>
```

```
<property xsi:type="stringType" key="lifecycle:transition">
```

```
<value>complete</value>
```

```
</property>
```

```
<property xsi:type="dateTimeType" key="time:timestamp" formatString="yyyy-MM-dd'T'HH:mm:ss.FFFzZZ">
```

```
<value>2018-11-10T23:12:59+09:00</value>
```

```
</property>
```

```
</event>
```

```
</trace>
```

```
</log>
```

```
</eventLog>
```

## ② コンバータの試作

- 前項の共通データフォーマットに基づき、前述計測分析装置のデータを変換するデータコンバータを試作した。その外観を図2. 1. A-1に例示する。データコンバータは1つのアプリケーションであるが、内部的に5機種のデータに対応できており、データの拡張子に応じた処理が呼び出されることで、5種類の機種のXMAILを出力することができる。すなわち、ユーザはデータ変換に対応した計測分析装置で得られたデータの内から、変換したいデータファイルをコンバータのウィンドウにエクスプローラからドラッグ&ドロップで投げ込むと、コンピュータの画面上に表示されたリストに登録される。次に、コンバートボタンを押すと、データが順次XMAILへと変換されるという仕組みである。図2. 1. A-2参照。



図 2. 1. A-1 データコンバータの外観

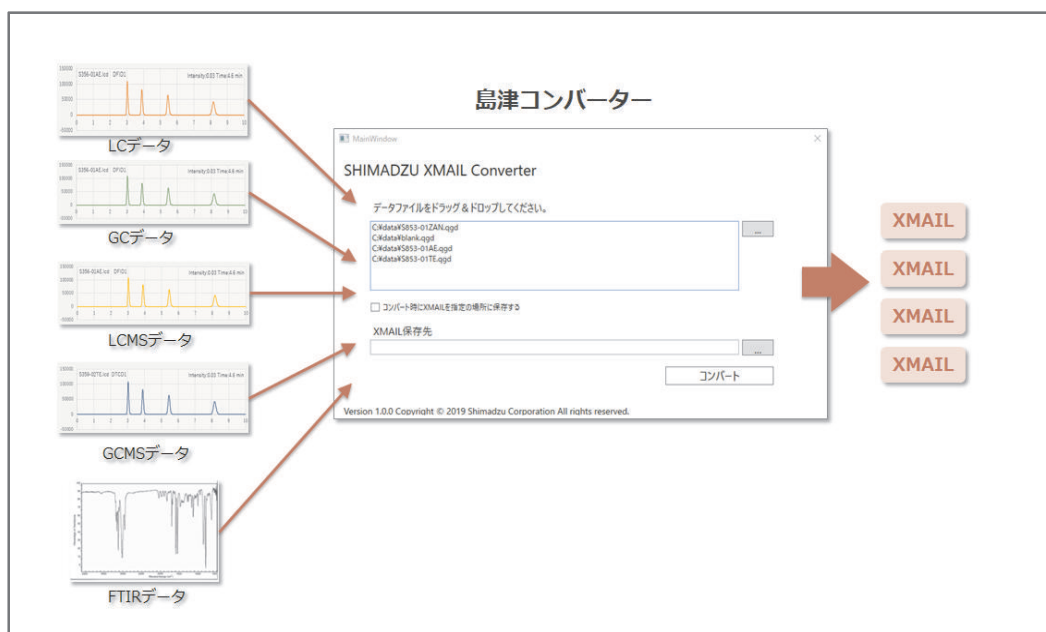


図2. 1. A-2 計測分析装置データからコンバータによるXMAILへの流れ

**【まとめ】**

共通データフォーマットの改良結果に基づいて、対象とするすべての分析装置種に関するデータコンバータを開発した。

**2. 1. A-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題 1-2)**

**【目標】**

データの秘密性・安全性に関してユーザ企業からの要望事項に満足する仕様を検討・決定する。

**【成果】**

図2. 1. 2-2に記載された仕様を反映したデータフォーマットおよびデータコンバータを試作した。

## 2. 1. B 日本電子

### 2. 1. B-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題1-1)

#### 【目標】

タイヤ材料開発と磁石材料開発において、活用が想定されるCPS型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換し、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。データコンバータを開発する計測分析装置は下記を網羅することとする。

走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、核磁気共鳴装置、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置

表2. 1. B-1 日本電子担当の分析装置種

#### 【成果】

- 表2. 1. B-1で示した計測分析装置から出力されたデータを共通データフォーマットXMAILに基づいて変換するデータコンバータ(図2. 1. B-7にGUIを例示)を作成した。作成したXMAILコンバータは上記種類の装置に対応できているが、装置種により開発期間と工数の関係でコンバートする対応データ(EPMA: マップ分析のみ、NMR: 一次元データのみなど)を限定し開発を行った。コンバータでは、データの拡張子に応じた処理が呼び出されることで、7種類の機種(図2. 1. B-1から図2. 1. B-6)に示したフローでXMAILを出力することができる。また、本XMAILコンバータでは、計測分析結果にユーザ独自の付加情報を追加するアタッチメントファイル付加機能を作成した。

#### 【まとめ】

装置種	対応機種型番	フロー図
走査電子顕微鏡(SEM)	JSM-7000F/7100F/7200/7400F/7500F/7600F/7800F/7900F JSM-IT100/300、JCM-6000	図 2. 1. B-1
透過電子顕微鏡(TEM)	JEM-1000/1400/2100/2800/ARM200/ARM300	
エネルギー分散型 X 線分析装置(EDS)	JED-2300	図 2. 1. B-2
電子線プローブマイクロアナライザ(EPMA)	JXA-8100/8200/8500F (マップ分析のみ) JXA-8230/8530F (マップ分析のみ)	図 2. 1. B-3
核磁気共鳴装置(NMR)	ECA/ECX/ECS/ECAII/ECXII シリーズ分光計 (Delta v5.0 搭載機) (一次元データのみ) ECZR/ECZS シリーズ分光計 (一次元データのみ)	図 2. 1. B-4
蛍光 X 線分析装置(XRF)	JSX-1000S	図 2. 1. B-5
電子線後方散乱回折装置 (EBSD)	TSL 社製 EBSD 全ての機種で対応可 (方位マップ、極点図、粒度分布)	図 2. 1. B-6

- タイヤ材料開発と磁石材料開発で使用予定の計測装置に関する計測条件や結果の検討を行い共通データフォーマットXMAILのプラットフォームを基軸としたコンバータの開発を行った。開発したコンバータは、住友ゴム工業とTDKで取得した計測結果に適用し評価した。
- 改竄保証と機密性の仕様は、共通データフォーマットXMAILへの組込みを完了した弊社開発のコンバータへの組込みは2019年度の実施予定が見直されたため未対応であるが、技術的リスクは低いと判断している。

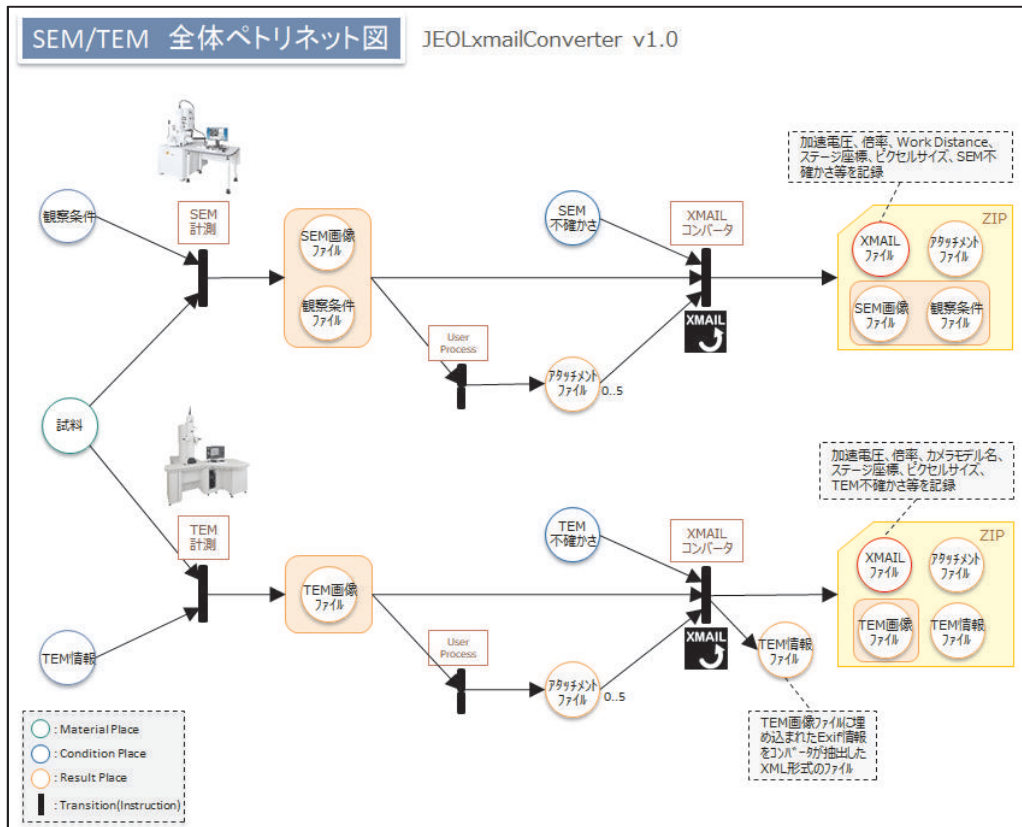


図2. 1. B-1 走査電子顕微鏡(SEM)/ 透過電子顕微鏡(TEM) XMAILコンバータのフロー図

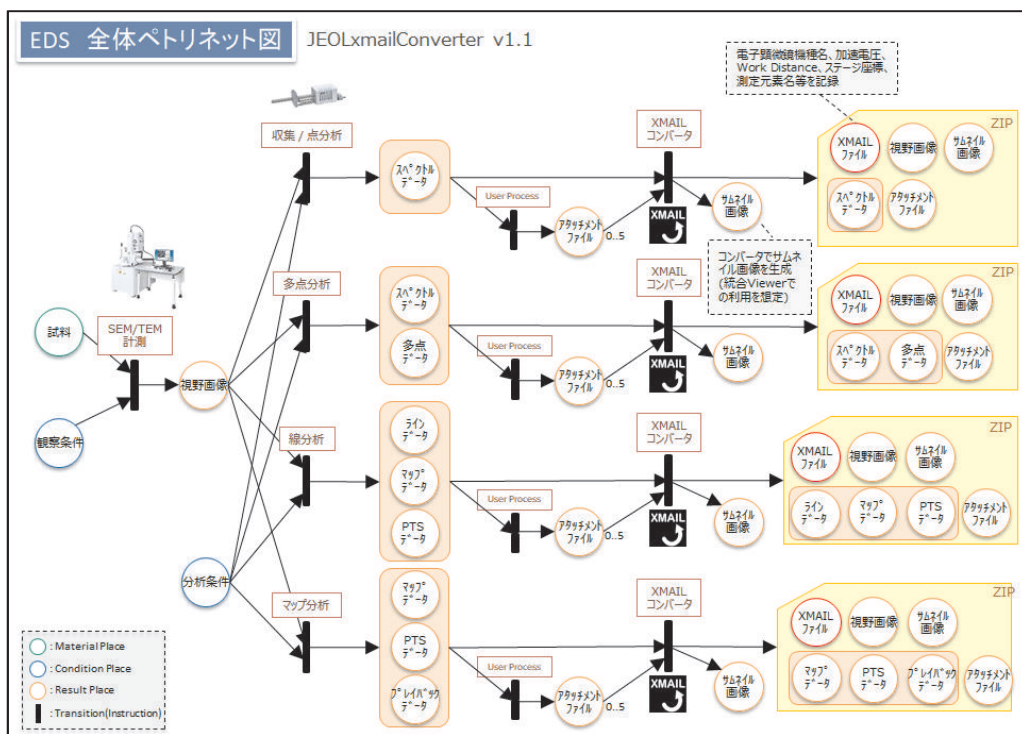


図2. 1. B-2 エネルギー分散型X線分析装置(EDS) XMAILコンバータのフロー図



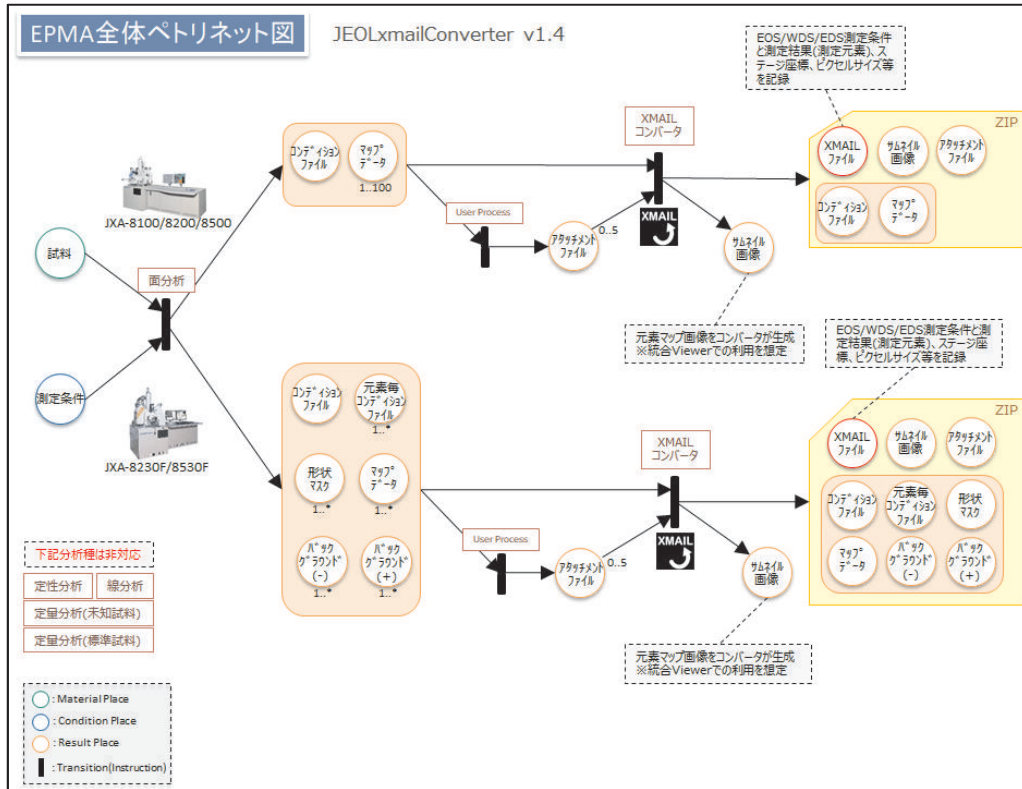


図2. 1. B-3 電子線プローブマイクロアナライザ(EPMA) XMAILコンバータのフロー図

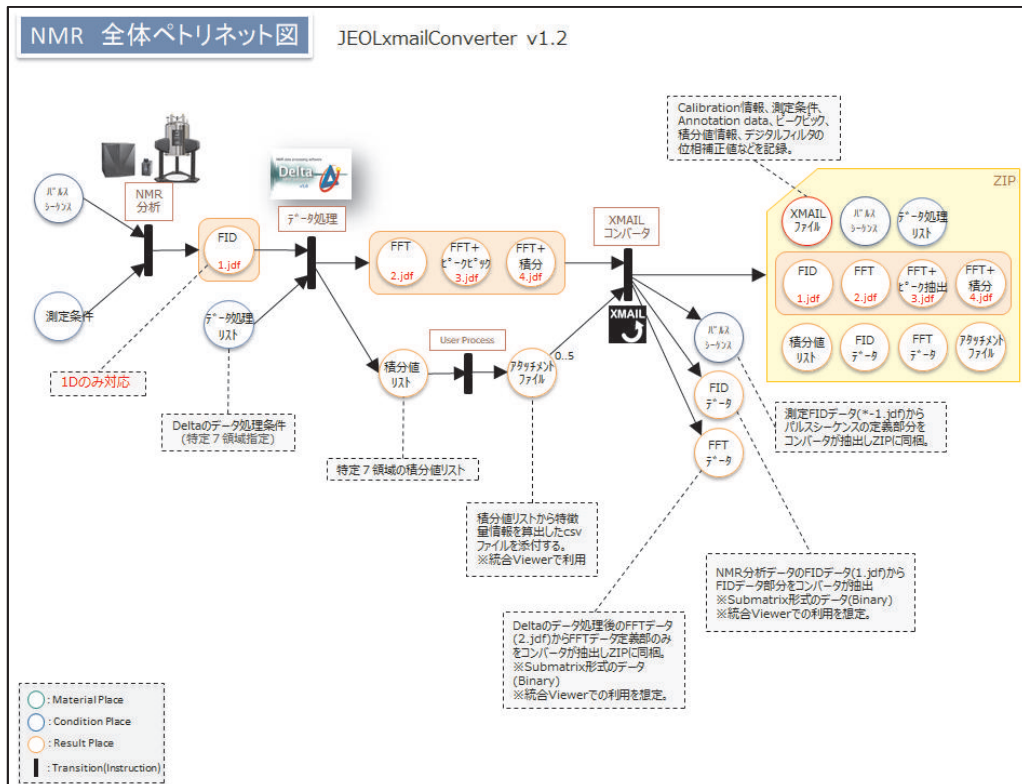


図2. 1. B-4 核磁気共鳴装置(NMR) XMAILコンバータのフロー図



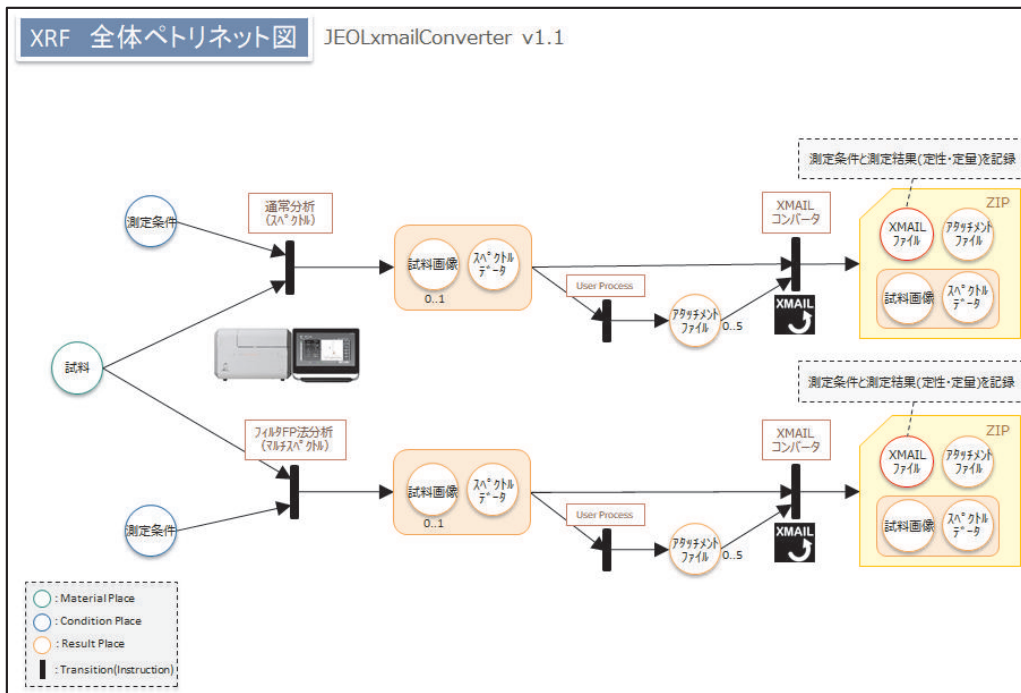


図2. 1. B-5 蛍光X線分析装置(XRF) XMAILコンバータのフロー図

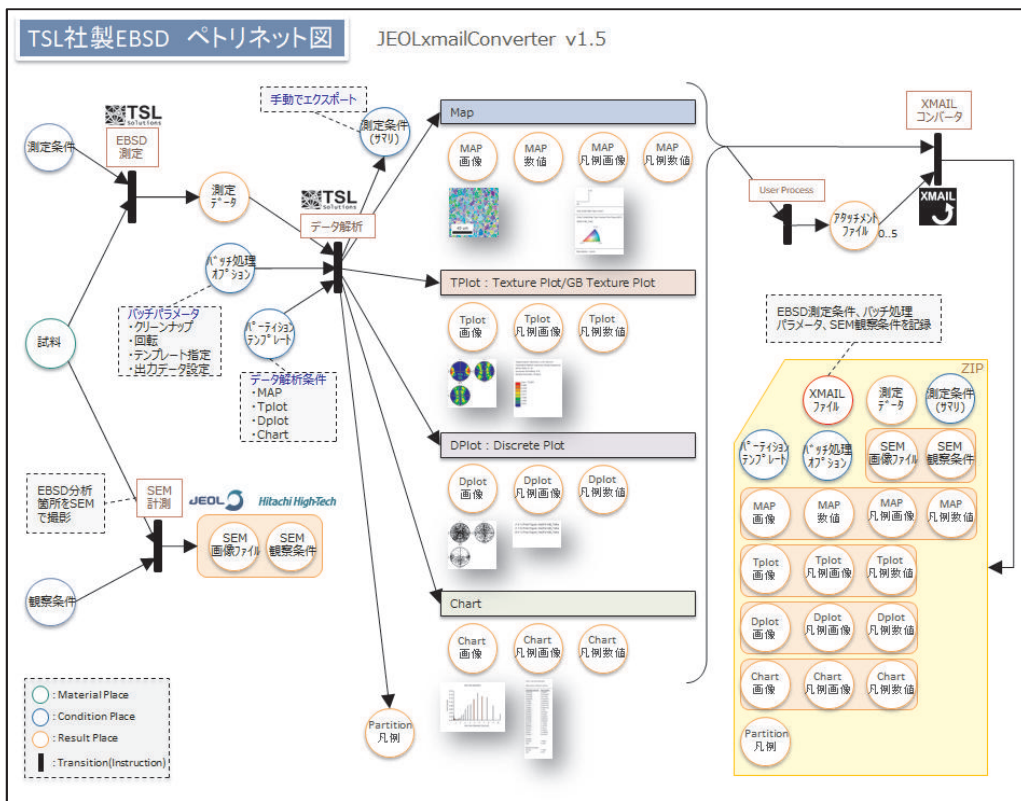


図2. 1. B-6 電子線後方散乱回折装置(EBSD) XMAILコンバータのフロー図

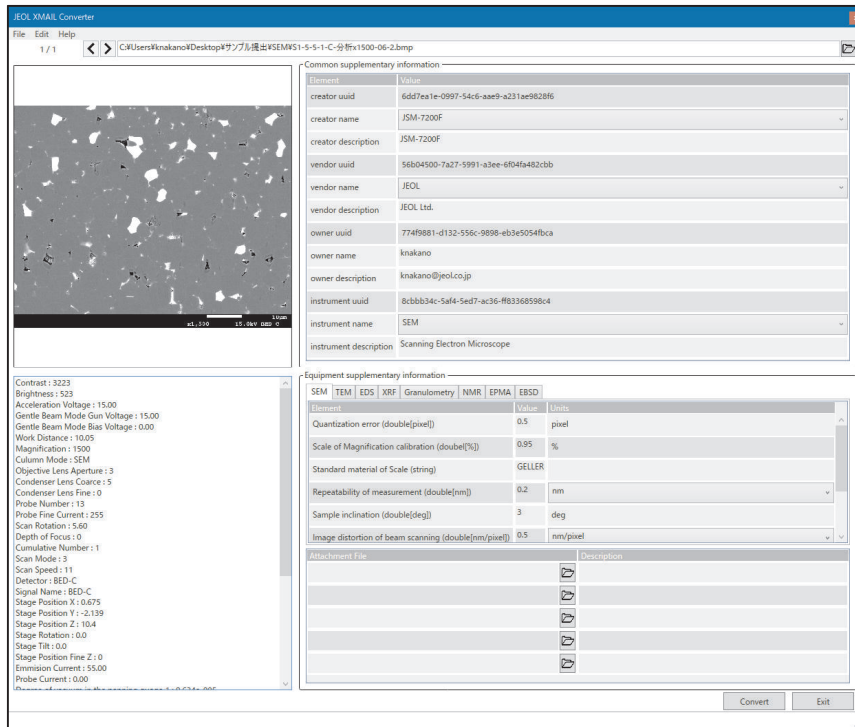


図2. 1. B-7 XMAILコンバータ(走査電子顕微鏡(SEM)の処理例)のGUI

## 2. 1. B-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題1-2)

### 【目標】

研究課題1-1で作成する共通データフォーマットに計測分析データの改ざんや差し替えなどからデータインテグリティ(Data Integrity: データの完全性: 以下DIと略す)を確保するために、データの変更履歴の記録やデータの必要な項目に鍵をかけることが可能な技術についても検討を行い、共通データフォーマットおよびコンバータの仕様の作成と開発を実施する。(本テーマは2018年度で終了)

### 【成果】

DIを確保するための仕様策定に参画し共通フォーマットに反映した。

### 【まとめ】

研究課題1-1で作成する共通データフォーマットに計測分析データの改竄や差し替えなどからDIを確保するために、データの変更履歴の記録やデータの必要な項目に鍵をかけることが可能な技術についても検討を行い、共通データフォーマットおよびコンバータの仕様の作成と開発を実施した。

## 2. 1. C 日立ハイテク

### 2. 1. C-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題1-1)

#### 【目標】

日立ハイテクは共通データフォーマットの作成において、NEDOエネルギー・環境新技術先導プログラム(2016-2017年度)「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」(以下、先導プログラム)において九州工業大学が開発したデータフォーマットXMAILを共同研究担当である計測分析機器メーカーと共に計測装置の共通フォーマットとして開発する。本開発では、前述の先導プログラムで開発されたXMAILにCPS型複合計測分析に不可欠な測定結果の遡及性、信頼性、再現性など測定結果の品質を保証する情報付与などの機能を考慮した計測分析機器に対応させたフォーマットを協力して規定する。

ユーザ企業が研究開発に使用する計測分析機器の測定データを前項目で規定した共通データフォーマットに変換し、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発することを目標とする。日立ハイテクは、SEM(走査電子顕微鏡)、TEM(透過電子顕微鏡)、AFM(原子間力プローブ顕微鏡)、XRF(蛍光X線分析装置)のそれぞれの出力データを本研究で九州工業大学が規定したXMAILガイドラインに沿ったデータコンバータを開発する。

#### 【成果】

日立ハイテクは、SEM(走査電子顕微鏡)、TEM(透過電子顕微鏡)、AFM(原子間力プローブ顕微鏡)、XRF(蛍光X線分析装置)のそれぞれの出力データをXMAILに変換するファイルコンバータを開発した。

XMAILフォーマットは、九州工業大学が開発したXMLを基本とした観察分析装置の特性に合わせた仕様を採用している。しかし、変換されたXMAILはZIPホルダの中に格納されているが、各装置の出力情報の違いにより、XMAILファイル以外の構成が異なる。仕様はこれを許しているので問題にはならないが、一方で今後各社の変換されたXMAILのZIPファイルを取り扱う上で、この違いが問題にならないような仕組みを考える必要がある。図1-C)-1に、日立ハイテクのAFM、SEM/TEM、XRFの変換後のZIPホルダの内部ファイル構成を示す。

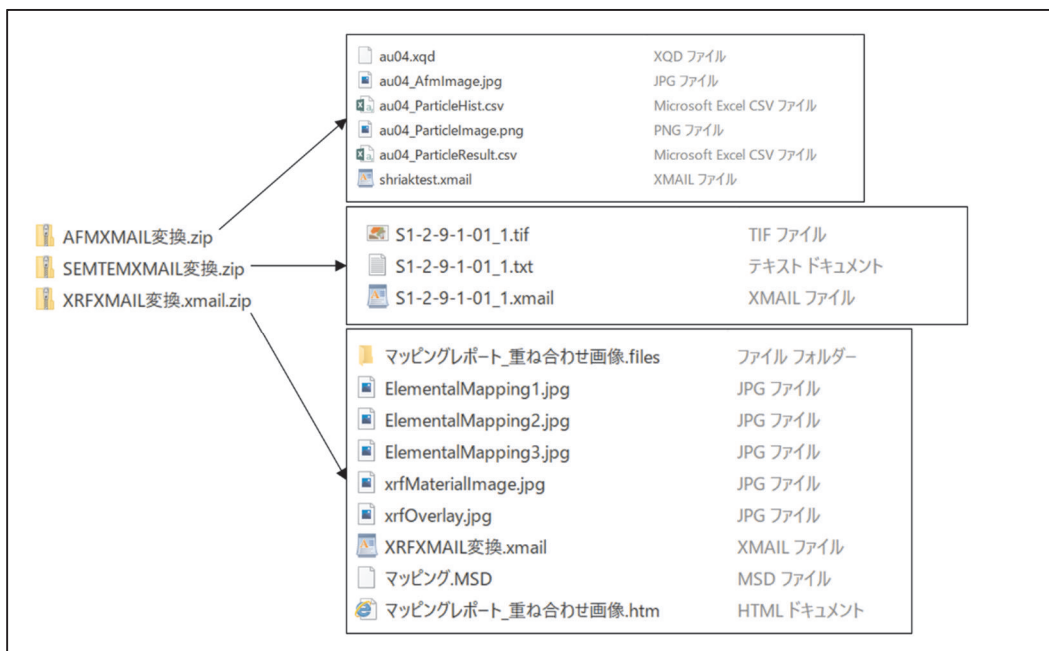


図2. 1. C-1 各計測分析装置のデータ変換後のZIPホルダ内部のファイル構成

コンバータを使った変換プロトコルとしては、計測分析装置の結果を保存したファイル(ホルダ)を対象とする方式である。前述のとおり装置によって様々な仕様をもっており、各コンバータはその仕様に沿ったXMAILファイルおよびURIで関係づけられた外部ファイルの組み合わせを可能にしている。たとえば、SEM/TEMは1画像、1条件ファイルの組み合わせを基本とするが、観察領域が小さいAFMはタイリング機能を備えており、複数の観察領域の結合可能である。

また、XRFでは各種元素マッピングなどの機能を備えており、それらの蛍光X線マッピング像をURIで関係付けして保存する機能をもつ。さらに、AFMおよびXRFにおいては“確からしさ”の入力機能を試し入力が可能なタブを用意した。

それぞれのコンバートプロトコルと変換された結果を示す。

## ①SEM/TEM

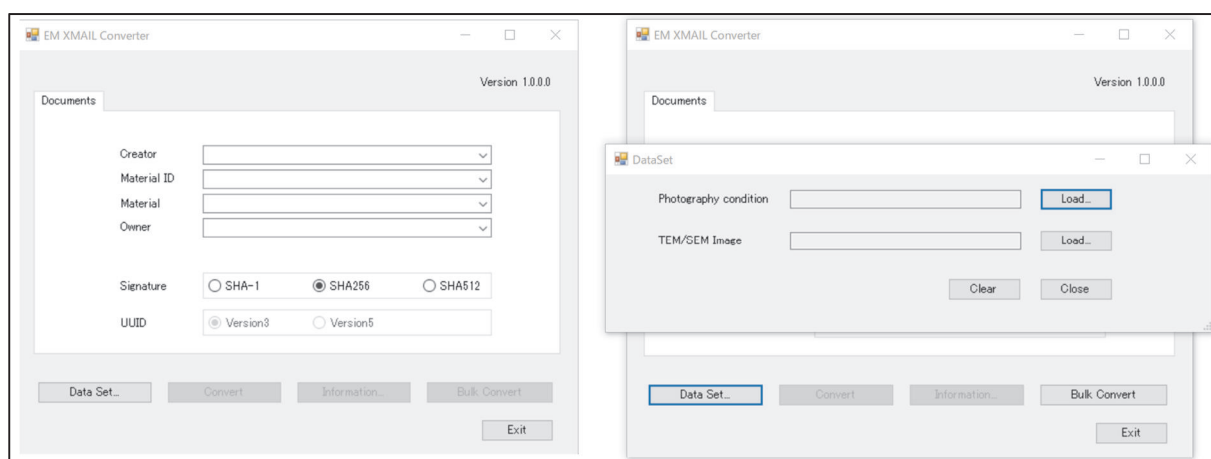


図2. 1. C-2 最初にユーザが測定者やサンプル情報などの各種識別情報を入力する。次にシステムソフトによって保存されたデータを指定する。

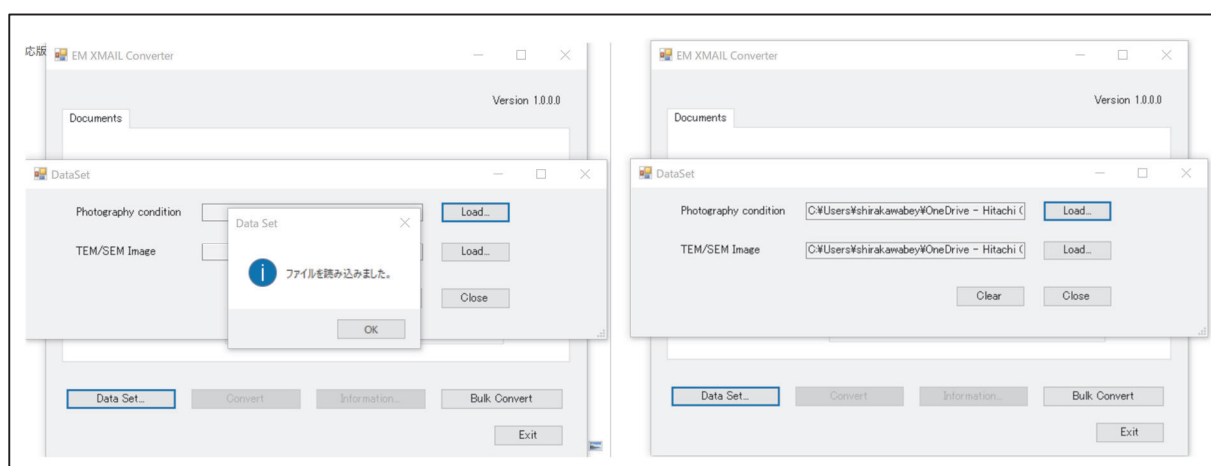


図2. 1. C-3 保存されたファイルを指定し読み込ませて、コンバータにデータをロードする。

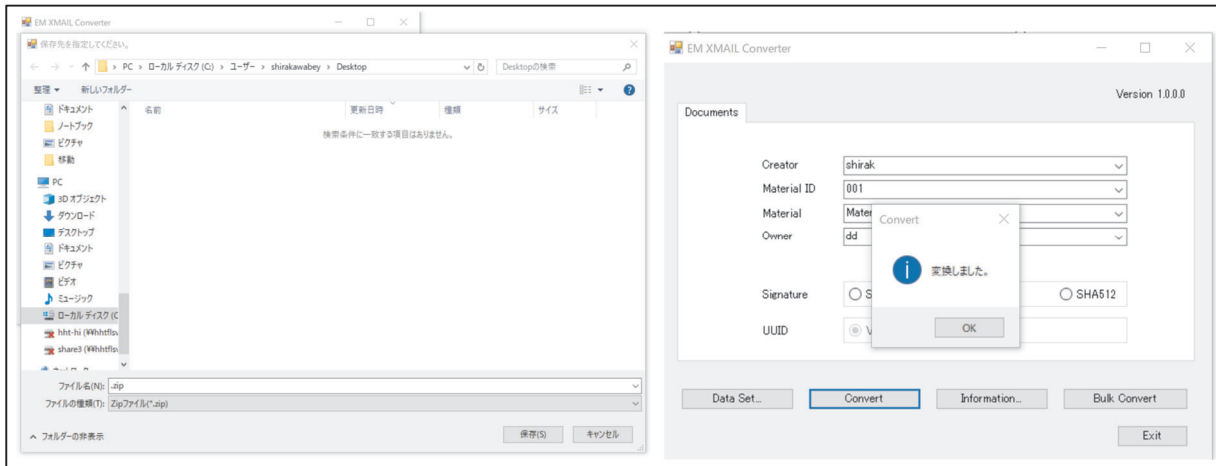


図2. 1. C-4 XMAILの出力先をして、コンバートする。

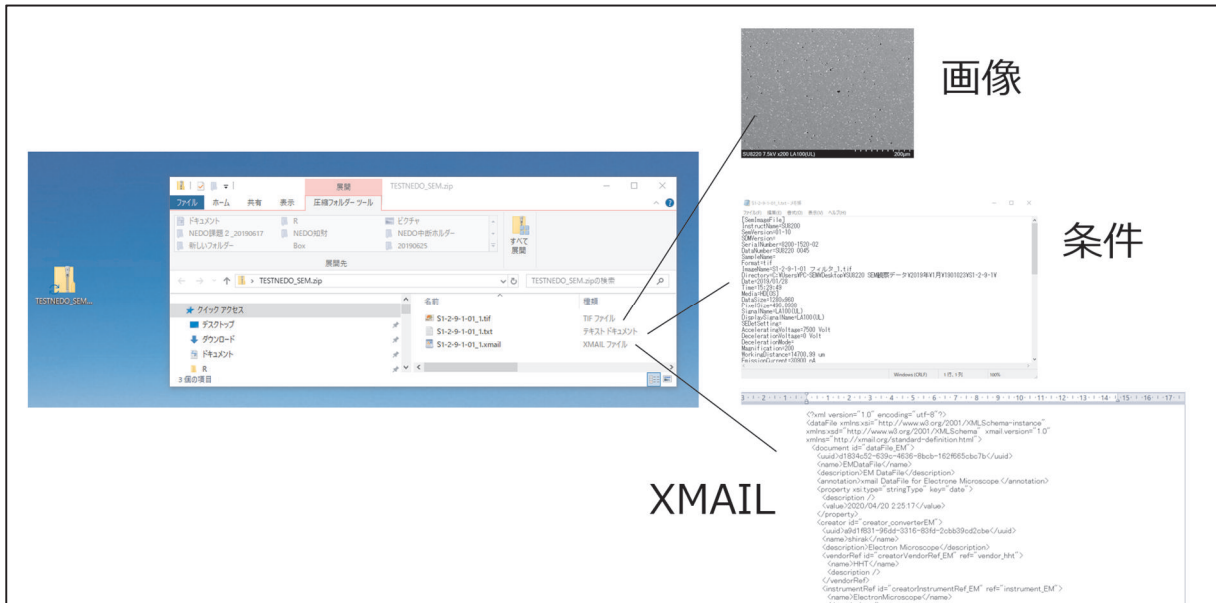


図2. 1. C-5 SEMのコンバート結果である。圧縮ファイルの中にコンバートされた情報が格納される。SEM/TEMの場合は、画像と測定条件およびXMAILファイルのセットとなる。

## ②AFM

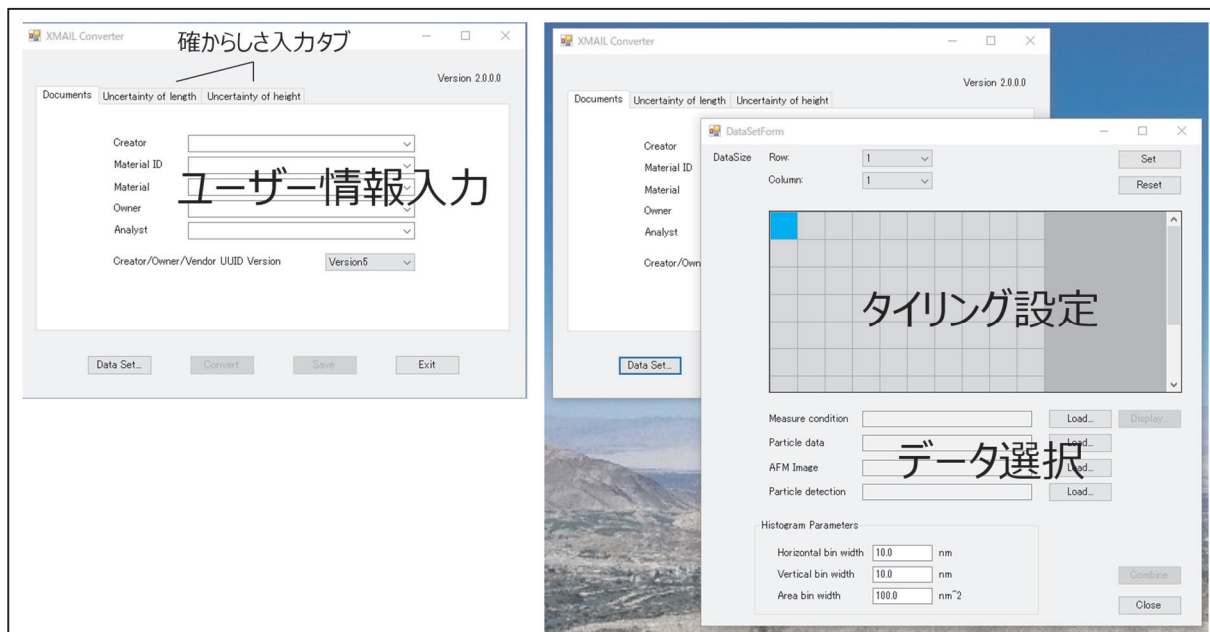


図2. 1. C-6 ユーザ情報を入力する。必要に応じて確認からしのパラメータが入力可能な仕様となっている。また複数の観察画像を結合させることが可能である。

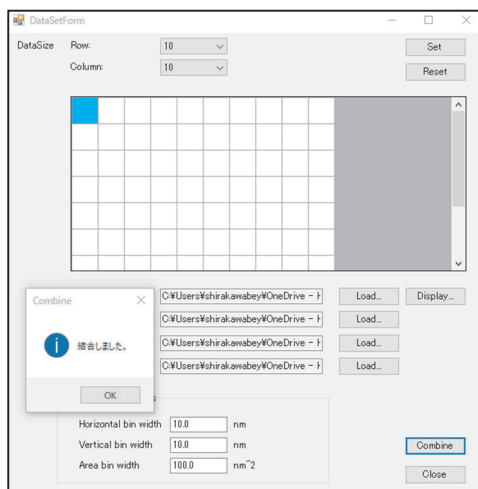


図2. 1. C-7 データを選択してコンバートを行う。AFMの場合には、解析結果などのデータも取り込むことが可能な仕様とした。



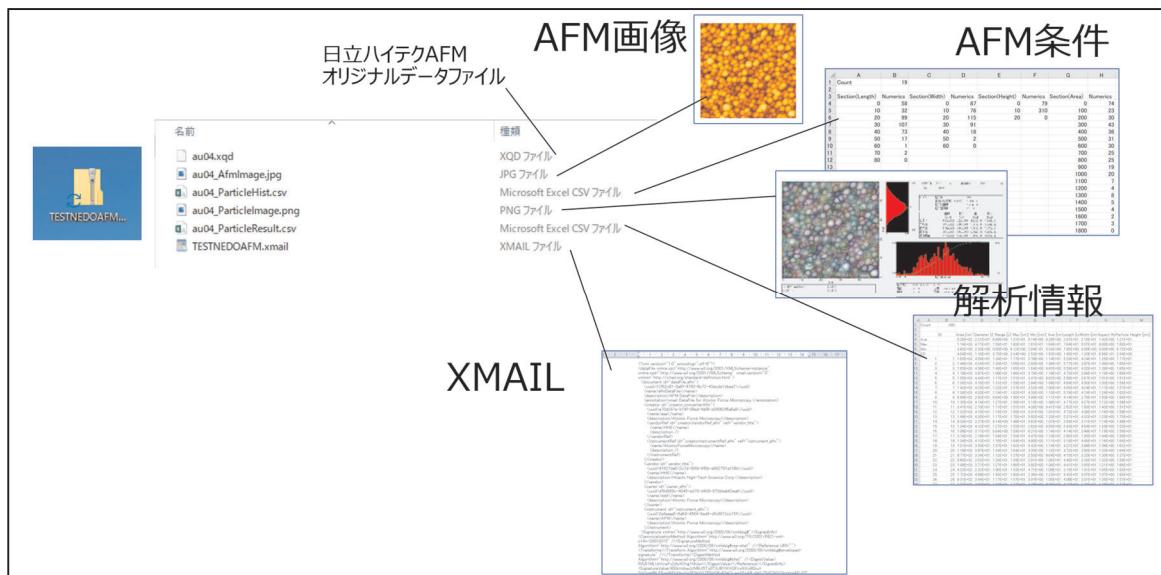


図2. 1. C-8 AFMのコンバート結果である。圧縮ファイルの中にコンバートされた情報が格納されるAFMの場合は画像とAFM固有の条件(パラメータ)、およびXMAILファイルとともに、解析結果のデータと画像も格納可能である。

### ③XRF

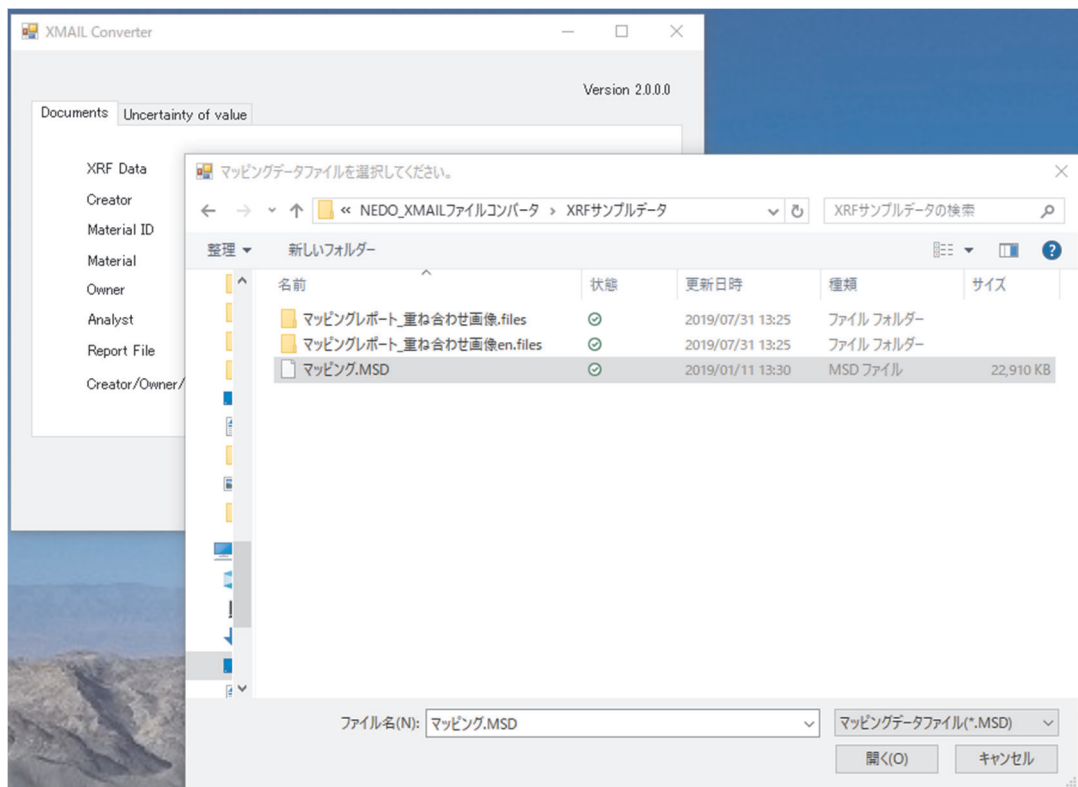


図2. 1. C-9 他の装置のコンバータと同様にユーザ情報を入力する。必要に応じて確からしさのパラメータが入力可能な仕様となっている。



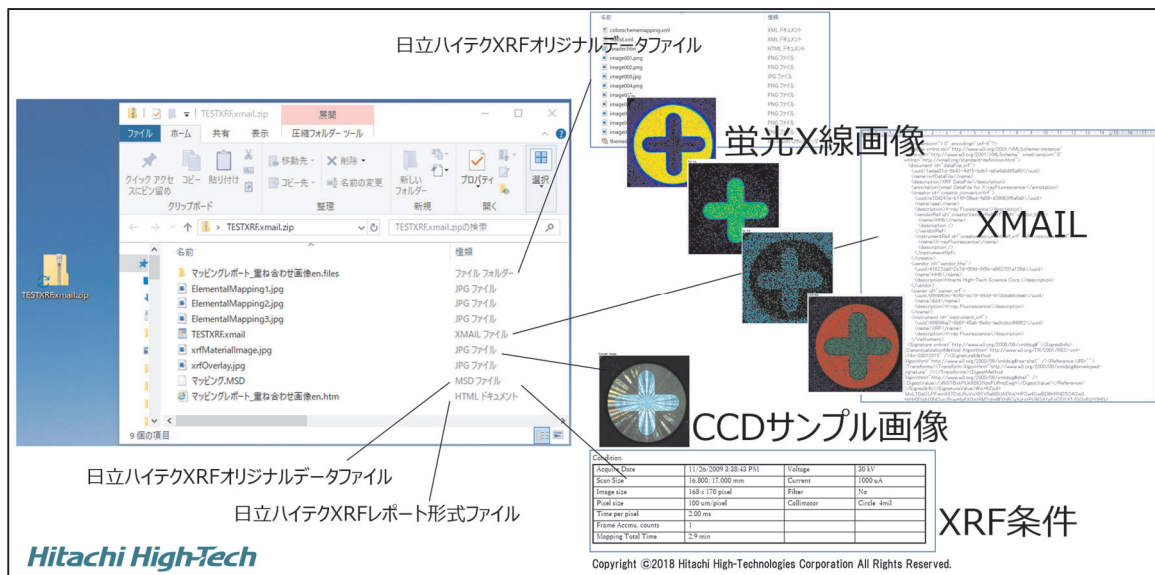


図2. 1. C-10 XRFのコンバート結果である。圧縮ファイルの中にコンバートされた情報が格納される。XRFの場合は蛍光X線画像と観察領域のCCD像およびXRF装置の測定情報も、XMAILとは別に格納される。XMAILファイルとともに、読み込んだXRFオリジナルデータ、オリジナルレポート形式ファイルも格納されている。

### 【まとめ】

日立ハイテックは走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置のそれぞれの出力データを本研究で九州工業大学が規定したXMAILガイドラインに沿ったデータコンバータを開発した。これらのコンバータは各社の開発したコンバータと互換がある一方でフォーマットの内容の一部に記述の不一致があることが研究課題3の評価で明らかになった。

今後XMAILの標準化を目指すにあたり、これらの細かい不一致についての調整を行って、ユーザが混乱なく広く活用できるフォーマットとして引き続き標準化活動に向けて各社との協調を図る。

## 2. 1. C-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題1-2)

### 【目標】

研究課題1-1で作成する共通データフォーマットに従い変換されたデータは、そのままでは容易に読み出し、書き換えが可能のため、秘密性・安全性の確保が必須となる。日立ハイテックはIOTクラウドシステムを用いて、計測分析データの改ざんや差し替えなどからデータインテグリティ(Data Integrity:データの完全性:以下DIと略す)を確保し、データの変更履歴の記録やデータの必要な項目に鍵をかけることが可能な技術についても検討を行い、共通データフォーマットおよびコンバータの開発に反映する。

日立ハイテックは、これらの技術を各社と連携してDIを確保したデータの秘密性および安全性のためのデータ収集技術、データ管理技術の開発を行い、共通データフォーマットおよびコンバータに反映、最適化を行う。

### 【成果】

本研究開発で構築を目指すCPS型複合計測分析は、個別の計測分析装置を用いて測定対象情報を収集した上で測定結果をサイバー空間に集約し、その統合解析を試みて、目的とする機能解析や故障解析を実現することを目指していた。変換されたデータは、そのままでは容易に読み出し、書き

換えが可能なため、秘密性・安全性の確保が必須であるが、本研究全体において各社がXMAILに変換した結果をセキュアな環境でやり取りできる仕組みの共通計画が示されなかったため、日立ハイテクはExTOPE(IoTサービスポータル)を用いて、計測分析データの改竄や差し替えなどからDIを確保し、データの変更履歴の記録やデータの必要な項目に鍵をかけることを可能であることを提案した。

ExTOPEは各社からの共通フォーマットであるXMAILファイルを格納するデータ管理層をもつ。この領域へのアップロード及びダウンロードを行うには、IDとパスワードでのログ管理が行われ、不特定多数のアクセスを制限して改ざんやデータ差し替えの危険を回避するとともに、万一の不正アクセスに対してもダウンロード・アップロード履歴での検証をもってDIを確保する仕組みを構築した。



図2. 1. C-11 ExTOPE(IoTサービスポータル)の管理者画面。管理者を設定することにより、様々なアクセス管理を可能にするとともに、ユーザのアクセス履歴把握なども可能にしている。

ユーザのアクセス権は管理者によって自由に設定できるため、ユーザとメーカーとのグループ区分やメーカーとメーカーの間、ユーザとユーザとの間の情報のコンタミネーションも防止することが考慮されている。さらに、メンバー、非メンバーの区分や権限の付与など様々な管理が可能な仕組みが担保されている。

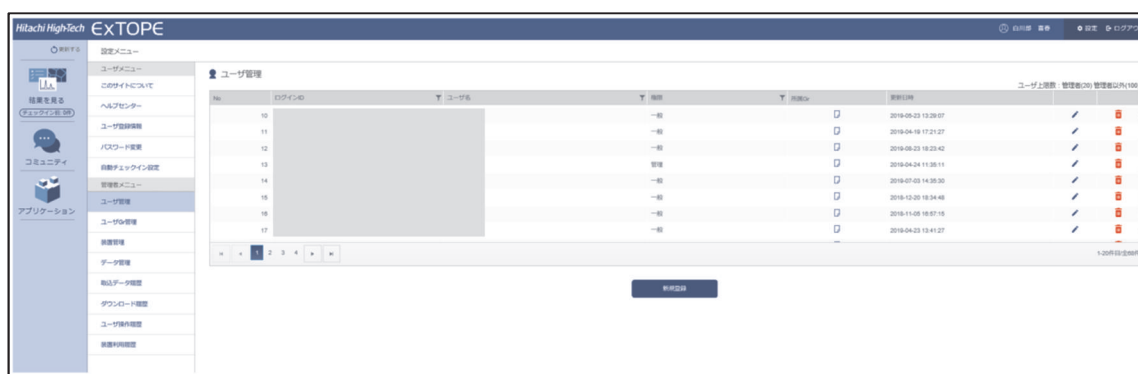


図2. 1. C-12 ExTOPE (IoTサービスポータル)の管理者ユーザ管理画面例。管理者はメンバーのアクセスレベルを自由に設定し管理できる。

### 【まとめ】

日立ハイテックは、XMAILに変換されたデータをローカル環境に置かず、CPS環境から引き出し、結果をCPS環境に戻す構造を構築した。さらにユーザ毎にグルーピングする機能を用いて、情報の共有の階層管理も行うことができる。これらの機能によってCPSの安全性を確保しつつ、ユーザがストレスなく、データのアップデートと解析が可能になる環境を提供する仕組みを開発した。

## 2. 1. D 堀場製作所

### 2. 1. D-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題1-1)

#### 【目標】

##### ① 共通データフォーマットの仕様作成

- NEDOエネルギー・環境新技術先導プログラム(2016-2017年度)「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」(以下先導プログラム)において開発した共通データフォーマットを基に、計測分析機器メーカー、九州工業大学と連携しながら、改良型の共通データフォーマットを構築し、その最適化を行う。
- 開発する共通データフォーマットは、前述の先導プログラムで検討したXML対応を基礎として、データ品質を保証する4つの観点(データの唯一性、再現可能性、遡及性、未改変保証)をデータに付与したXMAIL形式をさらに発展させて、同プログラムで検討したナノ粒子解析分野以外の応用分野、および使用される計測分析機器群にも対応したものとする。

##### ② CPS型計測分析を実現するための計測装置のデータコンバータの作製

- 前項で規定した共通データフォーマットに則し、素材・部材の研究開発に使用する異なる計測分析機器の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。当社は、ラマン分光分析装置、蛍光X線分析装置のデータコンバータを作製する。統合ビューアと共に試用することで、各分析装置で不足する情報を追加する。また、外部ファイルのリンクに必要な技術課題を洗い出す。

#### 【成果】

##### ① 共通データフォーマットの作成

- NEDO先導プログラム「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」において、開発した共通データフォーマットを基に、計測分析機器メーカー、九州工業大学と連携しながら、改良型の

共通データフォーマットの仕様を作成しその最適化を行った。現時点での最新版の「XMAIL 1.0.1仕様書」を添付する。

- 共通データフォーマットの仕様の概要: 図2. 1. D-1に共通データフォーマット仕様の概略イメージを示す。<document>、<protocol> <data>、<eventLog>の4つのタグを規定し、それぞれのタグ下の情報を通して、独立可用性(多様なデータ記述(不確かさを含む))に加えて、計測分析に関わる全ての情報(再現性, 追跡可能性)が改変防止された状態で存在することを保証する。
- 図2. 1. D-2～図2. 1. D-5には、それぞれ「唯一性の保証と改竄防止」、「計測分析結果とそのフロー、再現性保証」「多様なデータ表現と不確かさの記述」に関する仕様のイメージを示す。仕様詳細についてはXMAIL 1.0.1仕様書を参照のこと。

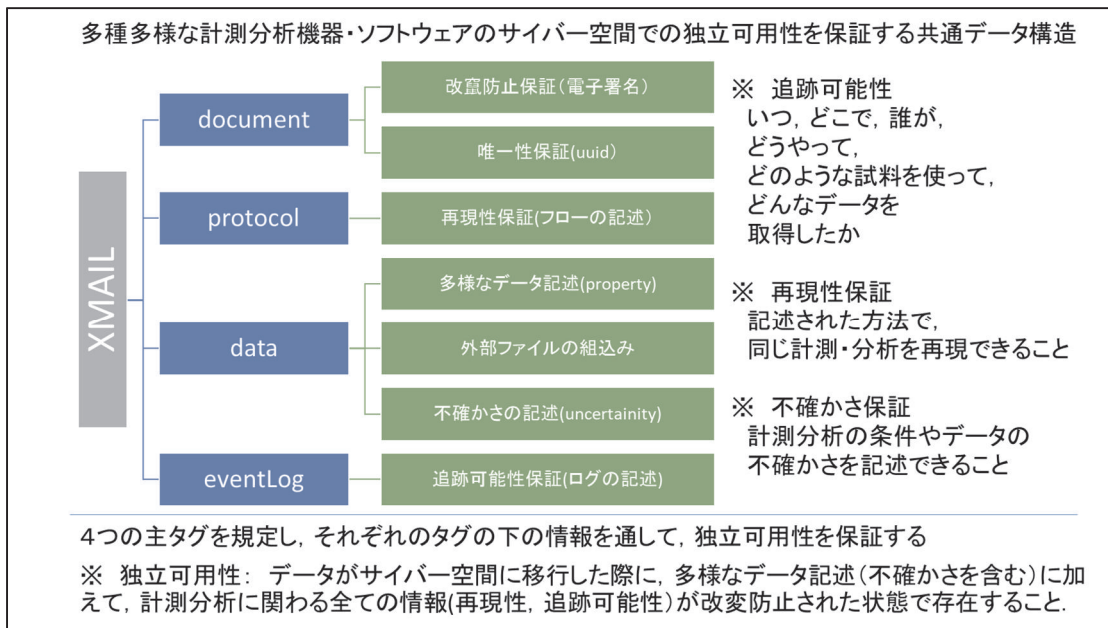


図2. 1. 1D-1 共通データフォーマット仕様の概略

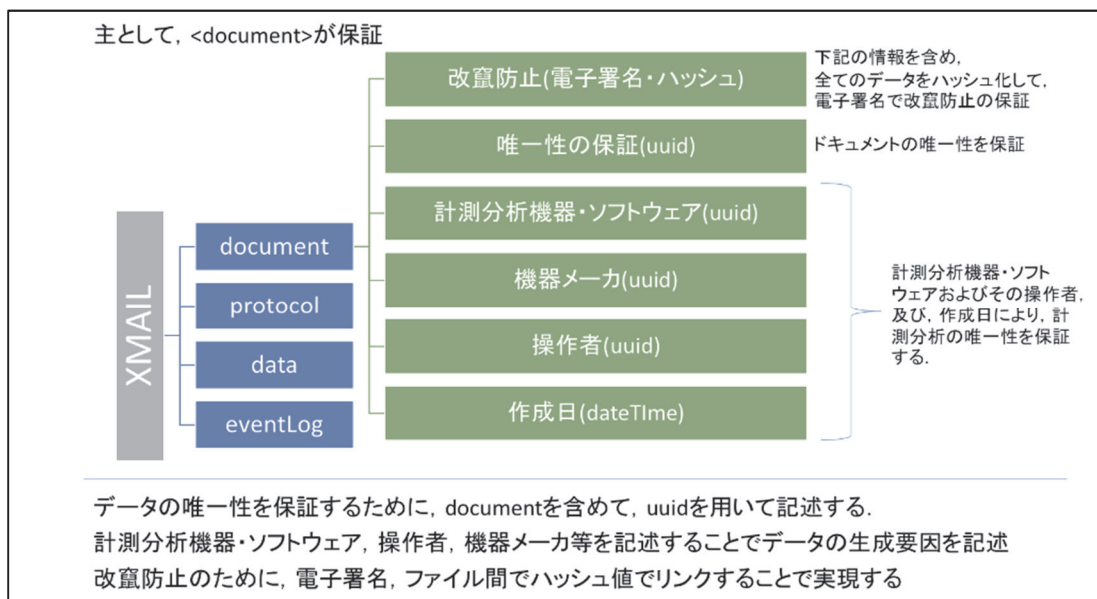


図2. 1. D-2 唯一性の保証と改竄防止

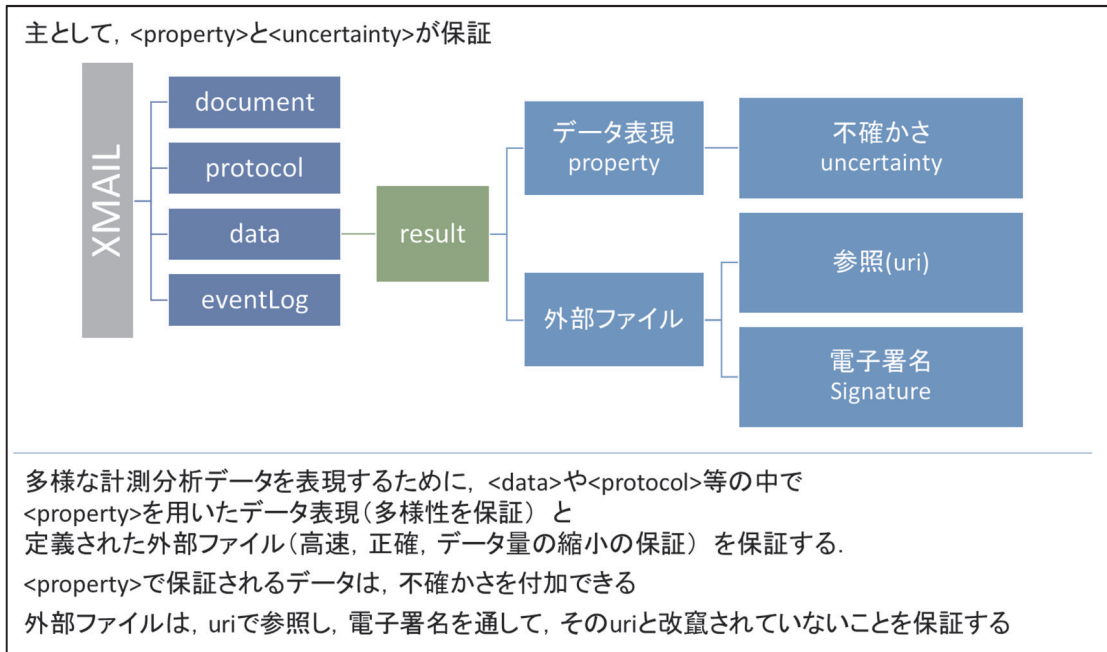


図2. 1. D-3 計測分析結果とそのフロー, 再現性保証

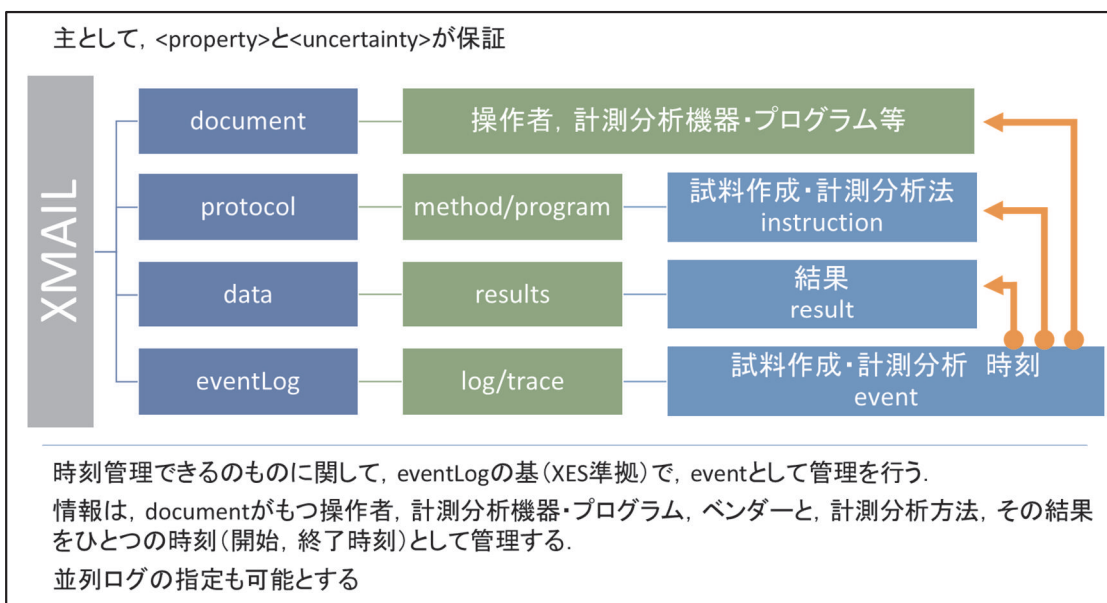


図2. 1. D-4 多様なデータ表現と不確かさの記述 1



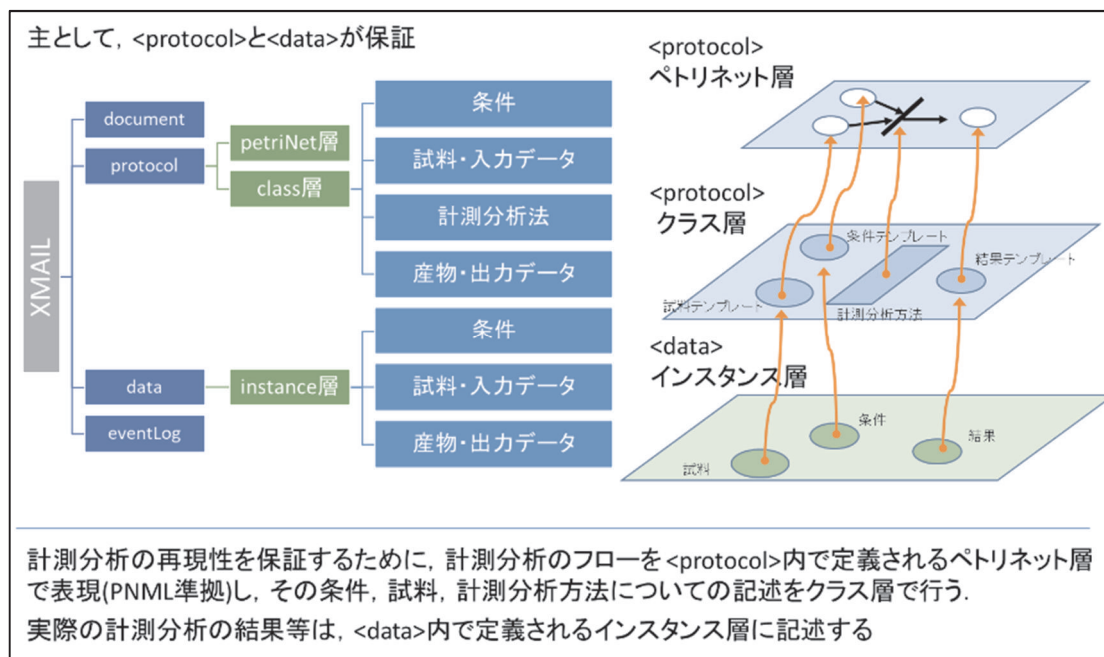


図2. 1. D-5 多様なデータ表現と不確かさの記述 2

② CPS型計測分析を実現するための計測装置のデータコンバータの作製

- 各計測装置のコンバータの仕様: 後述の研究課題3で製作する統合ビューアに表示させるデータを考慮して、各装置から出力されるファイルを選定し、XMAILファイルフォーマット形式へコンバートする際に使用するファイルは、以下のとおりとした。

<ラマン分光測定装置 LabRAM HR Evolution>

- マッピングデータ(テキストファイル)
- スペクトルデータ(テキストファイル)
- 顕微鏡像(tifファイル)
- マッピングイメージ bmpファイル)
- マッピングラベル bmpファイル)

<蛍光X線分析装置 MESA-50>

- レポートデータ(Excelファイル、\*.xlsx)
- スペクトルデータ(テキストファイル)

上記の複数のファイルが入ったホルダを指定することで、コンバータはホルダ中のファイルから必要な情報を読み取りXMAILファイルに記述する仕様とした。

当社担当のラマン分光測定装置や蛍光X線分析装置では、主に測定される項目はスペクトルデータと観察像やマッピング像のイメージである。スペクトルデータはそのスペクトルを画像としてリンクさせることもできるが、その後の多様性を考慮して、スペクトルの数値データをテキストデータとしてXMAILファイルに記述することとした。

コンバート後に生成されるファイルは、以下のファイルとなるようにし、XMAILファイル内の記述においてリンクが張られた構造となっている。これらは後述する課題3で実施した統合ビューア表示技術の開発において、コンバータの仕様に対して抽出されたフィードバック項目に基づいて選定されている。

<ラマン分光測定装置 LabRAM HR Evolution >

変換前ファイル+XMAILファイル

<蛍光X線分析装置 MESA-50>

変換前ファイル+試料のCCD画像ファイル bmp)、スペクトルイメージファイル bmp)、XMAILファイル(CCD画像とスペクトルイメージはExcelファイルに張り込まれている画像データ)

- 各計測装置のコンバータの作製: 試作した各装置のコンバータについて、以下に概要を述べる。

〈ラマン分光測定装置 LabRAM HR Evolution〉 ver 1.2.0.0

図2. 1. D-6から図2. 1. D-8にラマン分光測定装置のコンバータソフトの外観を示す。変換元ファイルのあるホルダを選んで、dataタブを選択すると、ラマンスペクトルやマッピングの数値データ、マッピング画像が確認できるようになっており、またdocumentタブでは計測試料の前処理条件や作製条件など不足した情報を手入力できるようになっている。このようにコンバート前にデータを確認し、不足した必要な情報を入力することができる仕様とした。

〈蛍光X線分析装置 MESA-50〉 ver 1.1.0.0

図2. 1. D-9から図2. 1. D-10にかけて、蛍光X線分析装置のコンバータソフトの外観を示す。ラマン分光測定装置と同様に変換元ファイルのあるホルダを選んで、dataタブを選択すると、スペクトルイメージや定量数値データ、CCDカメラ画像を確認できるようになっており、またdocumentタブで不足した情報を手入力できるようになっている。このように、コンバート前にデータを確認し、不足した必要な情報を入力することができる仕様とした。

- コンバータ仕様に関する抽出課題: ユーザの使用目的によって、1つの分析機器においても測定する項目は様々であり、データとして出力される形態も様々である。今回は、比較的汎用性の高い一般的に出力されると想定されるファイルを使ってXMAILファイルにコンバートしたが、特殊なユーザーニーズごとにコンバータ仕様を改良しなくて良いように、どの出力データとすべきかが課題と考える。研究課題3で実施する統合ビューアの試用、あるいは相関解析を実施して得られたコンバータ仕様に対する抽出課題については、後述の研究課題3の項で述べる。

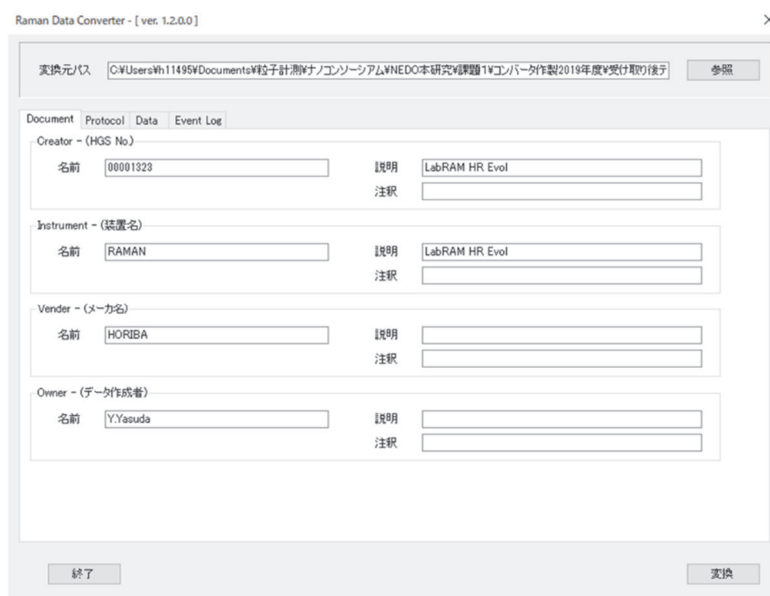


図2. 1. D-6 ラマン分光測定装置用コンバータソフト外観 その1



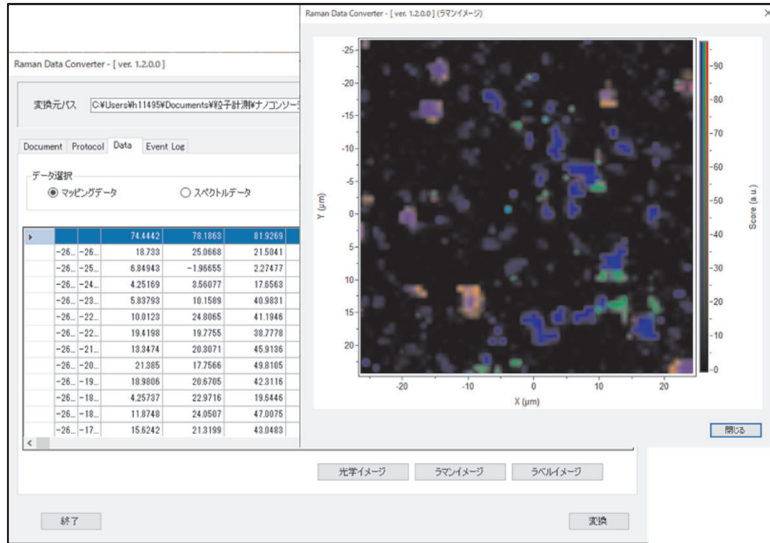


図2. 1. D-7 ラマン分光測定装置用コンバータソフト外観 その2

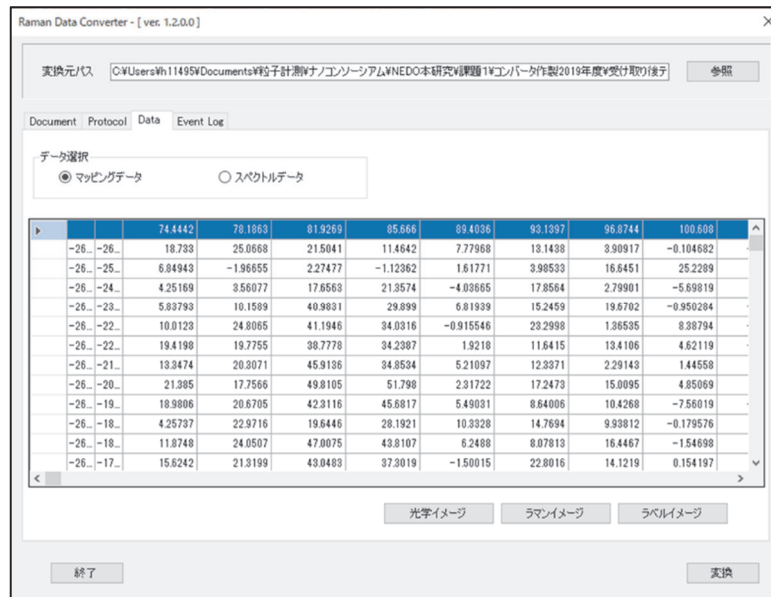


図2. 1. D-8 ラマン分光測定装置用コンバータソフト外観 その3

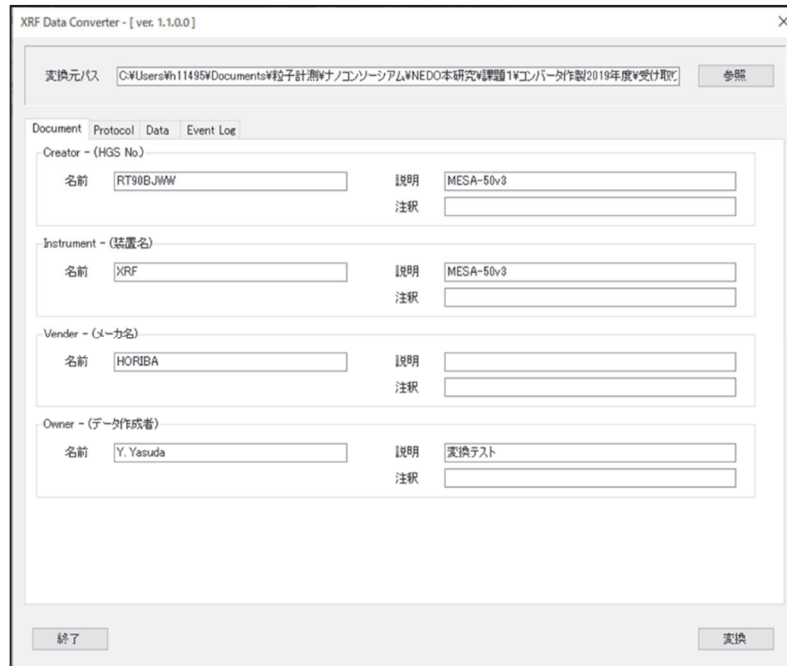


図2. 1. D-9 蛍光X線分析装置用コンバータソフト外観 その1

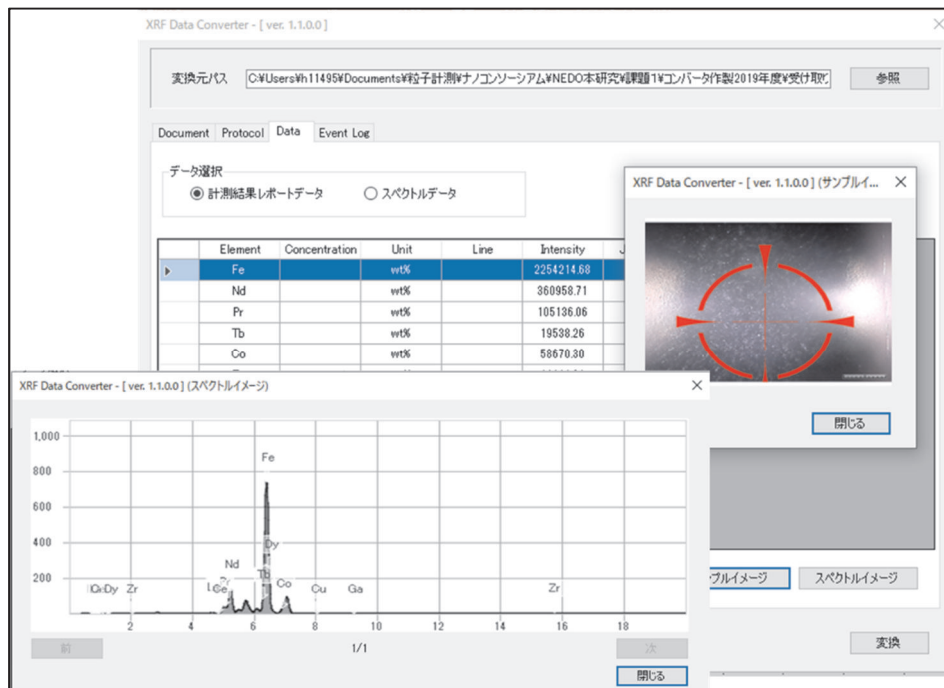


図2. 1. D-10 蛍光X線分析装置用コンバータソフト外観 その2

## 【まとめ】

NEDO先導プログラム「ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発」において開発した共通データフォーマットを基に、計測分析機器メーカー、九州工業大学と連携しながら、改良型の共通データフォーマットの仕様を作成しその最適化を行った。共通フォーマット仕様に則し、素材・部材の研究開発に使用するラマン分光分析装置、蛍光X線分析装置のデータコンバータを作製した。統合ビューアと共に試用することにより、各分析装置において改良が必要な技術課題を洗い出した。

## 2.1.D-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発(研究課題1-2)

### 【目標】

研究課題1-1で作成する共通データフォーマットに従い変換されたデータは、そのままでは容易に読み出し、書き換えが可能のため、秘密性・安全性の確保が必須となる。本課題では、計測分析データの改ざんや差し替えなどからデータインテグリティ(Data Integrity:データの完全性、以下DIと略す)を確保するため、データの変更履歴の記録やデータの必要な項目に鍵をかけることが可能な技術について検討を行い、共通データフォーマットおよびコンバータの開発に反映する。

具体的にはDIを確保したデータ秘密性、安全性のためのデータ収集技術、データ管理技術の調査を行い、ユーザ企業である住友ゴム工業と(株)TDK(株)からの提言も含めて、共通データフォーマットの仕様を作成する。

### 【成果】

研究課題1-1で作成した共通データフォーマットに従い変換されたデータは、そのままでは容易に読み出し書き換えが可能のため、秘密性・安全性の確保が必須となる。それについて以下の手法を規定した。

- ・ 改竄や差し替えを防ぐため、データファイル全体にXML署名(XMLDSig: Enveloped、<http://www.w3.org/2000/09/xmlsig#enveloped-signature>)を行うこととした。
  - ・ 同一条件での計測・分析が可能な情報は全てXMAIL上に持つとしたが、公開したくない装置の調整条件、校正データなどの中間データは非公開データとして、部分的に暗号化することができる仕様とした。部分的な暗号化については、XMLエレメント暗号化技術(XML Encryption: <https://www.w3.org/Encryption/2001/>)を使用するものとするが、技術の進展や実際の運用に合わせて継続的に検討をすることが必要であるとした。
  - ・ 暗号化に関しては、完全にデコードできるものとする。暗号化の方式については、SSL/TLS等が想定されるが、これについても暗号化技術の進展がみられるため継続的な検討が必要であるとした。
  - ・ 上述の非公開情報は、そのまま外部ファイルとしてリンクできる仕様としたが、外部ファイルのハッシュ値(署名: SHA-2[SHA-256もしくはSHA-512])を持つことにより、外部ファイルの改変に耐えられるものとした。
  - ・ 外部ファイルが存在する場合には、ZIP形式によりXMAILと併せて、ひとつのファイルにまとめるものとし、相対パスネームとして記述するものとした。
- なお、本サブ研究課題は2018年度で完了した。

### 【まとめ】

データの変更履歴の記録や、データの必要な項目に鍵をかけることが可能な技術について検討を行い、DIの確保のための共通データフォーマットおよびコンバータの仕様を作成した。仕様はXML署名、暗号化、暗号化方式、外部リンクファイルの改変に関するものを規定した。

## 2. 1. E 住友ゴム工業

### 2. 1. E-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題1-1)

#### 【目標】

データコンバータの開発及び検証を円滑に行うために、参画各機関に開示可能なゴム材料に関する新たなデータの取得を行う

#### 【成果】

固体NMRデータについては、当社では参画機関の装置を有しておらず、外部の受託分析機関へ外注し、96サンプル分の新たなデータを取得した。また、日本電子(株)と協力し、XMAIL形式へのコンバートの詳細仕様を決定し、コンバータ開発の援助を実施した。電子顕微鏡データについては、214サンプル分のデータを社内の装置で新たに取得し、日本電子(株)の開発したデータコンバータの検証を行い、問題なくコンバートできていることを確認した。同様にクロマトグラフデータについても、214サンプル分の新たなデータを取得した。(株)島津製作所の作成したデータコンバータで検証を行い、問題なくコンバートできていることを確認した。

#### 【まとめ】

コンバータの開発及び検証に使用することのできるゴム材料についての各種データを計画通りに取得することができた。また、各機関が作成したコンバータを用いてXMAIL形式に問題なくコンバートできていることを確認した。

## 2. 1. F TDK

### 2. 1. F-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(研究課題1-1)

#### 【目標】

データコンバータ作成のために、これまでに取得した実データの提供および必要なデータを新たに取得するとともに、データに付加すべき情報の選定及び検証を行う

#### 【成果】

- 表2. 1. F-1に示すように、コンバート対象分析装置リストを作成し、各社に提示した。

表 2. 1. F-1 データコンバータ作成要望機種一覧

メーカー名	手法	機種名	対応	メーカー名	手法	機種名	対応	
日本電子	TEM	JEM-2100F	○	日立ハイテク クノロジーズ	STEM	HD-2000	-	
	EDS	JED-2300	○		TEM	HF-2200	-	
	EDS	Noran	-		EDS	Noran	-	
	TEM	JEM-ARM200F	○		SEM	SU-70	-	
	XPS	JPS-9030	-		EDS	OXFORD	-	
	XPS	JPS-9200	-		SEM	SU-8220	○	
	SEM	JSM-7001F	○		EDS	堀場製作所 X-Max	-	
	EDS	BRUKER	-		SEM	TM4000	○	
	SEM	JSM-7100F	○		EDS	オックスフォード Aztec	-	
	EDS	Thermo Fisher	-		日立ハイテク サイエンス	AFM	AFM5000II SIS	-
	SEM	JSM-7800F	○		島津製作所	EPMA	EPMA-1720	-
	EBSD	TSLソリューションズ OIM system	○			EPMA	EPMA-8050G	-
	EPMA	JXA-8500F	○			X線CT	inspeXio SMX-225CT FPD HR	-
XRF	JSX-1000S	○	XPS	ESCA-3400		-		
ラマン	LabRAM HR Evolution	○	XPS	KRATOS Nova		-		
堀場製作所	EDS	X-Max	-	XPS	KRATOS Ultra	-		

- 特にEBSDは、TDKが進める課題には不可欠な手法であるため、コンバータ作製を要請
- TSL社 鈴木社長の協力を得て、日本電子がコンバータを作製

- ・ EBSDのデータのXMAIL変換を実現
- ・ 日本電子のSEM/EDS/EPMA/TEM, 日立ハイテクのSEMのデータもXMAILに変換
- ・ ミクロ・ミクロ統合ビューアで表示可能となり、目標を達成した。

## 2. 1. G理化学研究所

### 2. 1. G-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発(CPS型計測分析高度化のための調査研究)(研究課題1-1)

#### 【目標】

放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。合わせてX線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。

- ① 共通データフォーマットとの連携に向けた現行技術の調査研究  
放射光施設での測定データと計測分析機器の測定データを連携させるための調査研究について、現在の技術と連携方法への影響に関する調査を行い、連携方法に要求される機能・性能を明らかにする。
- ② 共通データフォーマットに将来求められる機能  
次世代検出器を計測分析機器に将来搭載した場合を念頭に置いて、本事業で作成する共通データフォーマットが次世代検出器に対応できるようにするための調査研究で、将来に連携を行う際に要求される機能・性能を明らかにする。
- ③ X線画像検出器の標準評価プロトコルの実験を含めた検討  
X線画像検出器の性能を特徴づけることができる標準評価プロトコルデータフォーマットのメタデータ部分に格納する計測方法・品質の記述に適用することを念頭に、X線画像検出器の性能を特徴づけることができる標準評価プロトコルについて、実験結果をベースにして明らかにする。

#### 【成果】

- ① 共通データフォーマットとの連携に向けた現行技術の調査研究  
放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるための想定利用フローとデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにすることを目的として調査を実施した。CPS型複合計測分析を推進し高度化するためには、企業内ラボでの計測分析データの共通化を進めた後に、より高度な最先端機器を所有し外部開放している大型施設での測定データとの連携、共通化が行われることが期待される。これらの連携のあるべき姿を検討するために具体的な組み合わせについて調査を行うこととした。  
対象に選んだのは、理化学研究所のX線自由電子レーザー(XFEL)施設SACLAのX線検出器データとの連携形式である。SACLAでは画像データ(以下2次元データとよぶ)および60 Hzで生成しているX線パルスのビームライン各所での強度、位置等のデータ(以下、0次元データと呼ぶ)が主なデータとなっており、年間約1.6 ペタバイト程度のデータが生成されている。  
頻繁に行われている実験についてのデータ量・データ帯域を調べた。画像検出器は多くの実験でMPCCD検出器が用いられており、画像1枚が1 MBから10 MBのものを30 Hzで撮像しているケースが典型的であった。データ収集(DAQ)および解析システムの構成の概念図を図2. 1. G-1に示す。このとき、1時間に10万画像、5時間の実験に対応するデータセットは、0.5～5 TBとなっていた。電子ビーム・X線ビームの強度、位置などの0次元データに関しては、20装置程度が稼働しており、それぞれ20万データ/hourのデータを生成している。このため合計で400万データ/hour程度となる。データ1点あたり数バイトのためデータ生成量は少なく、数10 MB/hourにとどまる。このシステムは2009年に稼働を始め



順次増強を行い、2014年ごろに現在の運用形態になった。本報告では2018年時点のシステムについて報告する。

本システム的设计当時は1点数バイトのデータと1点1MB-10MBの2次元データへのデータ書き込み読み出し性能(I/O性能)を、同時に高いレベルで満足できるIT技術は存在しなかった。このためデータベースと高速ストレージを併用したシステム構成となっている<sup>[1]</sup>。具体的には、0次元データはデータベース(図2. 1. G-1にSyncDBと記載しているもの)、2次元データおよび波形などの1次元データは高速ストレージシステム(図2. 1. G-1に示すCache Storage、Archive Storage)に書き込み・読み出しを行う構成となっている。

高速ストレージとデータベースの使い分けについて図2. 1. G-2に概念図を示した。高速ストレージには1次元および2次元データが格納されている。これらは独自フォーマットのバイナリファイルであり検出器の性能に関するメタデータも格納されている。他方、1点あたりのデータサイズの小さな0次元データはデータベースに格納されており高速のI/O性能を可能にしている(図2. 1. G-2中のデータベース1)。それぞれのバイナリファイルがどのようなデータセットに属しているか、またデータセットを生成した実験条件、測定日時、試料、実験者などのデータセットに関するメタデータはバイナリファイルには含まれていない。これらは別のデータベース2(図2. 1. G-2中のデータベース2と記載したもの)に格納されている。データベース2には、各データセットのメタデータおよびデータセットに含まれるバイナリデータが高速ストレージのどこにどのようなファイル名で保存されているか、およびデータベース1のデータ格納場所に関する記述が保管されている。高速ストレージに保存された1次元および2次元データは、バイナリファイルとしてグローバルファイルシステム上へ書き込み読み出しを行う構成となっている<sup>[2,3]</sup>。バイナリファイルは実験中に確実に保存されることが必須である。また、実験中にデータの品質を確認して当該試料の測定を終了してよいか判断するため、実験中に迅速に解析を行うニーズもある。特に後者はデータ解析をスーパーコンピュータで行う必要がある。このため、書き込み時と同程度の読み出し帯域が必要である。このCache Storageでは、読み出しを行っている最中にも、10 GByte/s程度でデータ欠損なく常時書き込みをすることができる。

本システムで安定的に高速I/O性能を実現するため、ファイルシステム上では複数の画像が一つのファイルにまとめられて格納している。このときファイルサイズは60 MB程度になっている。これはシステム設計当時のベンチマーク結果において1 MB程度のファイルサイズに対して高速ストレージのI/O性能が十分でなかったためである。

---

<sup>1</sup> 初井宇記ら、放射光(2012) Vol. 25 (2)p.82 (<http://www.jssrr.jp/journal/pdf/25/p082.pdf>)

<sup>2</sup> J. Synchrotron Rad. (2015). 22, 571-576.

<sup>3</sup> Y. Joti, et al., Synchrotron radiation News (2017) Vol. 30(1) 16-21.



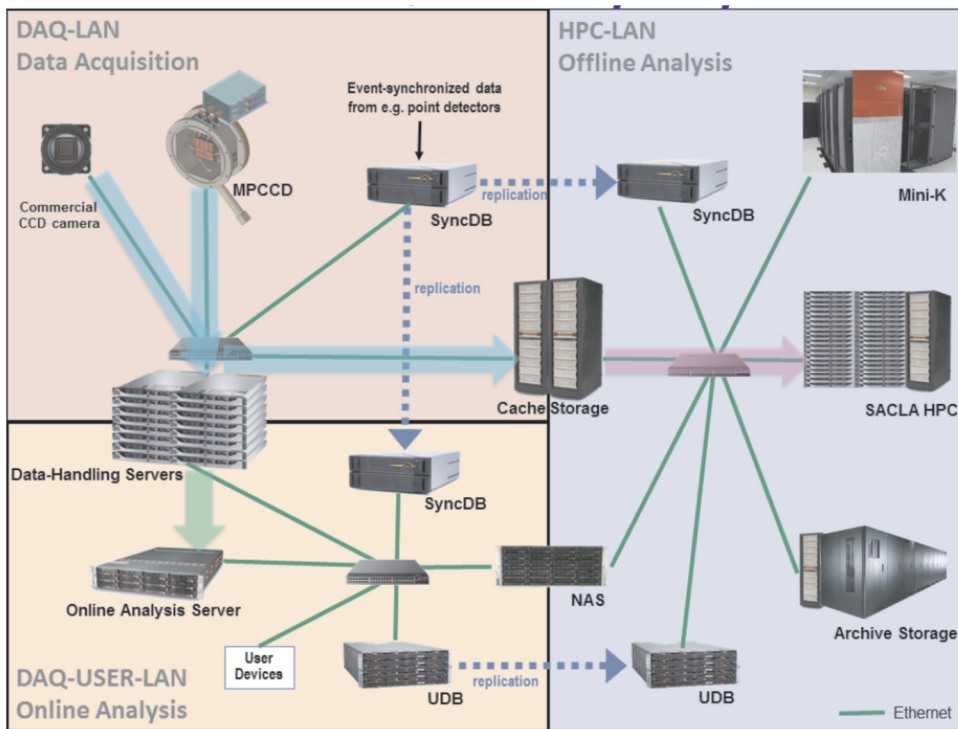


図 2. 1. G-1 SACLA でのデータ収集・解析システムのハードウェア概念図

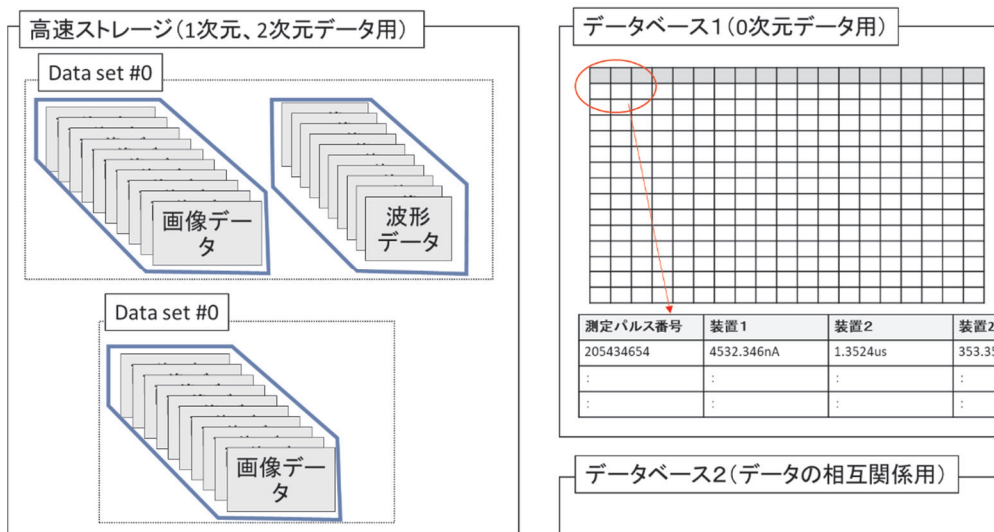


図 2. 1. G-2 SACLA でのデータ収集におけるデータベースと高速ストレージの使い分けの概念図：青枠はファイルシステム上のファイルを示している。画像データ(2次元データ)および波形データ(1次元データ)は、複数の画像をまとめてひとつのファイルに格納し、ファイルサイズが十分大きくなるようなシステム設計を行っている。ファイルサイズは通常 60 MB 程度である。これにより高速 I/O 性能を実現している。

今回2018年時点でのストレージ技術動向を調査する目的で高速ストレージシステムのI/O性能について調査を行った。なお本調査はデータダイレクト・ネットワークス(DDN)社の協力によって可能となったもので深謝する。高速ストレージシステムの構成を図2. 1. G-3に示す。RAID6で構成されてい

るハードディスクからなるシステムである。I/O性能は8つのクライアントからアクセスが可能な構成となっている。ファイルシステムGPFS上にファイルを書き込み、読み出しは各クライアントに1プロセスを起動し、ファイルサイズは8 kByte、8 MB、50 MBの3条件について調査した。

I/O性能を測定するツールであるMDTESTを用いて単一のクライアントからのI/O性能を計測した結果を表2. 1. G-1に示す。この条件は、例えば高速検出器からのデータを欠損なく保存する能力に対応する。書き込み性能を見るとファイルサイズが8 MB以上であれば3 GB/s以上の性能が得られていることがわかる。プロセス数を増やし並列書き込み、読み出し条件とすると、読み出し速度も3 GB/s以上を確保できることがわかる。他方、ファイルサイズが16 KBの場合、読み出し書き込みとも40-80 MB/s程度にとどまり、並列化による性能向上も限定的であることがわかる(表2. 1. G-1)。システム設計として16プロセスを採用した場合を考えると、ファイルサイズ50 MBに対して16 KBの場合、I/O性能が100倍程度悪化することがわかる。

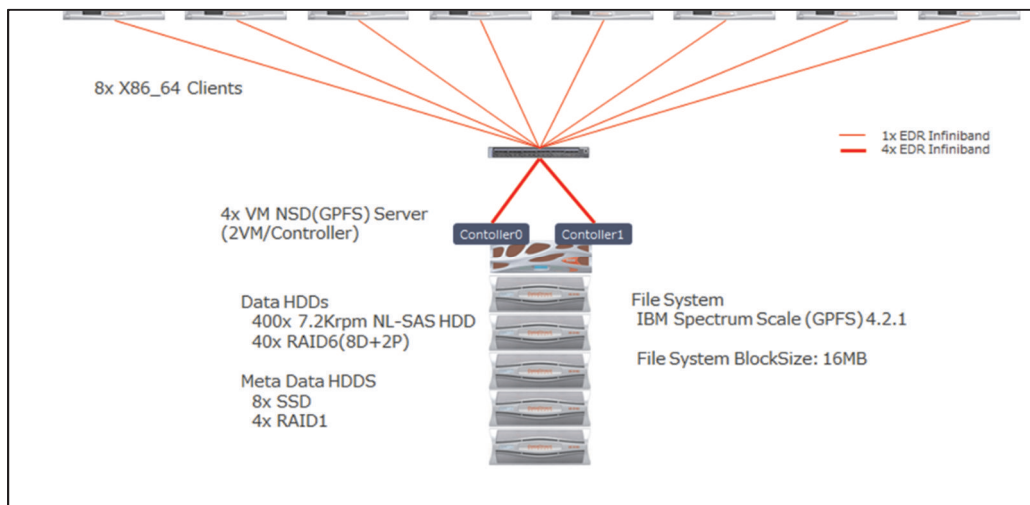


図 2. 1. G-3 高速ストレージシステムの構成

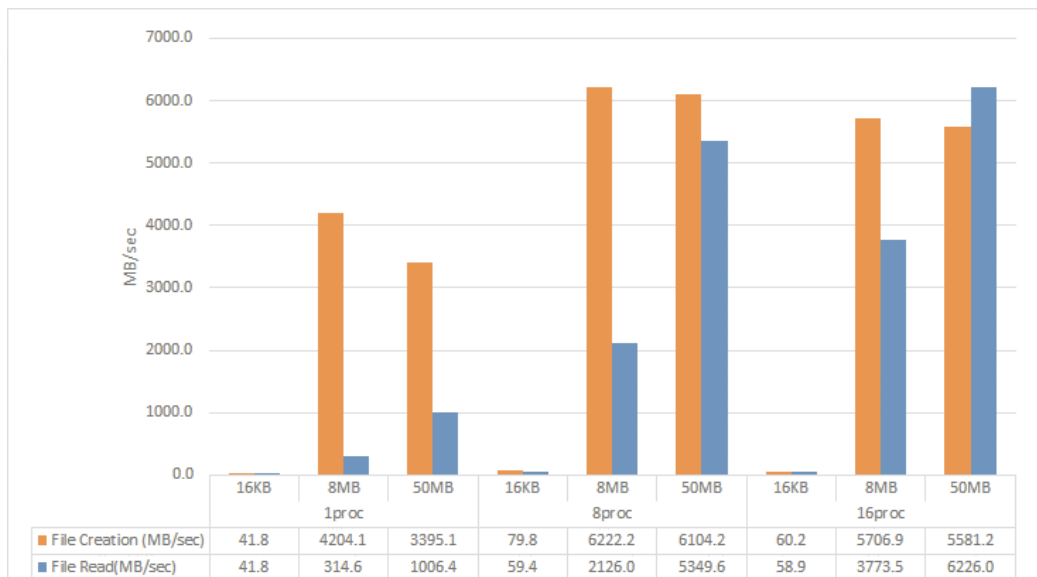


図 2. 1. G-4 クライアント数1の場合のI/O性能とそのプロセス数依存性

表 2. 1. G-1 クライアント数1の場合の I/O 性能とそのプロセス数依存性

File Creation							
Client	Processes	Filesize	Filesize (byte)	IOPS			MB/s
				Mean	Min	Max	
1node	1proc	16KB	16384	2548.9	2278.1	2658.4	41.8
1node		8MB	8388608	501.2	494.1	507.8	4204.1
1node		50MB	52428800	64.8	64.0	65.5	3395.1
1node	8proc	16KB	16384	4870.2	4420.4	5825.9	79.8
1node		8MB	8388608	741.7	737.8	746.1	6222.2
1node		50MB	52428800	116.4	116.3	116.6	6104.2
1node	16proc	16KB	16384	3672.2	3089.6	4435.2	60.2
1node		8MB	8388608	680.3	676.7	686.0	5706.9
1node		50MB	52428800	106.5	105.8	106.8	5581.2
File Read							
Client	Processes	Filesize	Filesize(b)	IOPS			MB/s
				Mean	Min	Max	
1node	1proc	16KB	16384	2548.9	2278.1	2658.4	41.8
1node		8MB	8388608	37.5	36.7	38.4	314.6
1node		50MB	52428800	19.2	18.5	19.5	1006.4
1node	8proc	16KB	16384	3624.8	3548.5	3702.9	59.4
1node		8MB	8388608	253.4	243.9	260.2	2126.0
1node		50MB	52428800	102.0	101.6	102.2	5349.6
1node	16proc	16KB	16384	3594.2	3461.7	3645.4	58.9
1node		8MB	8388608	449.8	441.9	459.2	3773.5
1node		50MB	52428800	118.8	118.3	119.2	6226.0

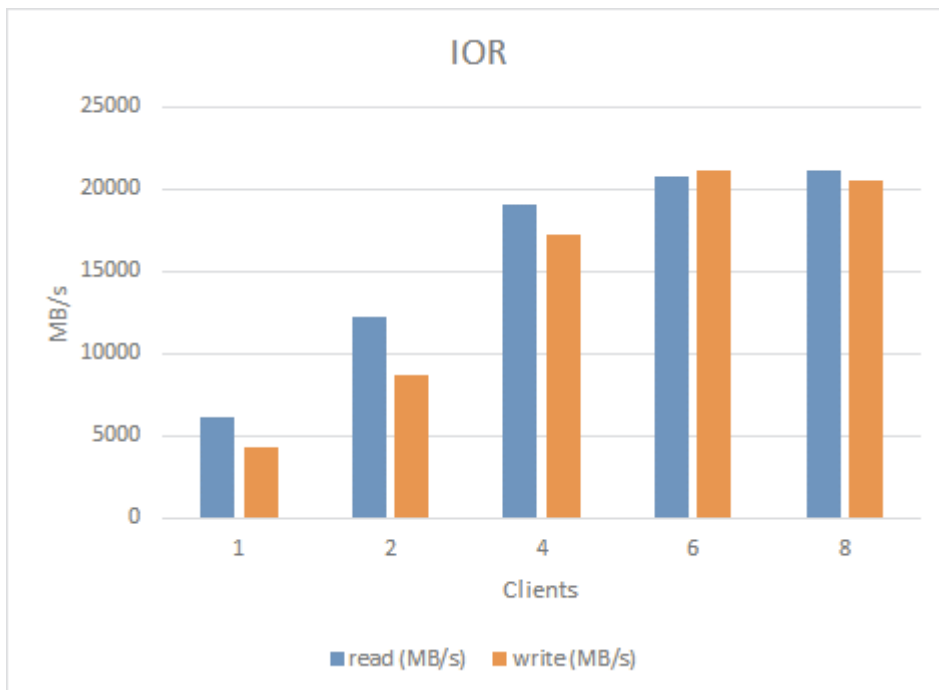


図 2. 1. G-5 ファイルサイズ 32 GB、Transfer size 8 MB の条件におけるクライアント数と I/O 性能の関係。縦軸にすべてのクライアントの I/O 速度の合計を示している。

データを利用する観点、および多数のデータ書き込みが起こる場合は複数のクライアントが接続したときのI/O性能が重要となる。このケースを想定したI/O性能測定結果を図2. 1. G-5に示す。8クライアント、1プロセス/1クライアントの条件で、ファイルサイズおよびTransfer Size(Block sizeに相当)をそれぞれ32 GB、8 MBに設定したときのI/O性能である。合計約20 GB/sまでのI/O性能が出ることがわかった。このような性能は、1 MB程度の小さなファイルに対しては得られない。

以上から、今後重要となる大規模データの利活用において十分なI/O性能を実現するには、今回調査したハードディスクベースの高速ストレージの場合、ファイルシステム上のファイルサイズを十分大きくすることが極めて重要であることがわかった。ハードディスク技術以外にもフラッシュメモリ技術ベースのSSD(solid state drive)、さらには、新しい材料技術をベースにしたメモリデバイスが開発されていることから<sup>[4]</sup>、ここでみたようなI/O性能の著しいファイルサイズ依存性は、今後変化していくと思われる。また、ファイルサイズ依存性以外にファイルシステム上のファイルの配置による影響など、ここで考慮しなかった因子も重要となる可能性がある。

## ② 共通データフォーマットに将来求められる機能

### CPS型複合計測分析システムのデータフォーマットの拡張による連携の可能性

CPS型複合計測分析システムのデータフォーマットのようにファイルシステム上のファイルの記述方法を規定するデータフォーマットは、長期間多くのベンダー、言語でサポートされるデータI/O方法であり、長期的なサポートを実現する観点で望ましいアプローチである(図2. 1. G-8a)。一方、上記の調査で、ファイルサイズが小さいとI/O性能が著しく劣化することが判明した。これは、スーパーコンピュータ技術分野で一般に知られている現象であり、解決法も多岐にわたる。

解決する方法の一つは、データフォーマットを工夫することであろう。ファイルサイズが小さいメタデータや複数の画像データを一つのファイルにまとめて格納し、ファイルサイズを大きくすれば、I/O性能の劣化を防ぐことが原理的に可能である(図2. 1. G-6)。実際放射光分野で近年利用されることが増えているHDF5フォーマットでは、一つのファイルに多数の画像やメタデータを格納するデータフォーマットとなっている<sup>[9]</sup>。しかし、この方法においてもデメリットもある。例えば、多数のデータセットからメタデータ内に格納された試料名を検索するケースを考える。この場合、多数のファイルのopen, closeおよびファイル内のseekが必要となり検索性が著しく劣化する。

したがって、パフォーマンスを求められる放射光施設等で格納されているデータそれ自身を、CPS型複合計測分析システムのデータフォーマットもしくはその拡張したもので保管する形での連携は現実的でないと結論することができる。

### CPS型複合計測分析システムのデータフォーマットとの連携方法

放射光等の年間1ペタバイトを超えるデータが生成する実験施設ではデータ処理のパフォーマンス要求を満たすために最先端のIT技術が必要となっている。先端IT技術の変化はユーザが利用しているアプリケーションのアップグレード・更新周期よりも一般に速い。SACLAではこの課題に対応するため、先端IT技術を随時導入しつつユーザ利用・アプリケーションの変化を最小限に抑えるため、複数のレイヤを設けて物理層を隠ぺいしている(図2. 1. G-1)。物理レイヤ(最下部)をアプリケーションから隠ぺいしているため、アプリケーションを一切変更することなく物理レイヤの技術革新に応じて最新技術に切り替えることができる。変更時はlow level APIの新規開発のみで対応が可能である。本事業に関連する事項として以下があげられる。

---

<sup>4</sup> メモリデバイス技術動向については様々な調査があるが、ここではアメリカエネルギー省の下記の報告書を挙げておく。Technical Report: Basic Research Needs for Microelectronics, issued 2018-10-1, <https://www.osti.gov/biblio/1545772-basic-research-needs-microelectronics>

<sup>5</sup> <https://www.hdfgroup.org/solutions/hdf5/>

- (1) HDF5規格に適合したデータフォーマットを規定してユーザが当該フォーマットのデータを得ることができるが、このHDF5形式のファイルは動的に生成する。図2. 1. G-7のHDF5 Converterというサービスが該当する。①でみたようにデータを長期保管しているシステム内では性能に最適化した形式で保管しておき、ユーザがHDF5のファイルを要求した場合に動的にファイルを生成する。
- (2) Python、C言語などのAPIを準備しておき、ファイルを介さずにデータにアクセスするアプリケーション作成を奨励する。また施設で提供するアプリケーションはHDF5フォーマットを介さずにデータアクセスAPIで直接データにアクセスするアプリケーション開発に統一する。

CPS型複合計測分析システムのデータフォーマットは拡張性の高いフォーマットとなっているため、(1)のHDF5 converterと同様の方法により当該データフォーマットの ファイルを生成するサービス(図2. 1. G-7でCPS Format Converterと示しているサービス)を製作することは容易である。また放射光のデータをCPS型複合計測分析システムのデータフォーマットに変換することも可能かつ容易であることを確認した。

本方法は広い意味で、データの論理層へのアクセスを定義したAPIを規定するアプローチ(図2. 1. G-8b)で、インターネットサービスを提供している企業が採用しているものであり、様々なソフトウェア開発環境の進歩の恩恵を受けることもできる。他方、ファイルの記述方法を定めるアプローチ(図2. 1. G-8a)とは実装方法において対極にあるものとも言える。特にパフォーマンスを要求する大規模解析ではデータ変換にかかわる計算コストは無視できない。今後はCPS型複合計測分析システムのデータフォーマットに関するAPIが提供されていくと期待できるので、上記の(2)のようにAPIを介して直接放射光データとCPS型複合計測分析システムのデータを解析することも可能になると期待ができる。

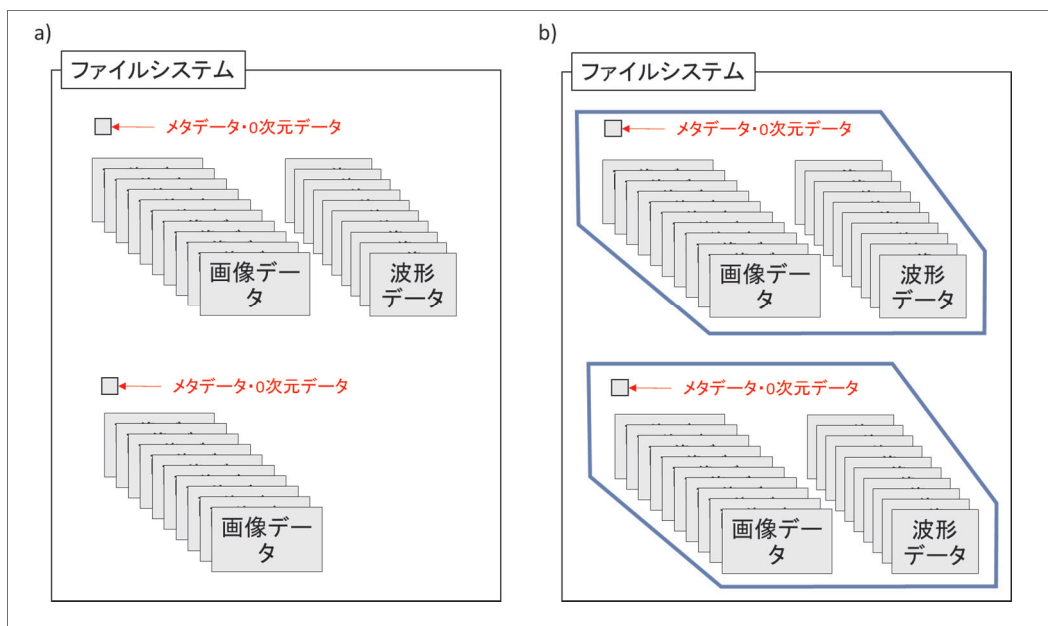


図 2. 1. G-6 ファイルシステムとファイルの関係。ファイルシステム上に意味単位でファイルを生成すると I/O 性能が劣化する a)。メタデータや複数の画像データを一つのファイルとしてファイルシステム上に格納する方法。



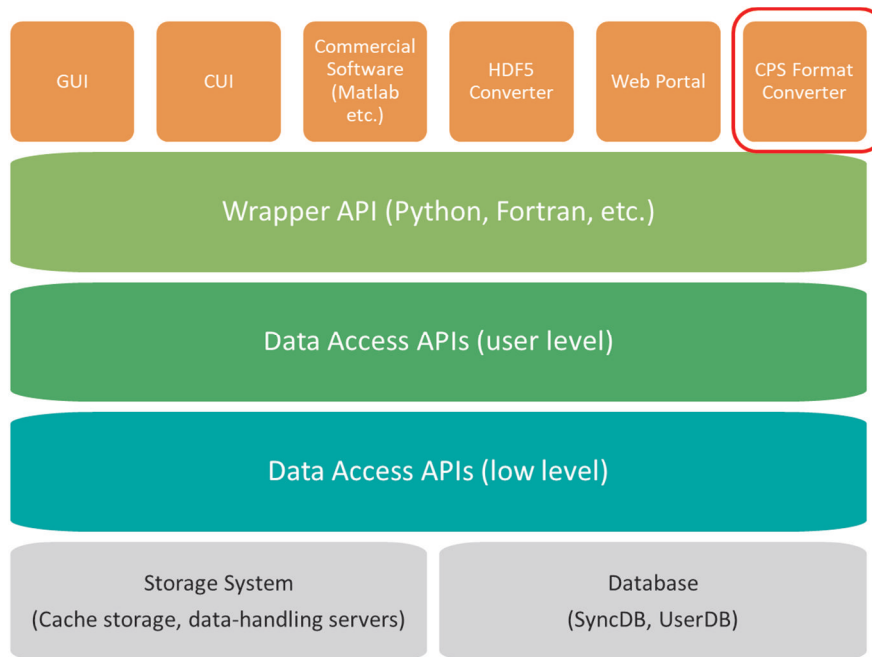


図 2. 1. G-1 SACLA のデータアクセスのためのレイヤ構成。物理レイヤ(最下部)はユーザからは隠蔽されており、ユーザの利用方法を変更することなく物理レイヤの技術革新を取り込むことができる。この SACLA のデータ収集システムと CPS 型複合計測分析システムとを連携 させるためには、CPS 型複合計測分析システムのデータフォーマットに 準拠したファイルを生 成するサービス(赤丸で 囲った部分)を新たに構築することが適切と結論した。

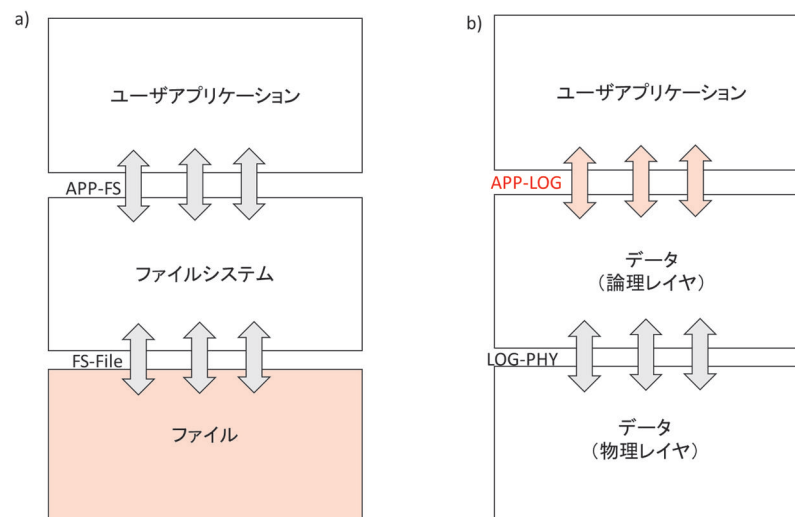


図 2. 1. G-2 データアクセスの流れと規格化を図るポイントの例。a)ファイルシステム上のファイルの記述を統一する場合。CPS 型複合計測分析システムのデータフォーマットがこれにあたる。b)アプリケーションからデータにアクセスするアプリケーションとデータの論理層のインターフェースを定義・規定する方法。SACLA のデータアクセス API やインターネットを介したデータ提供企業のサービス等が該当する。



③ X線画像検出器の性能を特徴づけることができる標準評価プロトコル

測定に使用した検出器の型番だけでなく、検出器の性能・特性についての定量的情報を含めたデータ形式にすることにより、得られたデータの確度情報も含めた形で測定データの連携を可能にすることができればデータの利活用時にメリットが大きい。検出器特性の標準的な評価技術について確立した手法が存在しないX線画像検出器について、今回特に注目した。

対象としては、広く用いられている直接検出型の計数型画像検出器とした。この検出器は画素内にX線光子をカウントする計数回路が集積回路として内蔵されており、通常の可視光用イメージセンサ等に比べ動作原理が複雑である。カウントする際の1光子の判定基準の画素ごとのばらつき、画素の角における感度低下領域の大きさ、連続してX線光子が入射した時のカウントの精度、特に、非直線性と画素ごとのばらつきなどは、データの品質に深くかかわる特性であるにもかかわらず、これまで一般的な評価方法が存在していない。そこで、まず現在広く利用されている検出器について、これらの特性を測定した。

しきい値のスキャンによるエネルギー分解能の評価

測定は回転対陰極X線源を利用した。管電圧40 kV、管電流100 mAでMoターゲットを用いてX線を生じさせ、これを銅ターゲットに照射することで一様X線を生成した。使用した検出器はDectris社製のPILATUS 100K-Sを選んだ。この検出器はシリコンセンサを搭載しているハイブリッド検出器である。high ゲインで動作させた。実験配置とX線を照射させた領域の1光子判定しきい値をスキャンさせたときの光子検出数の依存性(S-curve)を図2. 1. G-3に示す。Cu K $\alpha$ 、K $\beta$ ラインのエネルギー位置および検出器のノイズ $\sigma$  (標準偏差)をフィッティングによって得た。その結果をエラー! 参照元が見つかりません。に示す。

$$S(E) = N_p f_{cs} \left\{ \frac{1}{2} \left( E - E_p^\alpha + \frac{1}{f_{cs}} \right) \left[ 1 + \operatorname{Erf} \left( -\frac{E - E_p^\alpha}{\sqrt{2}\sigma_p} \right) \right] + \frac{f_{\beta/\alpha}}{2} \left( E - E_p^\beta + \frac{1}{f_{cs}} \right) \left[ 1 + \operatorname{Erf} \left( -\frac{E - E_p^\beta}{\sqrt{2}\sigma_p} \right) \right] + \frac{\sigma_p}{\sqrt{2\pi}} \left[ e^{-\frac{(E - E_p^\alpha)^2}{2\sigma_p^2}} + f_{\beta/\alpha} e^{-\frac{(E - E_p^\beta)^2}{2\sigma_p^2}} \right] \right\} + C_b E + S_0. \quad \text{式 2. 1. G-1}$$

光子エネルギーに対してノイズは1/20程度と十分小さく1光子検出が実現できていることがわかる。ここでフィッティングはK $\alpha$ 、K $\beta$ ラインのエネルギーをあらわに考慮した式2. 1. G-1を用いた<sup>[6]</sup>。次に、画素ごとにフィッティングを行い、しきい値、およびノイズについて得た。ここで各画素に到来する光子数が十分でないため、しきい値を一つと仮定した式2. 1. G-2用いてフィッティングを行った。ここで、式 2. 1. G-1 および 式 2. 1. G-2 における変数は、以下のように定義している。E:しきい値、S(E):しきい値に対する計数、N<sub>p</sub>:計数した光子数、f<sub>cs</sub>: charge sharing によって入射X線よりも低いエネルギーとして 検出される割合、E<sub>p</sub><sup>α</sup>:K $\alpha$ ラインのエネルギー、E<sub>p</sub><sup>β</sup>:K $\beta$ ラインのエネルギー、 $\sigma_p$ :検出器のエネルギー分解能をガウシアン型としたときの幅のパラメータ、f<sub>β/α</sub>:K $\alpha$ ラインに対するK $\beta$ ラインの強度比、C<sub>b</sub>:バックグラウンドの定数、S<sub>0</sub>:定数。

<sup>6</sup> Enrico Junior Schioppa, PhD thesis, Energy calibration procedure of a pixel detector, NIKHEF - NATIONAL INSTITUTE FOR SUBATOMIC PHYSICS <https://dare.uva.nl/search?identifier=d80dcc23-e1a6-466c-9ba4-8bd2cbdc8749>

$$S(E) = N_p f_{cs} \left\{ \frac{1}{2} \left( E - E_p + \frac{1}{f_{cs}} \right) \left[ 1 + \operatorname{Erf} \left( -\frac{E - E_p}{\sqrt{2}\sigma_p} \right) \right] + \frac{\sigma_p}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(E - E_p)^2}{2\sigma_p^2}} \right\} + C_b E + S_0,$$

式 2. 1. G-2

得られた結果を図2. 1. G-4に示す。なお、本条件では検出器全体をX線で照射できないため、図2. 1. G-4cに赤線で囲ったX線が十分強い領域でのみ有意な計測結果が得られていると考えている。検出器の評価時には検出器をスキャンすることで検出器の有効領域すべてのデータを取得することが可能である。図2. 1. G-4aおよび図2. 1. G-4bをみると、しきい値、ノイズいずれも読み出し集積回路のつなぎ目で比較的高い値が得られた。このような特性は、読み出し集積回路をどのように張り付けるかといった検出器それぞれ固有の特徴に依存する。データの品質を表現する観点では、**エラー！ 参照元が見つかりません。**の有効画素全体の平均的なしきい値、ノイズ特性だけでなく、画素ばらつきを記述する量、例えば、しきい値とノイズについて、平均値だけでなく、標準偏差、最小値、最大値を記載するなどの方法が適切と考えられる。

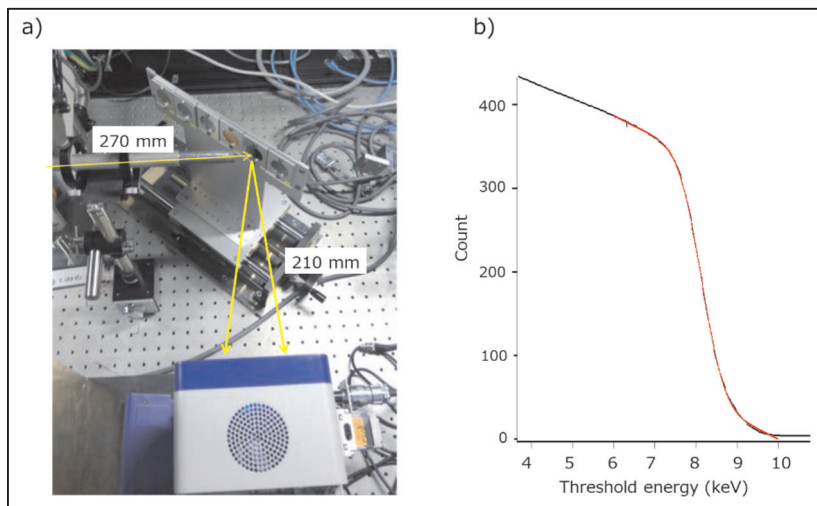


図 2. 1. G-3 実験配置 a)および X 線照射部全体の S curve b)

表2. 1. G-1 X線照射部全体のフィッティング結果

Cu K $\alpha$ 、K $\beta$  ラインのエネルギー位置およびノイズ  $\sigma$

Threshold (eV)	K $\alpha$	K $\beta$	$\sigma$
(Theoretical value)	8040	8903	-
K $\alpha$ only	8145	-	435
K $\alpha$ + K $\beta$	8123	8905	452

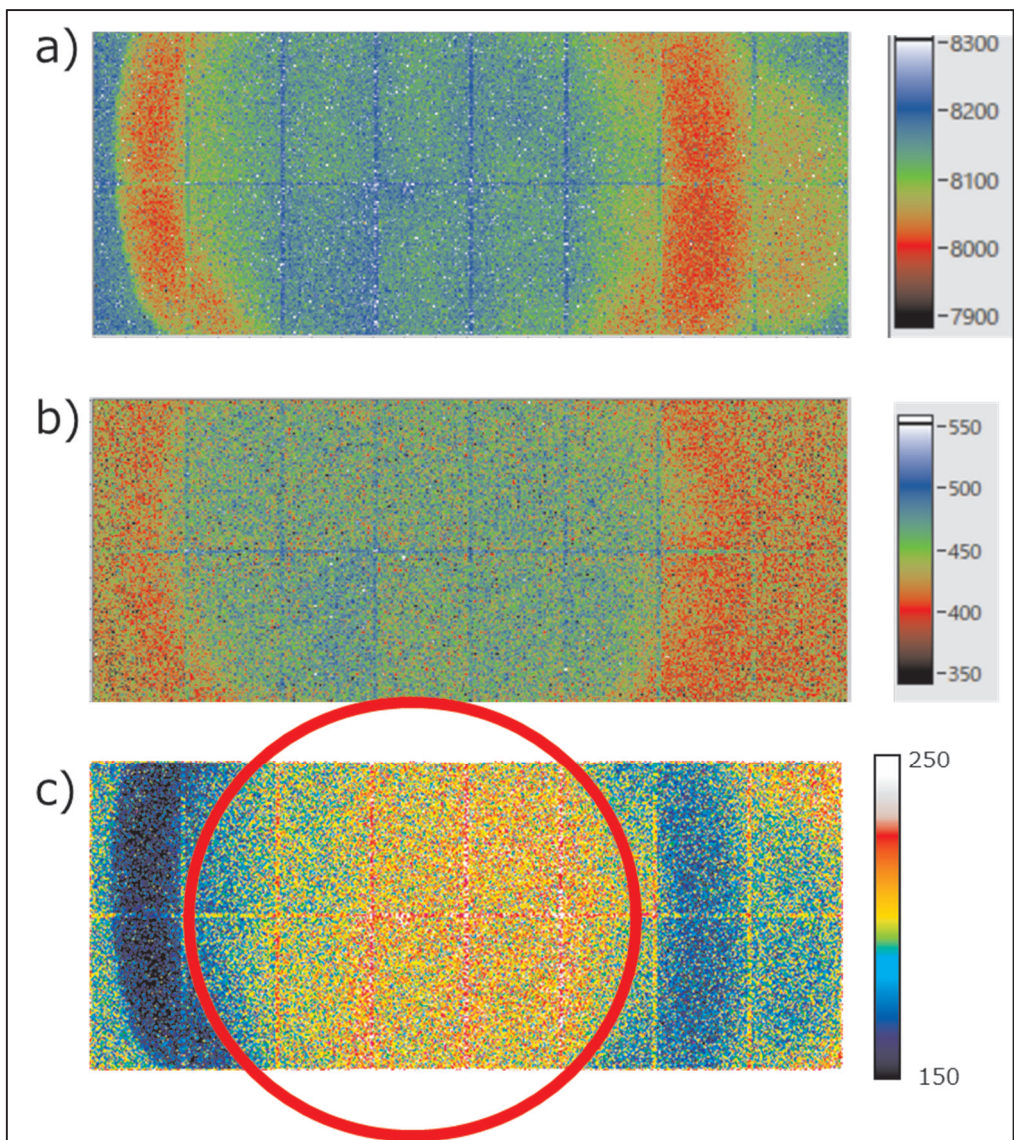


図 2. 1. G-4 a)しきい値、b)ノイズ、および c)測定時の X 線強度

#### X線強度のスキャンによる光子計数回路の時定数の評価

次に画素内に搭載されている計数回路の時定数  $\tau$  の実験室光源による評価を行った。実験配置を図2. 1. G-5に示す。X線強度が必要な評価であるため、回転対陰極X線源のX線を直接検出器に照射した。Moターゲット、管電圧60 kVとし、管電流を10 mAから150 mAまで変化させてX線強度をスキャンした。入射X線強度はフォトダイオードで計測した。図2. 1. G-6に入力X線と検出器が出力するX線光子計測レートの関係(highゲイン)を図示した。図2. 1. G-6の黒点が実験データである。ランダムノイズの少ない良いデータが取得できていることがわかる。検出器に照射されるX線強度が増大し 検出される光子が1秒当たり1 M光子(1 Mcps)程度になると検出器の線形性が顕著に失われる。これは電子回路の時定数より短い間隔でX線光子が到来する確率が増大し、2光子を1光子と誤って計数する(パイルアップ)頻度が増大するためである。時定数が実験前に正確に判っていれば、この非線形性を補正することが原理的に可能である(パイルアップ補正)。時定数が事前に正確にわかっている場合、検出器の原理的な測定限界まで高強度X線を測定することができる。計測分析



機器ではより高スループットな計測が可能となることに対応する。このため、一般に工場出荷時の時定数を利用した非線形性補正機能を搭載している製品が多い。本検出器も非線形性補正機能を搭載している。

図2. 1. G-6に実測値に対するフィッティング結果を赤線で示す。ここでフィッティングでは麻痺型とよばれる式2. 1. G-3を用いた。時定数 $\tau$ に対して計数率の測定値 $N_{meas}$ 非線形性のない理想的な検出器で得られる計数率 $N_0$ と定義している。

$$N_{meas} = N_0 \exp(-N_0 \tau) \quad \text{式2. 1. G-3}$$

フィッティングの結果、時定数 $\tau = 233.47 \pm 0.05$  nsが得られた。比較のため、工場出荷時のプリセットされている時定数 $\tau = 383.8$  nsに対応する入出力特性も式2. 1. G-3を用いてプロットした。工場出荷時の時定数は実験データへのフィッティングで得られた値に比べ20 %も過大であった。この図からわかるように、出力される計数率が0.5 Mcps以上になると、時定数 $\tau$ の違いに起因する計数率の系統的な誤差が極めて大きくなるのがわかる。Middleゲイン、Lowゲインに設定したときの時定数についても測定した。結果を表2. 1. G-2にまとめた。Middleゲイン、Lowゲインについても工場出荷時の値は実測値にくらべ、14~35 %過大である。この差は工場出荷時の計測と本研究との計測方法の差異に帰着される可能性もある。この結果から、時定数 $\tau$ については測定条件も含めて標準評価方法を定める必要があると結論した。

それぞれの画素の時定数 $\tau$ を求めた結果を図2. 1. G-7に示す。読み出し集積回路のつなぎ目の部分の画素の時定数は他の領域の画素に比べ、40%程度増大していることがわかった。これは、画素ごとの非線形性が画素によって大きく異なることを意味している。時定数を利用した非線形性補正を利用する場合で読み出し集積回路のつなぎ目の画素も有効画素として利用する場合、すべての画素についてそれぞれ時定数を計測しておき、画素毎に非線形性補正を行うことが望ましいことが明らかになった。

データの品質を表現する観点では、有効画素全体の平均的な時定数だけでなく、画素ばらつきを記述する量、たとえば時定数の中央値、標準偏差、最小値、最大値を記載するなどの方法が適当と考えられる。

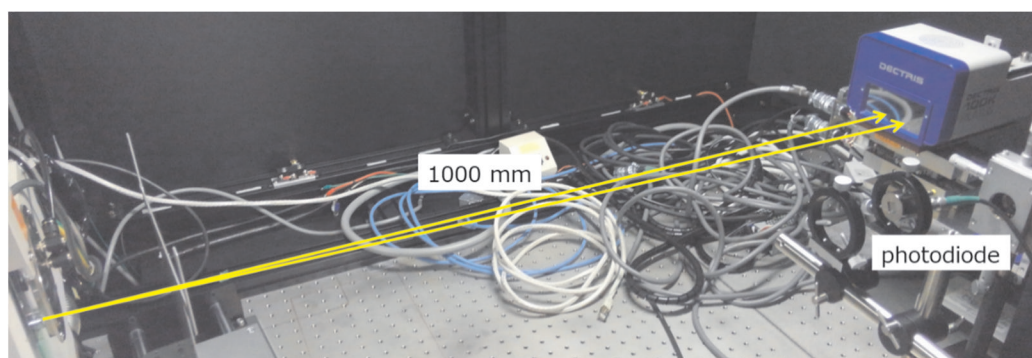


図2. 1. G-5 時定数を測定したときの実験配置

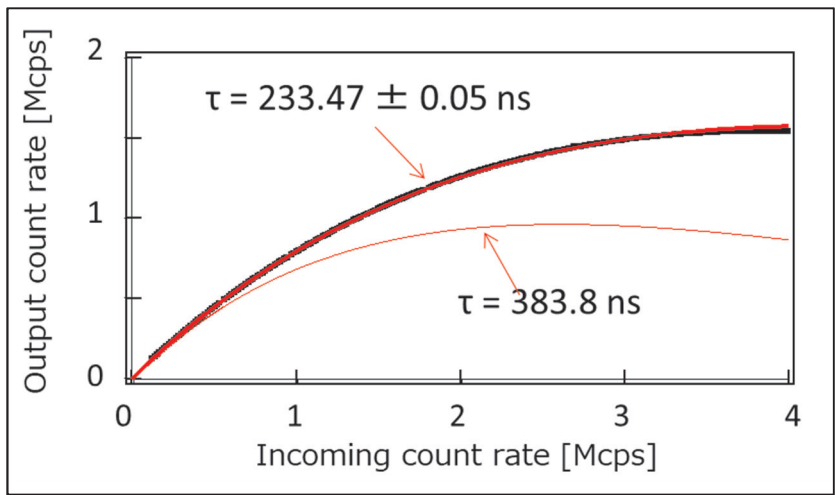


図 2. 1. G-6 入力 X 線と検出器が出力する X 線光子計測レートの関係(high ゲイン)。黒点が実験データ、赤線がフィッティング結果( $\tau=233.47 \pm 0.05$  ns)と工場出荷時のプリセット値( $\tau=383.8$  ns)をプロットしたもの。X 線照射領域(図 2. 1. G-7 の赤丸の範囲)についての平均値を表示した。

表 2. 1. G-2 フィッティングによって得られた時定数  $\tau$  の値

Detector Gain Setting	Low	Middle	High
Preset value	124. 0	199. 1	383. 8
experiment	109. 1	136. 4	233. 5

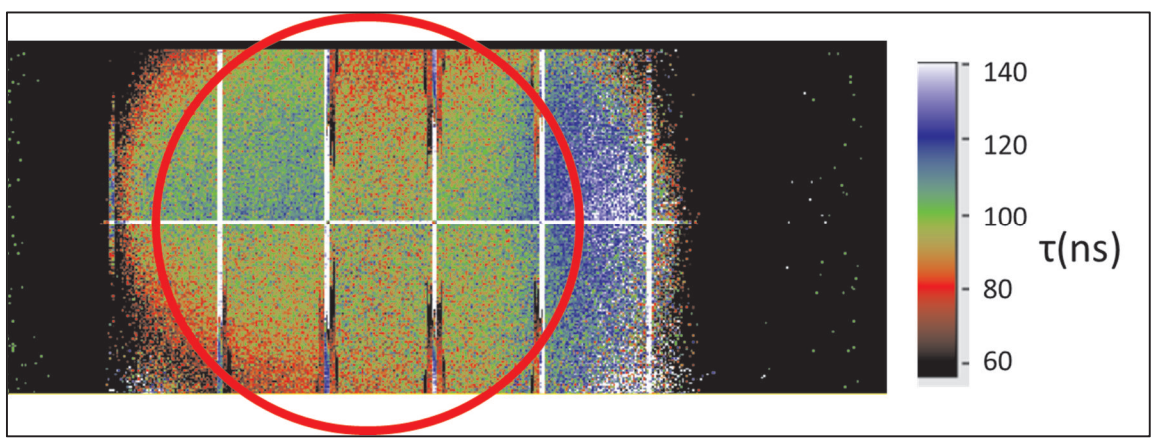


図 2. 1. G-7 画素それぞれの時定数  $\tau$

一様X線による感度の画素ばらつきの評価

次に、画素ごとの感度ばらつきを測定するため一様 X 線を照射したときの X 線画像(以下 flat field 画像とよぶ)を用いた感度補正の効果について評価した。flat field 画像の強度を  $I_{flat}$ 、flat field 画像の中央値を  $Med_{flat}$ 、測定した画像の強度を  $I_{meas}$  としたとき flat field 補正後の強度を  $I_{corr}$  を

ラー! 参照元が見つかりません。によって得た[7]。

$$I_{corr} = I_{meas} \frac{Med_{flat}}{I_{flat}} \quad \text{式2. 1. G-4}$$

測定時の様子を図2. 1. G-8に示す。X線(黄色の矢印)はスリットを經由してX線画像検出器に照射される。検出器上部と下部の2回に分けて赤色の向きに検出器をスキャンしたときのX線画像を画像処理し、flat field画像を生成した。得られたflat field画像を図2. 1. G-10bに示す。1画素あたり100万光子程度の積算を行っている。画素のばらつきは主としてランダムノイズを示しており標準偏差として0.1%であった。画像をよく見ると、読み出し集積回路の境界の画素は感度が高くなっているほか、ところどころに感度が低い画素が存在する。工場出荷時のflat field画像も比較のために図2. 1. G-9aに示した。工場出荷時のflat field画像は1万光子/画素程度の積算データとなっており、画素ばらつきは標準偏差として1%であった。両者の違いは積算光子数の違いに起因するポアソンノイズの寄与の差で説明できる。

次にflat field補正後の画素の感度ばらつきを評価するため、蛍光X線像を撮像した。この測定では「しきい値のスキャンによるエネルギー分解能の評価」と同様に回転対陰極で発生させたX線を銅ターゲットに照射し蛍光X線を生成させた。回転対陰極からのX線と検出器の相互の角度のみ変更している(図2. 1. G-10)。図2. 1. G-11に(a)生データ、(b)工場出荷時のflat field画像で補正した蛍光X線像、および(c)今回新たに取得したflat field画像で補正した蛍光X線像を示す。また読み出し集積回路1個に相当する領域で、図2. 1. G-11の黄色線で囲んだ領域について、画素の感度ばらつきの標準偏差を**エラー! 参照元が見つかりません。**に、拡大した図を図2. 1. G-12に示す。感度が低下している領域についてのラインプロファイルを右側に示している。これを見ると生データでは周辺画素よりも15%感度が低下していたのに対し、補正後の画像では、工場出荷時のflat field画像を用いた補正時に5%、本研究で取得したflat field画像を用いた補正時では0.5%まで感度低下を抑制することができていた。

以上の検討により、flat field画像の質は直接実験データの質に影響を与えることが明確となった。また、一つの指標としてflat field画像の画素当たりの積算光子数が良い指標となることが示唆された。

データの品質を表現する観点では、少なくとも補正に使用したflat field画像の測定条件および画素当たりの積算光子数も記載することが必要と考えられる。画素内に光子計数回路を有するハイブリッド検出器では原理的には、センサ温度およびセンサ部を温度コントロールしていない場合は環境温度、画素内の光子判定回路のしきい値、センサへ印加するバイアス電源の電圧、センサ・読み出し集積回路部のロット、照射する光子エネルギーと単色光源でない場合はスペクトル分布など多岐にわたるパラメータが画素の感度ばらつきに寄与する。これらの要因についても可能な限りデータ品質に関係する事項としてデータに記載することが望まれる。

本報告には記載しないが、ピンホールスリットを用いて画素内の感度ばらつきを計測することにも成功した。この測定は時間がかかるが、光子計数型検出器の非理想的動作である画素角での不感領域、画素境界で1光子を2光子と誤って計測してしまう過剰検出といった現象を定量的に評価できることがわかった。これについても必要に応じてデータ品質に関係する事項としてデータに記載することができれば、データの利活用時により正確にデータ品質に関する情報を得ることができる。

本事業ではCdTeを搭載した計数型検出器についても同様の評価実験を行った。測定対象としたのはX-Spectrum社の製品である。図2. 1. G-3bに示したS curveがfittingができないほど崩れており、典型的な光子計測条件が実現できていないことが強く示唆された。このため検出器技術として、まだ

<sup>7</sup> Synchrotron Light Sources and Free-Electron Lasers, Springer 2016, p1023. Christian Brönnimann and Peter Trub, “Hybrid Pixel Photon Counting X-Ray Detectors for Synchrotron Radiation”



発展段階にあり、本研究で標準評価方法を議論するのは時期尚早であろうと判断した。

表2. 1. G-3 蛍光X線で評価したflat field画像補正後の画素の感度ばらつき

補正条件	画素の感度ばらつきの標準偏差(%)	
	画像全体	画像の一部領域(*)
生データ	3.030	0.726
工場出荷された flat field 画像で補正後	1.908	1.100
本研究で取得した flat field 画像補正後	0.847	0.281

\*)読み出し集積回路1個に相当する領域で、図2. 1. G-11の黄色線で囲んだ領域

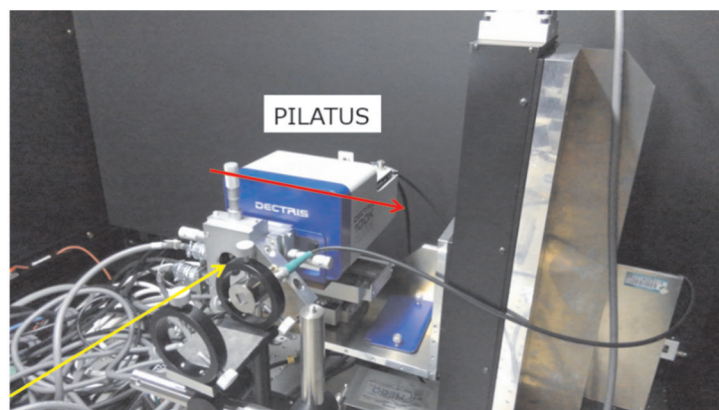


図 2. 1. G-8 flat field 画像の取得の様子。X 線(黄色の矢印)はスリットを經由して X 線画像検出器に照射される。検出器上部と下部の 2 回に分けて赤色の向きに検出器をスキャンしたときの X 線画像を画像処理し、flat field 画像を生成した。

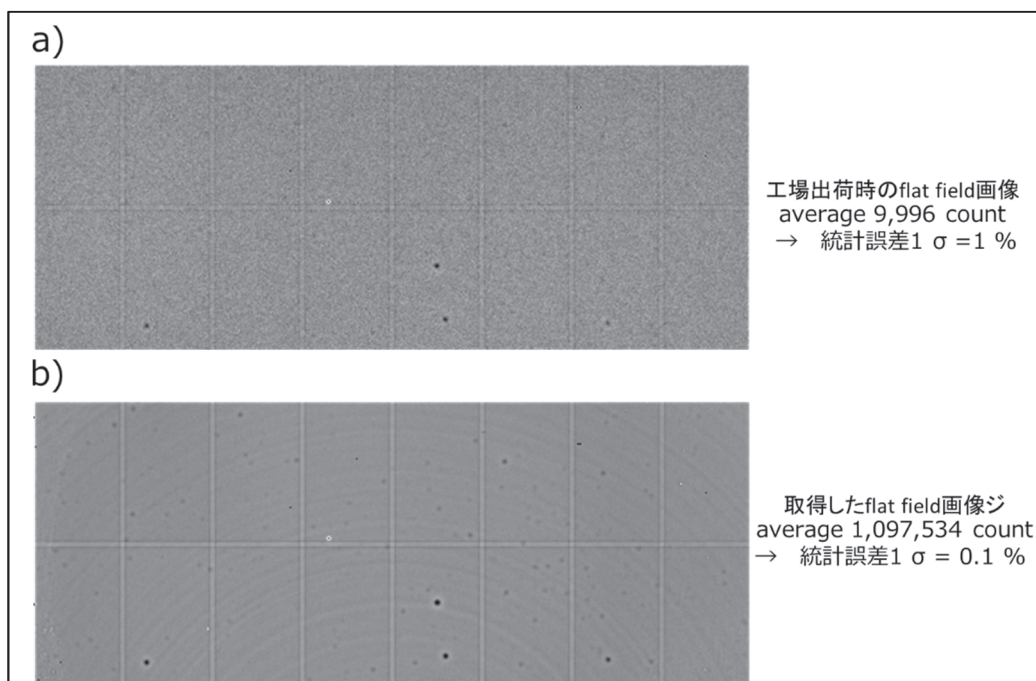


図 2. 1. G-9 a)工場出荷時の flat field 画像、および b)今回新たに取得した flat field 画像。a)、b)ともに平均強度を規格化したのち、表示範囲を平均強度の $\pm 10\%$ の範囲として図示している。

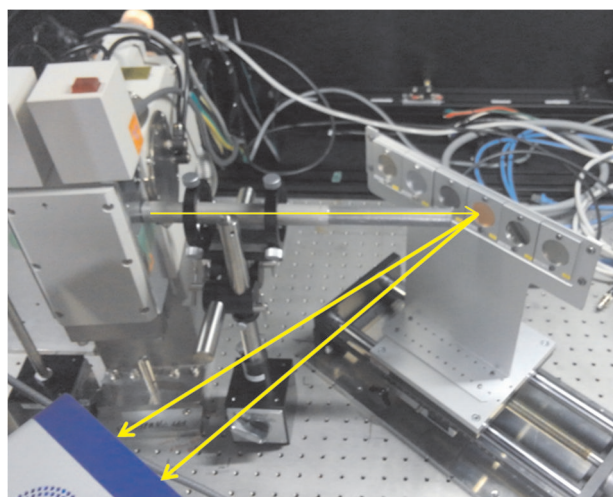


図 2. 1. G-10 flat field 補正後の感度ばらつき評価実験の配置

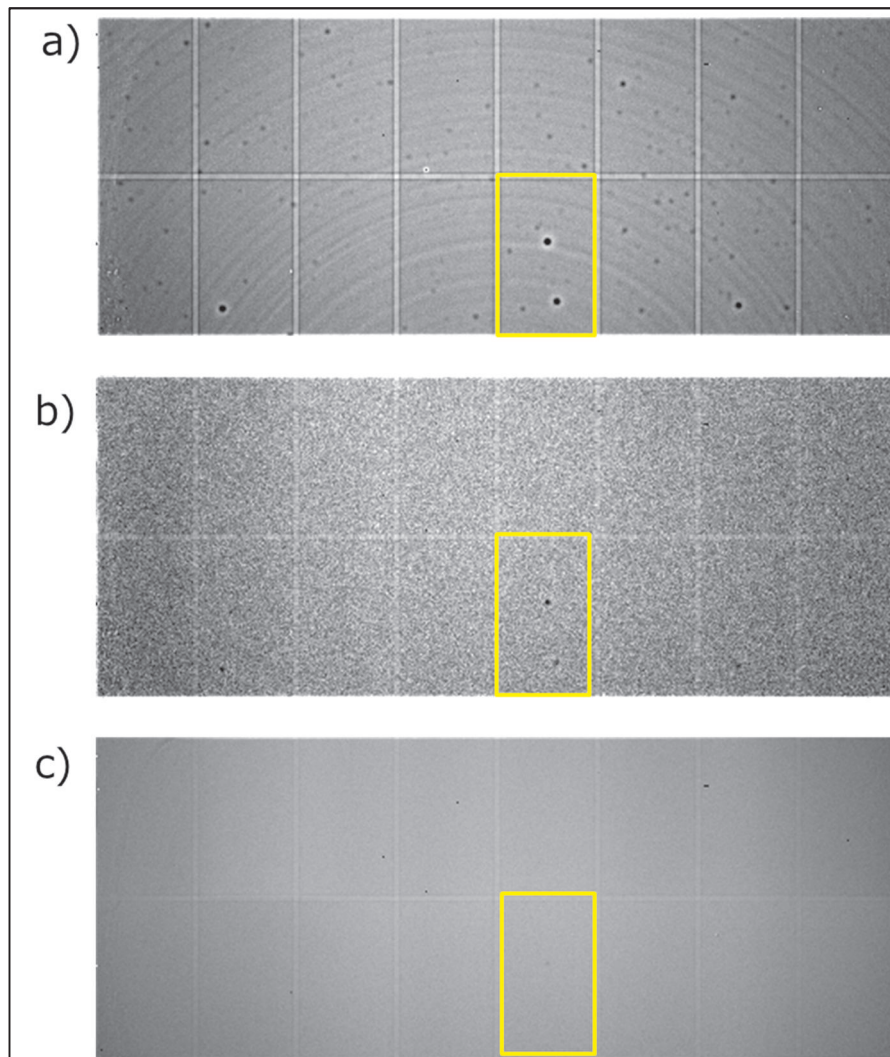


図 2. 1. G-11 a)生データ、b)工場出荷時の flat field 画像で補正した蛍光 X 線像および c)今回新たに取得した flat field 画像で補正した蛍光 X 線像。いずれも平均で 160 万光子/画素程度の積算を行っており、150-170 万光子の範囲をグレースケールで表示している。

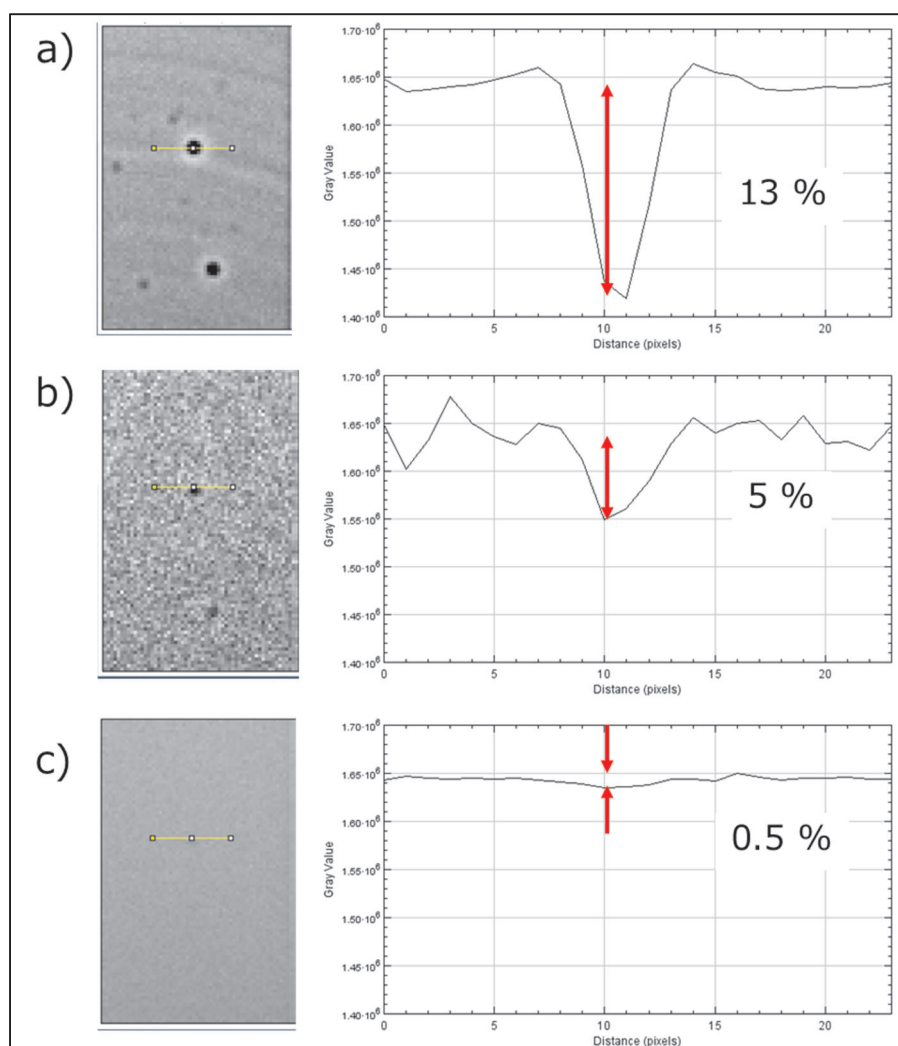


図 2. 1. G-12 画像の一部領域(読み出し集積回路 1 個に相当する領域で、図 2. 1. G-11 の黄色線で囲んだ領域)についての a)生データ、b)工場出荷時の flat field 画像で補正した蛍光 X 線像、および c)今回新たに取得した flat field 画像で補正した蛍光 X 線像。感度が低下している領域についてのラインプロファイルを右側に示している。

#### 【まとめ】

- ① データの利活用の観点から重要な性能指標であるデータ書き込み・読み出し性能(I/O性能)は、ファイルシステム上のファイルサイズに強く依存する。現在、広帯域でのI/O性能が得られるハードディスク技術ベースのストレージシステムについて調べたところ、ファイルサイズ16 KBと50 MBで100倍程度の性能差があることがわかった。
- ② 射光施設のデータシステムに新規にデータフォーマットを相互に変換するコンバータを作成することで、CPS型複合計測分析システムと放射光施設のデータを連携させることが最も適切であることを明らかにした。将来的には、パフォーマンスを要求する大規模解析ではデータ変換にかかわる計算コストを排除するため、APIを介して直接放射光データとCPS型複合計測分析システムのデータを解析できるようにすることも望まれると考えられる。
- ③ 光子計数型のX線画像検出器について標準的な評価プロトコルを検討した。詳細な評価について

すでに放射光を利用した実施例が発表されている。しかし、放射光を利用した評価はコストが高く、検出器の出荷時に性能検査の一環として利用することは現実的でない。そこで実験室で利用可能なX線源を利用した評価方法が求められている。今回の研究で、実験室X線源のみを用いて実施できる評価方法を見出すことができた。これによりシリコンをセンサとして有する標準的な計数型のX線画像検出器について、光子判定しきい値の画素間ばらつきや、画素内アンプの時定数といった特徴量について測定を行った。その結果、データ品質への特徴量の影響について定量的な知見を得ることができた。



## 2.2 CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発(研究課題2)

研究課題2では、前述したように、研究課題2-1、研究課題2-2および研究課題2-3の3つのサブ課題を設定し、これらの課題を達成した。2019年度末における目的、実施体制およびそれらの成果について、次のとおりに報告する。

### 2.2.1 CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題2-1)

#### (1) 目標

##### ・試料ホルダ共通化技術の開発

材料開発における課題の一つは、各種分析・計測・観察装置において、測定箇所が必ずしも一致していないという点が挙げられている。完全に均質な試料を対象とした場合には、試料のどの部位を対象としても対象となる試料は同一であると判断できるのでこの課題は発生しないが、一般的に物質がマイクロレベルで均質であることは極めて稀である。したがって各種装置における観察や分析を行う位置を把握して、共通の座標としてデータを保持することは同一箇所を様々な機器でトレースしていくために重要である。

このために我々は様々な装置間で相互に使用することが可能で、各装置に容易に装着できる共通試料ホルダの開発を行う。従来、各種計測・分析・観察装置による材料解析を行う場合には、機種毎、メーカー毎に様々なホルダが設計されているために、その互換性は考慮されておらず、結果としてユーザが都度貴重な試料の付け替えや、最悪の場合、試料の一部を破壊分割して他の部位の代替流用や、さらには試料を廃棄して新たに母集団試料から試料を採取して同一試料として供することが日常的に行われていた。さらに試料の付け替え作業は常に試料の紛失と取り違えなどのリスクを含んでおり、これらのリスクから生じるエラーによって材料開発におけるデータの完全性は担保されず、開発における障害となることがあった。

今回の研究では共通試料ホルダ上に試料の同一性を担保するためのユニーク値としてのUUIDの表示やデータの紐付けと研究課題2-2で提案する測測定位置精密位置合わせ技術の開発で考案されたマークも付与して、試料の管理を確実なものにするモデルを提案する。

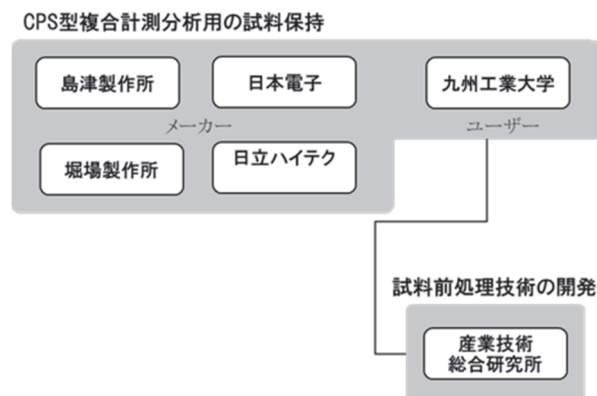
ユーザは各分析装置で得られた同一試料のデータを用いて、複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)を行うことにより、データの信頼性を確保した解析を行うことで、効率的な材料開発と開発時間の短縮を図ることが期待される。この解析を行うためには各装置から出力されるデータフォーマットが統一化されていることが必須である。このために研究課題1で開発されるデータコンバータを通して出力される共通フォーマットへのUUIDや測定情報の追記とともに観察位置データの埋め込みとその座標の標準化についても仕様の提案を行う。

さらに試料を他の装置へ輸送する場合に大気暴露すると試料特性が変質してしまう材料や、輸送による温度変化および強い振動による変質や欠損を担保するために、装置間を移動するために運搬に用いる雰囲気遮断可能な輸送用チャンバも各社とともに検討し試作する。

試作された輸送用チャンバを用いて、九州工業大学にて展開されたナノ粒子試料を対象試料として実際に分析機器メーカー4社間での輸送と試料位置変動確認を目的としたラウンドロビンテストを実施する。

産業技術総合研究所の担当する試料前処理技術の開発については、2-3)項において報告する。

#### (2) 実施体制





### (3) 成果

#### ・共通試料ホルダの試作

分析機器メーカー各社が選定した各社の装置に装着した際に、ステージ駆動などの障害にならないことを担保した寸法と形状および材質について、共同で検討し仕様の確定を行った。

形状を $30\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ とした。この寸法は各社装置への搭載は装置のステージへの直接静置の他、専用ホルダへの取り付けを介すなど各社装置の構造と特性に合わせた寸法である。材質の選定は位置合わせマーカの刻印手法を検討の上、位置合わせ手法の研究用試作品であることから金型による刻印は排除してイオンエッチング(FIB:Focused ion etching)によるマークが可能な材料の中から、実際に試料ホルダとして使われている材料も踏まえてアルミニウム合金(A5052)とSi単結晶ウェハとすることとした。厚みは、それぞれ $5\text{ mm}$ (アルミニウム合金)と $1\text{ mm}$ (Siウェハ)として、各社試料ホルダを製作した。

本研究において、研究課題2メンバーにおける議論と検討の結果、合金(A5052)とSi単結晶ウェハ(厚みはそれぞれ、 $5\text{ mm}$ [アルミニウム合金]と $1\text{ mm}$ [Siウェハ])の表面にFIBによって位置合わせマークとIIUDおよび裏表と上限が目視できるマークが刻印された共通試料ホルダを試作した。

代表機関として日本電子と日立ハイテックはそれぞれの試作したマークつき試料ホルダのマーク位置の寸法精度について、一般財団法人日本品質保証機構(JQA)へ寸法精度計測を委託しその精度が目的に供することができるかを確認した。結果は十分な精度をもって作成されていることが明らかになった。

#### ・共通試料クライオホルダの試作

クライオ電子顕微鏡法に適用できるための共通ホルダとしては、まず、透過電子顕微鏡法のためのグリッド観察が、透過電子顕微鏡、走査電子顕微鏡、光学顕微鏡法により観察できるように、当該先端部には、共通ホルダにセットした「マイクロホルダ(電子顕微鏡用グリッド等)」との対応ができる方法を試行した。図2. 2. 1-1に電子顕微鏡へ共通試料クライオホルダを挿入している様子を示す。



図2. 2. 1-1 九州工業大学が開発したクライオ電子顕微鏡用共通資料ホルダ(左)と挿入作業の様子(右)。先端部には「マイクロホルダ(電子顕微鏡用グリッド等)」が装着可能な構造になっている。詳細は九州工業大学の報告項を参照のこと。

#### ・識別マーカの仕様検討

識別マーカはアルミニウム合金(A5052)とSi単結晶ウェハ(厚みは、それぞれ $5\text{ mm}$ [アルミニウム合金]と $1\text{ mm}$ [Siウェハ])の表面に、FIBによって幅 $5\text{ }\mu\text{m}$ 、長さ $50\text{ }\mu\text{m}$ の十字のマーカを42カ所刻印した。

P点を原点としてP点からX、Y方向 $1\text{ mm}$ 間隔でそれぞれ $20\text{ mm}$ までの40カ所、およびP点を原点として $X=20\text{ mm}$ 、 $Y=20\text{ mm}$ の位置に1カ所を(Q点)として刻印した。

各刻印の加工深さ仕様は $20\text{ }\mu\text{m}$ としたが、刻印そのものの深さ計測は行っていない。FIBの加工レートから算出した深さ数値である。

さらに原点P点とQ点を識別するために、原点であるP点、対角にあるQ点には十字の中心から上下左



### ・ 雰囲気遮断可能な輸送チャンバの試作とラウンドロビンによる検証

研究課題2-1で各機関による提案・検討をまとめた試料環境モニタリングの仕様検討の中で、測定中のみならず、輸送および保管など測定以外の環境をモニタリングすることの重要性について共通認識が得られた。それを受けて日立ハイテクはテスト用の輸送用チャンバを設計した。

開発試作された輸送用チャンバの機能として雰囲気遮断(真空や不活性ガスの充填)、チャンバ内外の環境計測(温度・湿度・真空度、VOCなどのガス発生状況)と輸送中のモニタリングとして、前述の環境計測に加えて開閉履歴を把握する照度、輸送中のハンドリングとダメージを把握する加速度などを計測できるセンサを具備させた。これらのセンサのデータは継続的に記録保持できるものが望ましく、検証用に市販品のセンサを選定しそれらを流用した。

これらの機構や手法は知的財産的に特別な発見を伴うものではないが、一方でCPS型複合計測分析を行う際のデータと輸送・保管環境中の試料環境のモニタリングを情報として紐付けることは今後の技術発展に重要と考えられるので、技術公開などの方法をもって本研究の成果とするとともに、特許による技術の専有化が図られないように対応する予定である。

### ・ 雰囲気遮断可能な輸送チャンバ

研究課題2を担当する機関合同による検討の結果を踏まえ、日立ハイテクはチャンバを試作し、その動作と効果を確認した。ラウンドロビンの際の共通試料ホルダの固定は日立ハイテクのSEMホルダを兼用治具として使用したが、構造上ユーザの各種ホルダを装着することも可能である。

今回の研究試作品は機能を実証するためのものであり、実用にはこれをスケールダウンしたものが利用される。構造は真空チャンバであり、8つのNW25フランジのポートと上下の蓋を有する。実用上は光線や脱ガスの観点で金属が望ましいが、今回は状況を把握できるように透明アクリル材とした。図2. 2. 1-3にチャンバ本体の図面を示す。

NW25のポートは真空および雰囲気ガス導入様に利用されバルブを接続している。またリークやガス導入圧調整用にスローリークバルブを接続している。

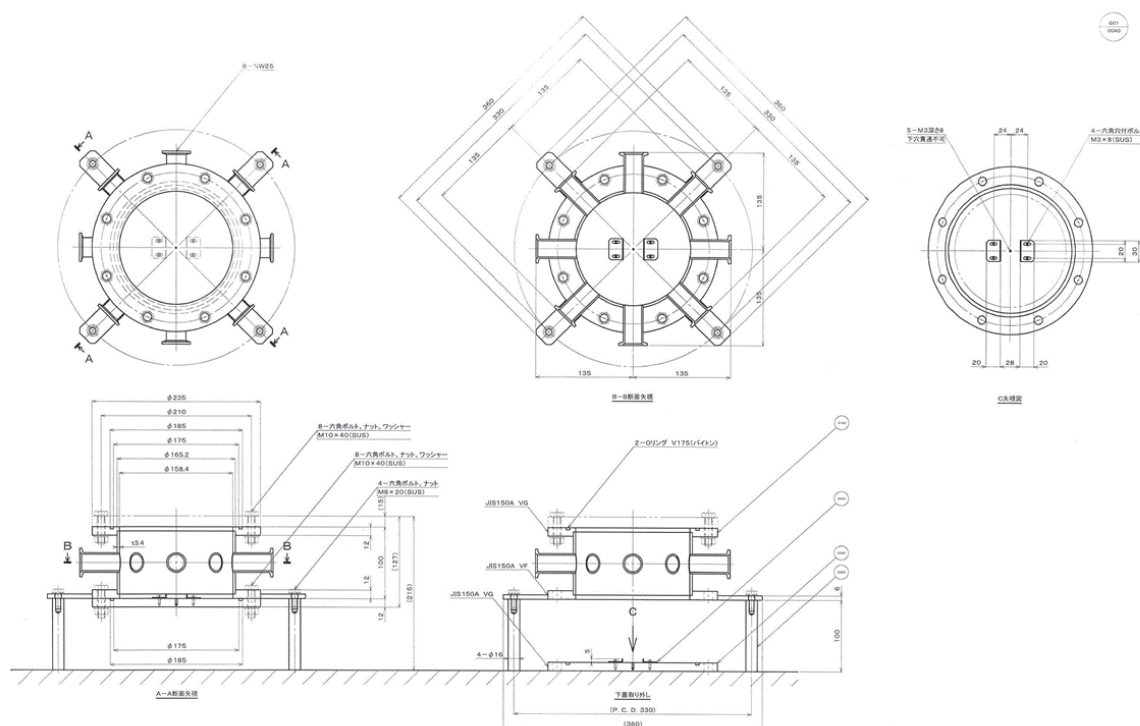


図2. 2. 1-3 輸送チャンバの設計仕様図面。各種評価用センサやバルブ類を接続できるようにNW25が8

## ポート用意されている

このほかにUSB型センサの接続用フランジや各種信号線を導入するハーメチック導入フランジも具備している。またチャンバの内部にはUSB型センサとは機能が異なるセンサも装着している。またNW25ポートにはデータロガー機能を持つ真空計も装着されており、チャンバ内圧力の計測と記録を可能としている。これらがチャンバのもつ機能である。

一方輸送用にはチャンバ外に、同様のUSB型センサとともに、別のセンサも取り付けており、チャンバ内外の環境を同時にモニタリングできるようにした。USB型センサへの給電はUBSバッテリーからしており、チャンバ内部への給電はNW25対応のUSBフランジを介して行っている。

真空チャンバは真空保持だけの機能を持っており、補助ポンプは具備していない。したがって、予め真空度の低下状況を計測して経時的に真空度がどこまで低下するかを把握した。

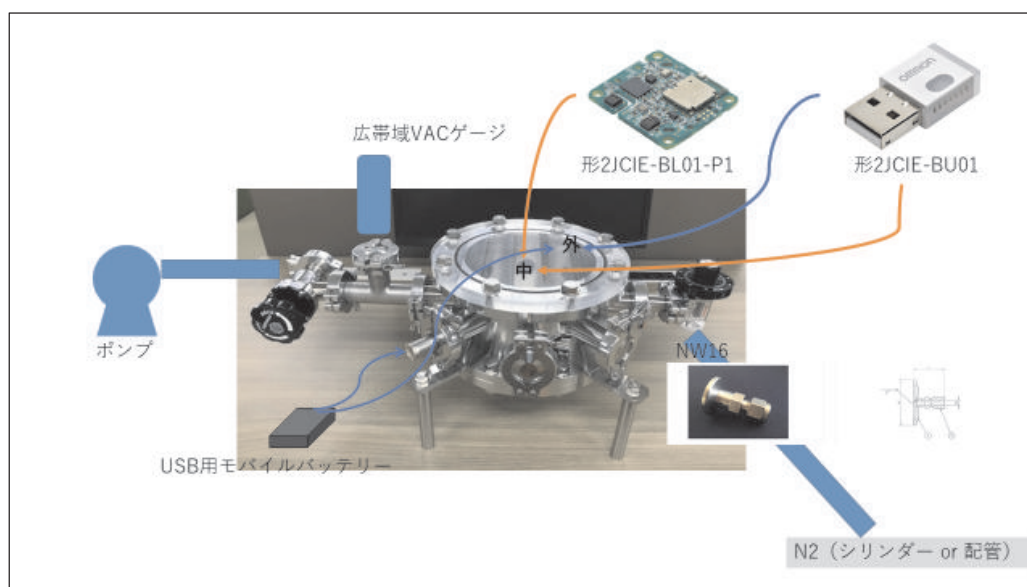


図2.2.1-4 センサ付き輸送用チャンバの接続概念図。真空引きとリークバルブを備えており、チャンバ内外に各種センサを装着する

この輸送用チャンバを用いて分析機器メーカー各社によるラウンドロビン評価を行った。同時に本環境モニタリングアダプタを用いて試料輸送中の環境をモニタするデモンストレーションを行い、実際に九州工大の展開したナノ粒子をサンプルとして位置情報変動などに供した。

## (4) まとめ

試料の同等性を担保するために、同一試料の同一部位を測定可能とする各種計測分析装置に共通的な試料ホルダを製作した。研究課題2-2における位置合わせ技術に適用可能な試料ホルダを開発した。また各種データを計測可能なCPS型複合計測分析を行うために必要なセンサ付き試料ホルダの仕様作成と輸送中および保管環境などの環境のモニタリングが可能な環境モニタアダプタの仕様を作成した。

また、共通ホルダに透過電子顕微鏡用の試料グリッドを装着して観察できることがわかり、走査電子顕微鏡と透過電子顕微鏡の間で、共通ホルダの絶対座標系を使った対応が可能になった。

水系試料の凍結試料を用いることにより、大気等による試料劣化のない観察が可能な、日本電子社製の電子顕微鏡クライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ(50-100Kの温度可変型)を開発した。



## 2. 2. 2 測定位置精密位置合わせ技術の開発(研究課題2-2)

### (1) 目標

材料開発を主としたユーザは観察装置、分析装置、計測装置を横断的に活用してそれらのデータをもって総合的な判断を下す。そのためには試料が同等であること、場合によっては試料観察位置情報が非常に重要となる場合がある。SEM(走査電子顕微鏡)とその他のマイクロな構造解析手法や、マイクロな領域とそれを含むマクロな領域の双方においても位置情報は重要な情報となる。

一般的にユーザにとって位置情報の重要度は試料の均一性に依存する。現状では同一メーカーの異種装置間、分析機器メーカー間での位置情報の共有を可能にした例は非常に少ない。他方でユーザからのニーズはあるものの、その実現には至っていない。これは分析メーカー間のアライメントや手順などの標準化がないためである。複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)において本事業以前に実施したNEDO先導研究プログラムの調査研究では、共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行い、約50 μm程度の位置再現性が確認されている。

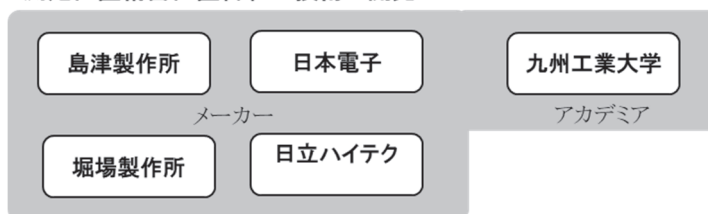
この程度の位置再現性でも現状のマーカなしの状態と比較してユーザの利便性を与えるものであるが、一方でマイクロ-マイクロ分析結果の相関解析には不十分な再現性数値でもある。

今回、粒界構造解析のニーズをもつユーザ企業であるTDKからの情報をもとに研究課題として走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、ラマン分光顕微鏡での相関解析のニーズを提案された。この提案を受けて本課題では課題2-1で製作した共通試料ホルダを用いて前述の異なる装置間で座標校正を行い、同一箇所での測定を再現性の確認をおこなった。さらに九州工業大学の研究課題であるナノ粒子を用いたより精密な位置情報の取得と再現性の手法をもって目標数値±3μmのファインアライメントに必要なマーカの検討を行う。これらの位置合わせ手法を検証し最終的には位置合わせに関する標準化への提案をおこなう。

本研究における検証方法として、アライメントマーカつき標準ホルダにナノ粒子を展開したものを共通の試料として見立て、各機関での位置再現性を確認する。各分析機器メーカー装置(堀場製作所:ラマン分光測定装置、島津製作所: FTIR(赤外顕微鏡)、日本電子:走査型電子顕微鏡、日立ハイテク:走査電子顕微鏡を用いたラウンドロビンテストを行うとともに、九州工業大学においてはナノ粒子と指紋法を用いた位置再現性を評価して標準化に向けたプロトコルの提案と課題を抽出する。

### (2) 実施体制

#### 測定位置精密位置合わせ技術の開発



### (3) 成果


#### ・位置合わせ精度向上のための課題抽出

サブ課題2-1で作成した共通試料ホルダを用いた位置合わせ精度の確認を行った。

まず、各社が評価用に保有した共通試料ホルダのうち、日本電子と日立ハイテクのシリコン製およびアルミニウム製の共通試料ホルダをそれぞれJQA・一般社団法人日本品質保証機構(JQA)にて計測しFIB加工されたマーカの加工精度を確認した。この目的は高精度FIB加工による位置合わせマーカの刻印の状態確認と加工寸法計測を第三者機関の計測装置を用いて検証することにある。その報告結果の例を図2. 2. 2-1に示す。計測の結果加工設計通りの精度でマーカが加工されていることがわかった。計測装置に装着されて位置合わせ用光学顕微鏡でも十分な計測が可能であったことから、実用可能な高精度版のマーカを共通試料ホルダに付与する場合の加工法に関する指針が得られた。

**JQA**

総数 3頁の1頁  
証明書番号 160-88018-2



## 校正証明書

依頼者 株式会社 日立ハイテクノロジーズ  
 住所 東京都港区西新橋1丁目24番14号  
 品名 CPS型複合計測分析共通試料ホルダー  
 数量 1個  
 型式又は性能 HHT-0001-SI 30×30×1  
 製造番号 182090-PE-SI(1) (管理番号: 182090-PE)  
 製造者 株式会社 化繊ノズル製作所  
 校正項目 寸法  
 校正方法 JQA校正要領書による (文書番号 E3144B1)  
 環境条件 温度 20℃±0.5℃, 湿度 55%±5%  
 校正年月日 2019年3月7日  
 校正実施場所 東京都八王子市南大沢四丁目4番地4  
 一般財団法人 日本品質保証機構 計量計測センター  
 幾何計測課校正室

校正結果は次頁以降のとおりであることを証明します。

2019年3月14日

東京都八王子市南大沢四丁目4番地4  
 一般財団法人 日本品質保証機構  
 計量計測センター  
 所長 小林 善男

この証明書は、国内または海外の国家標準にトレーサブルな標準器により校正した結果を示すものです。背面による承認なしに、この証明書のカラーコピー及び一部分のみを複製して使用することを禁じます。日本品質保証機構 計量計測センターは、AZLA (American Association for Laboratory Accreditation) によってISO/IEC 17025-2005に基づく校正機関として認定されています。

**JQA**

総数 3頁の2頁  
証明書番号 160-88018-2

## 校正結果

(標準温度 20℃)

単位: mm

測定位置	測定値	測定位置	測定値
X1_X	1.0003	Y1_Y	1.0004
X2_X	2.0004	Y2_Y	2.0008
X3_X	3.0006	Y3_Y	3.0010
X4_X	4.0006	Y4_Y	4.0012
X5_X	5.0012	Y5_Y	5.0013
X6_X	6.0013	Y6_Y	6.0015
X7_X	7.0018	Y7_Y	7.0019
X8_X	8.0019	Y8_Y	8.0020
X9_X	9.0023	Y9_Y	9.0025
X10_X	10.0024	Y10_Y	10.0023
X11_X	11.0028	Y11_Y	11.0025
X12_X	12.0029	Y12_Y	12.0025
X13_X	13.0028	Y13_Y	13.0027
X14_X	14.0026	Y14_Y	14.0028
X15_X	15.0023	Y15_Y	15.0028
X16_X	16.0021	Y16_Y	16.0028
X17_X	17.0019	Y17_Y	17.0029
X18_X	18.0018	Y18_Y	18.0029
X19_X	19.0017	Y19_Y	19.0031
X20_X	20.0017	Y20_Y	20.0029
Q_X	20.0029	Q_Y	20.0024

以下余白

**JQA**

総数 3頁の3頁  
証明書番号 160-88018-2

## 校正結果

(標準温度 20℃)

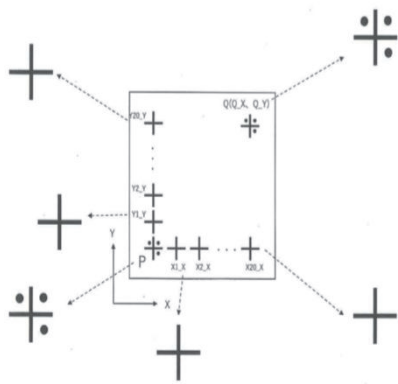
校正の不確かさ  
 $U=5.6 \mu\text{m}$

校正の不確かさは拡張不確かさであり、包含係数  $k=2$  で決定され、約 95% の信頼の水準をもつと推定される区間を定める。

使用した常用参照標準器等

(品名)	(製造者名)	(型式又は性能)	(識別番号)
測定顕微鏡	ミットヨ	HyperMF-UD2515B	G4-31-07-036

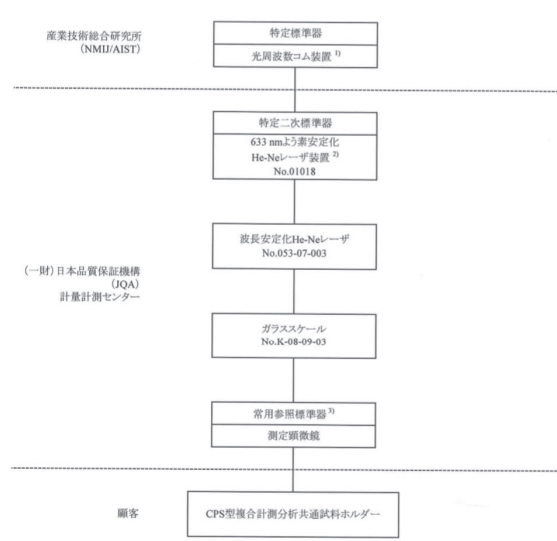
備考 1. 当該品目は A2LA 特定要件 R205 の校正ラボラトリ認定プログラムによるものです。  
 3. 測定詳細は、「測定箇所指示書: 18100819-0-20190220」による。  
 2. 測定位置は下図のとおりである。



特記事項 校正品の受取後、修理及び調整を行わず校正を実施した。

**JQA**

## CPS型複合計測分析共通試料ホルダー校正のトレーサビリティ体系



産業技術総合研究所 (NMI/AIST) 特定標準器  
 光周波数コム装置<sup>1)</sup>

特定二次標準器  
 633 nm 以上素安定化 He-Ne レーザ装置<sup>2)</sup>  
 No.01018

波長安定化 He-Ne レーザ  
 No.053-07-003

ガラススケール  
 No.K-08-09-03

常用参照標準器<sup>3)</sup>  
 測定顕微鏡

顧客 CPS型複合計測分析共通試料ホルダー

1) 協定世界時に同期した原子時計及び光周波数コム装置である。  
 2) 長さ用 633 nm 以上素分子吸収線波長安定化 He-Ne レーザ装置である。  
 3) 校正に使用した常用参照標準器は、校正証明書に記載されている。

2019年3月14日

一般財団法人 日本品質保証機構  
計量計測センター

以上



受付番号	160-88018-2	担当者名	白川部様
依頼者名	株式会社日立ハイテクノロジーズ	校正員	藤原 (由)
品名	CPS 型複合計測分析共通試料ホルダー	承認印	

内容：各測定位置の座標値は下記の通り。

単位：mm

測定位置	座標		測定位置	座標	
	X	Y		X	Y
X1_X	1.0003	-0.0002	Y1_Y	0.0001	1.0004
X2_X	2.0004	0.0001	Y2_Y	0.0002	2.0008
X3_X	3.0006	0.0000	Y3_Y	0.0003	3.0010
X4_X	4.0006	-0.0001	Y4_Y	0.0004	4.0012
X5_X	5.0012	-0.0001	Y5_Y	0.0005	5.0013
X6_X	6.0013	-0.0002	Y6_Y	0.0007	6.0015
X7_X	7.0018	-0.0002	Y7_Y	0.0008	7.0019
X8_X	8.0019	-0.0002	Y8_Y	0.0011	8.0020
X9_X	9.0023	-0.0004	Y9_Y	0.0012	9.0025
X10_X	10.0024	-0.0001	Y10_Y	0.0013	10.0023
X11_X	11.0028	-0.0003	Y11_Y	0.0015	11.0025
X12_X	12.0029	-0.0004	Y12_Y	0.0016	12.0025
X13_X	13.0028	-0.0004	Y13_Y	0.0017	13.0027
X14_X	14.0026	-0.0001	Y14_Y	0.0018	14.0028
X15_X	15.0023	-0.0001	Y15_Y	0.0019	15.0028
X16_X	16.0021	0.0000	Y16_Y	0.0020	16.0028
X17_X	17.0019	0.0000	Y17_Y	0.0019	17.0029
X18_X	18.0018	-0.0001	Y18_Y	0.0021	18.0029
X19_X	19.0017	0.0002	Y19_Y	0.0021	19.0031
X20_X	20.0017	0.0000	Y20_Y	0.0022	20.0029
Q_X	20.0029		Q_Y		20.0024

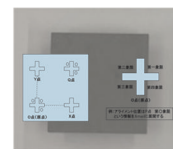
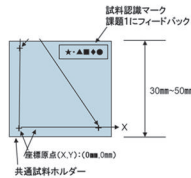
一般財団法人 日本品質保証機構 計量計測センター 幾何計測課

図2. 2-1 日本品質保証機構によるマーカの位置精度評価結果。FIBIによって刻印されたマーカは設計仕様通りに高精度で加工されていることがわかる。一方でごみなどによって、計測顕微鏡で計測点が読めない事例も確認された。

次に各社の保有する共通試料ホルダを用いて、各社のそれぞれの装置による位置合わせ精度の確認を行った。これらの検証のフローを図2. 2-2に示すに示す。

マーカ精度の検証

項目	最終仕様
サイズ(縦×横)	30mm×30mm
厚み	A試料ホルダー：5mm S試料ホルダー：1mm
材質	A試料ホルダー：1000, 5000, 7000系3種特殊Sfのチタン Sのチタン
アライメントマーク	3か所 (フラインアライメント追加)



- 比較①: JQAIによる高精度計測結果の突合せ(試料間誤差の検証)
- 比較②: JQA結果と実装置での計測結果の突合せ(装置による精度検証)
- 比較③: 各社装置間での誤差検証=>JQA値付け基板を各社でラウンドロビンで検証予定

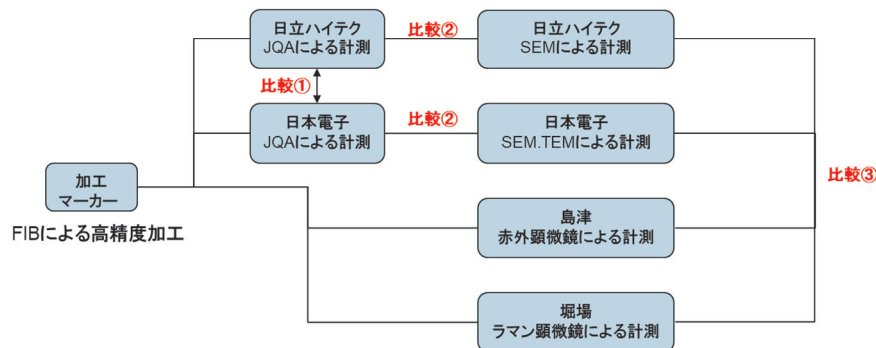


図2. 2-2 加工された共通試料ホルダの仕様および精度確認のフロー図。各社で用意した共通試料ホルダを用いて、位置再現性の精度を確認し比較した。マーカの加工状態は日立ハイテックと日本電子がそれぞれJQAIにて評価を行い、同等の加工精度が得られていることを確認した。

位置合わせ精度の計測手法について、研究メンバーでの検討を行った。確認方法はFIB加工されたマーカを基準として原点の対角上にあるQ点の計測をもって各社の装置による計測により検証した。島津製作所の作成した手順書を図2. 2. 2-3に示す。またマーカの計測ポイントと実際の顕微鏡画像を図2. 2. 2-4に示す

SHIMADZU

### 1. 装置由来の測定位置座標再現性実力値の確認

- 共通試料ホルダーに設けたアライメントマーカ3点を使って試料測定点の座標を繰り返し求め、測定位置再現性を得る。
- 試料測定点として**Q点のマーカを代用**することにより、**装置由来のみ**の再現性をまず評価する。

- 以下のアライメントマーカの第3象限90°角頂点部※(図中赤丸指示、計3点)の座標を読み取る
  - ・O(原点)マーカ
  - ・X点(20mm,0)位置マーカ
  - ・Y点(20mm,0)位置マーカ
- 同様にQ点位置マーカの第3象限90°角頂点部※(図中赤丸指示)座標を読み取る
- 次頁に示すそれぞれの条件に基づき、装置操作・所定時間待機等
- アライメントマーカ3点を読み取り、(1)の結果を元にしたアフィン変換を行って、Q点座標位置を計算、その位置に移動する
- 移動後実際に撮影されているQ点マーカ位置座標と(2)で得たQ点位置座標との誤差を読み取る
- (3)~(5)を所定条件にしたがって3回繰り返し、再現性を求める。

※ マーカ十字線の中央位置は厳密な座標の読み取りには不向きと考え、角頂点部を推奨しました

1

SHIMADZU

### 1. 装置由来の測定位置座標再現性実力値の確認

以下の3条件それぞれでの再現性実力値(装置由来)を確認する。

【基本測定】

条件1: 測定位置再現性(単純繰り返し)

試料をセットし、前頁記載の測定セットを3回連続して測定し、それらの位置再現性(ばらつき)を評価する。

条件2: 測定位置再現性(試料着脱影響の評価)

前頁記載の測定セットを3回、間に試料の着脱作業を挟んで測定し、それらの位置再現性(ばらつき)を評価する。各測定セット間で装置電源のon/offは行わない。

条件3: 測定位置再現性(日差を想定した評価 - 装置電源on/offの影響)

試料をセットし、前頁記載の測定セットを3回、間に装置電源のon/offを挟んで測定し、それらの位置再現性(ばらつき)を評価する。各測定セット間で試料の着脱は行わない。

	マーカ等測定に伴うステージ移動	試料着脱	装置on/off
条件1	あり	なし	なし
条件2	あり	あり	なし
条件3	あり	なし	あり

2

図2. 2. 2-3 位置合わせ精度の計測手法の手順。各社の用意した共通試料ホルダを用いた測定再現性の確認を共通の手順で行うことによって、今回試作された基板やマーカ形状による精度をそれぞれ確認した。

マーカの計測ポイントと実際の顕微鏡画像を以下に示す

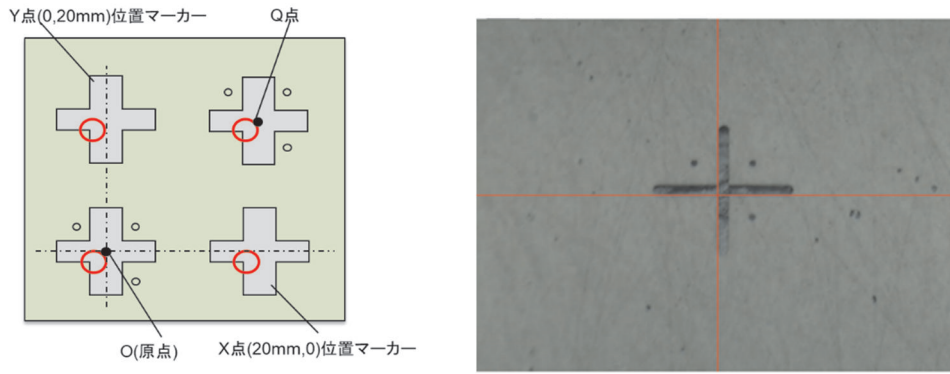


図2. 2-4 マーカの計測ポイントと実際の顕微鏡画像。検討の結果、計測ポイントをエッジが明確でかつX-Yのクロスマーカでとらえやすいポイントに定めた。

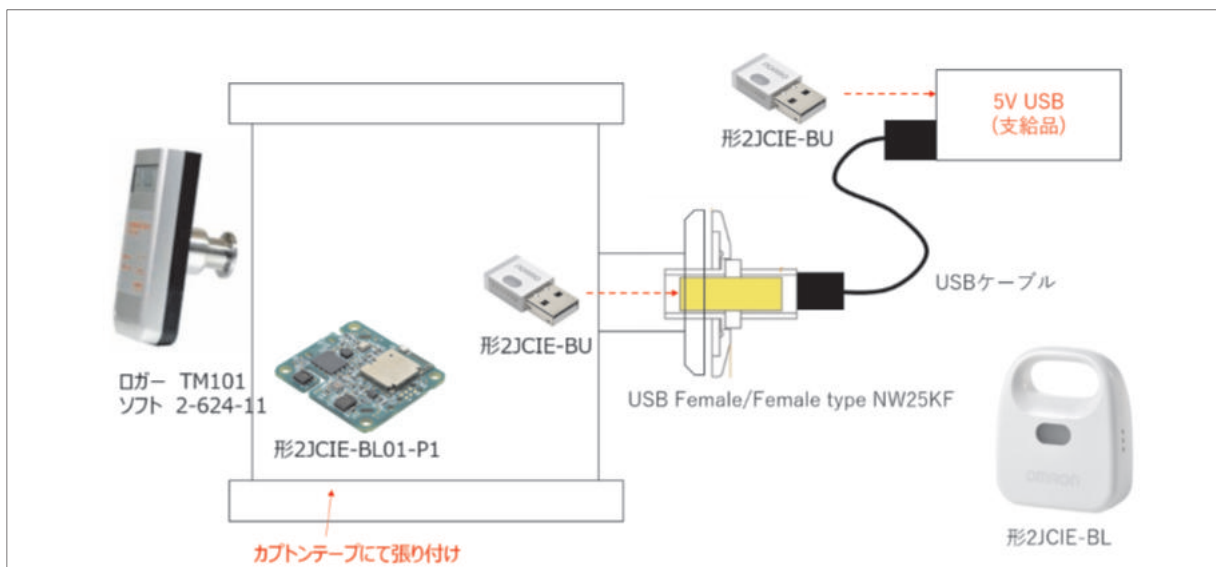
島津製作所の赤外顕微鏡AIM-9000を用いた検証結果を代表として示すと、誤差は3  $\mu\text{m}$ 以内に収まった。この結果は装置のステージ仕様を加味しても十分な結果であり、本研究の以前に実施した先導プログラムの調査研究で共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行った結果得られた約50  $\mu\text{m}$ 程度の位置再現性と比較して非常に良い値となった。この理由は今回の共通試料ホルダの材質・形状・マーカの形状などの仕様とともに、計測方法を統一したことも良い結果となった要因であると考えられる。各機関毎の詳細な結果は機関毎の報告書を参照のこと。

これらの結果を踏まえて、同一試料を持ち回りで計測するラウンドロビンテストを行った。

・位置合わせ精度向上のための課題抽出(ラウンドロビンテスト)

同一試料を用いることによって、測定試料毎の誤差を考えるとなくそれぞれの装置による計測結果を検証した。

このテストでは各機関間の輸送条件を管理し計測することも考慮した。このために輸送用チャンバを用いた。輸送用チャンバには環境計測を可能とする各種センサの装着されておりチャンバ内部の真空度を計測する以外に、輸送中の衝撃を計測するX-Y-Z加速度センサ、環境を温度・湿度などの計測ができる仕様とした。センサ付き輸送チャンバを図2. 2-5に示す。



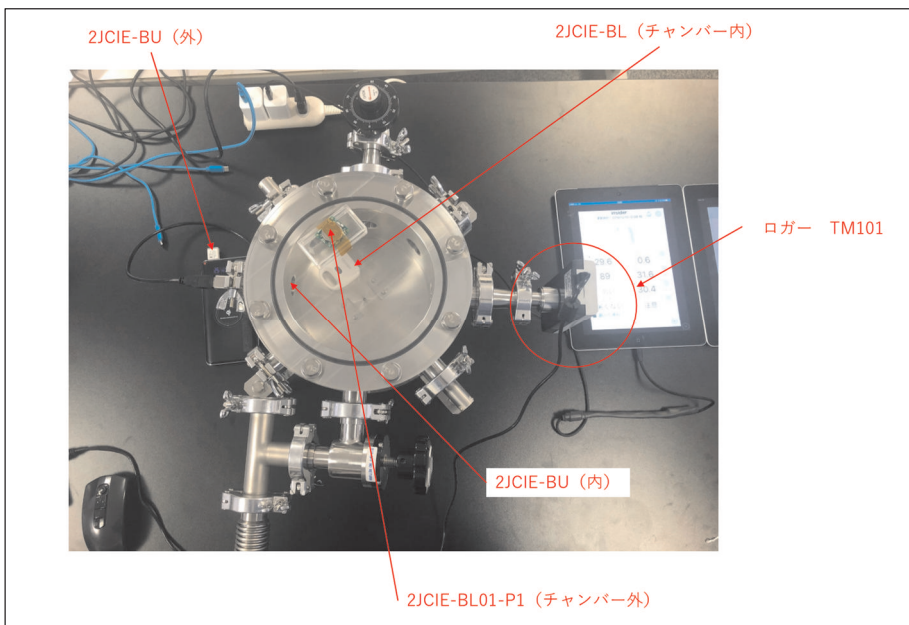
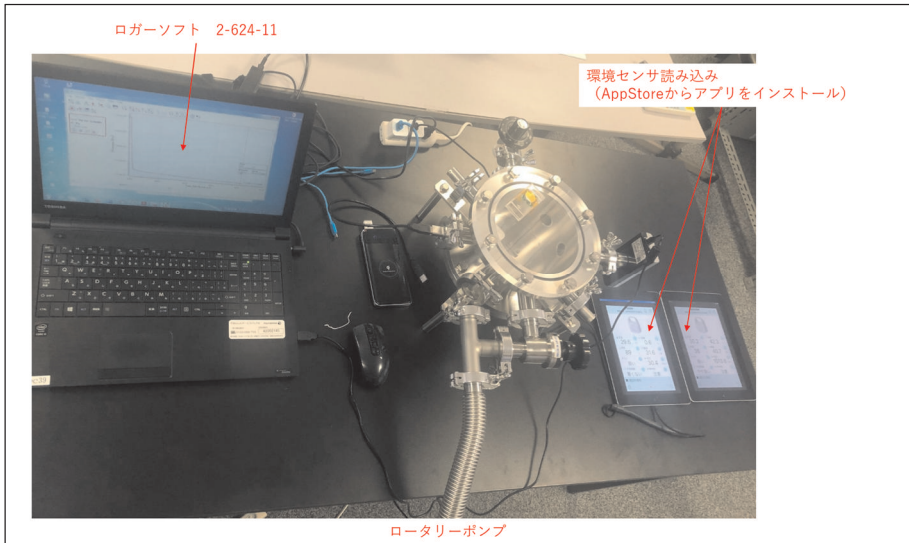


図2. 2. 2-5 センサ付き輸送チャンバ。(上) センサ装着の概念図、(中) ポンプとの接続とセンサによるパラメータの計測の様子、(下) 各種センサ装着位置

記録可能な項目を表2. 2-1にしめす。これらは選定したセンサの仕様に依る。





またセンサの種類により以下のとおり取得できるデータが異なるので、必要に応じた選定と設置が望ましい。その違いの例を図2. 2. 2-6に示す。



図2. 2. 2-6 センサによる取得データの違い。センサの仕様によって、取得できるデータが異なるとともに、給電方法も異なるので獲得したいデータと装着方法などを勘案してセンサを設置する必要がある。

真空ゲージのデータは専用のソフトウェアで読み取ることができる。図2. 2. 2-7に一例を示す。このデータは真空封じきりからの真空度変化を確認した際のデータである。封じきり5分までに一定まで真空度は低下するが、その後は大きな変化を見られていない。

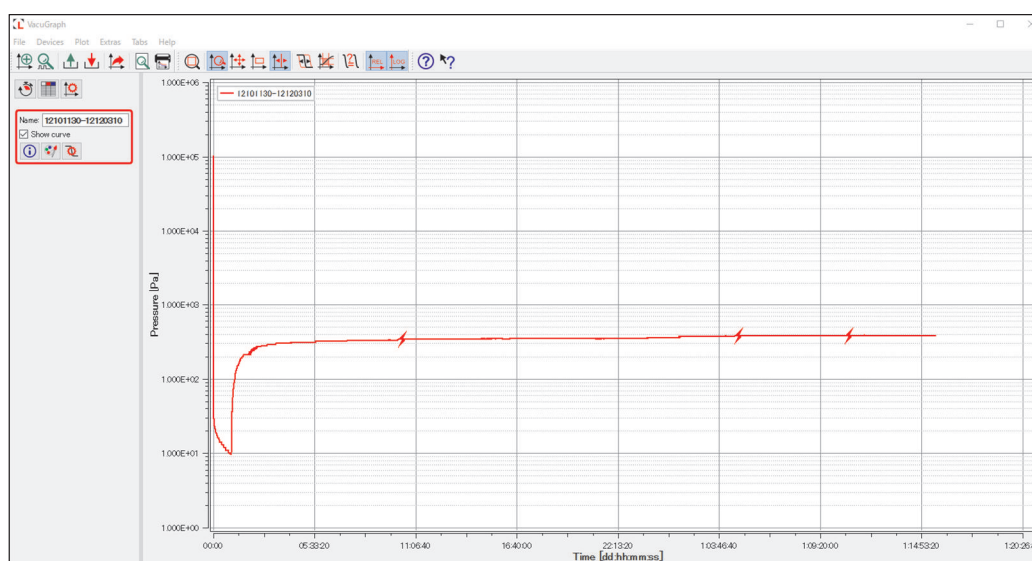


図2. 2. 2-7 データロガー付き真空ゲージで得られるデータの例。サンプリング間隔やMAX値、MIN値など取得データの種類が計測時に選択できる。



これを踏まえて、ラウンドロビンの際の真空度の推移を確認した。その結果を図2.2.2-8に示す。チャンバを封じ切った後に輸送し、次工程で解放する直前までの真空度低下は、270から380 Paまでであった。この値は、真空封じきり後20分経過時の値から大きく変化しないことから、補助真空装置を付加しなくても真空環境が維持できていることが分かった。

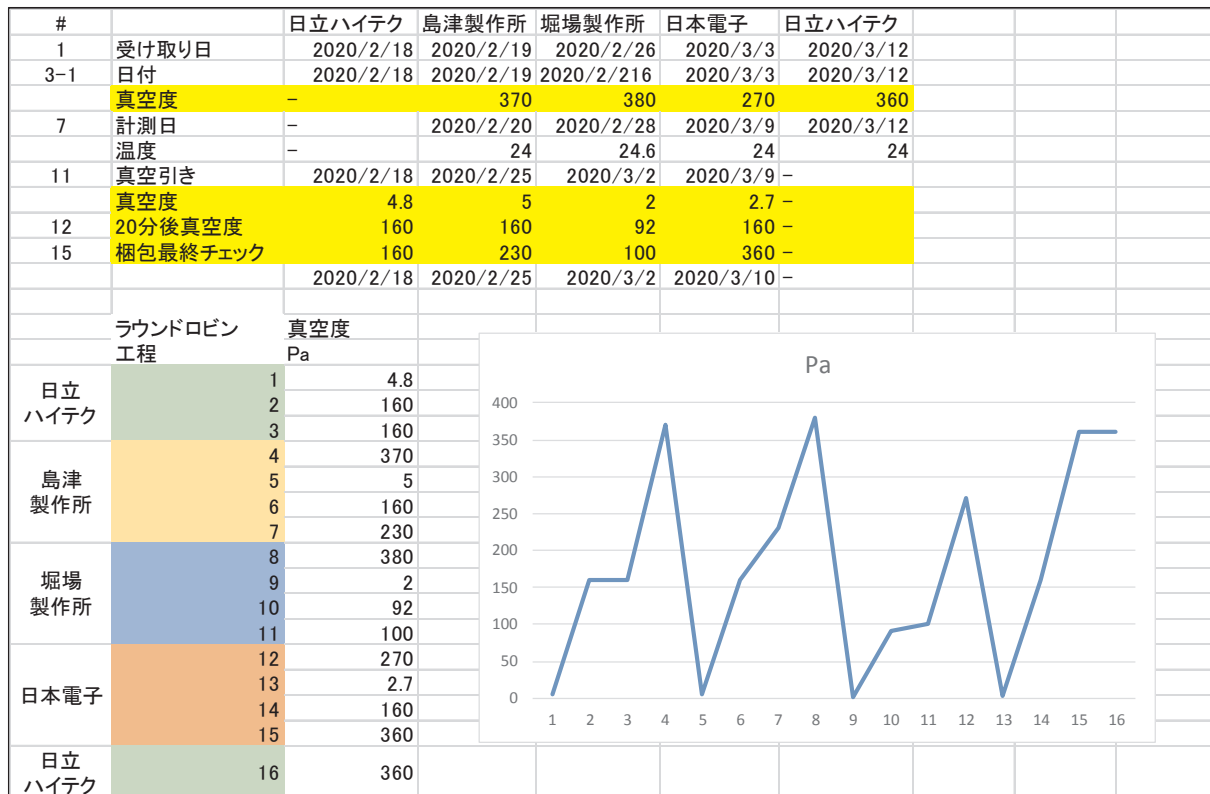


図2.2.2-8 ラウンドロビン時の真空度変化。

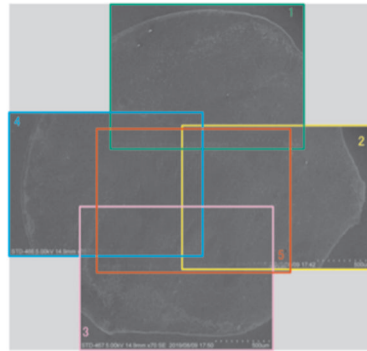
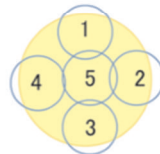
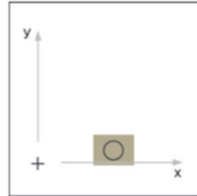
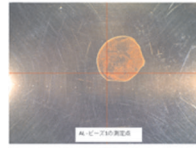
前回は未知試料をQ点としたがラウンドロビンでは、九州工業大学によって蛍光ナノ粒子を共通試料ホルダ上に展開し、その粒子の一つを未知試料として規定して各機関での計測を行った。そのプロトコルと展開事例を図2-2)-9に示す。



## 九工大で展開されたナノ蛍光ビーズの状態(SEM・蛍光顕微鏡)

使用ビーズ

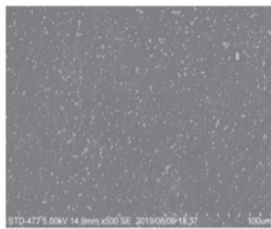
緑: YG200 (Dia=200 nm)  $1.89 \times 10^9$  particles/mL  
 赤: NYO500 (Dia=500 nm)  $1.21 \times 10^9$  particles/mL  
 緑: YG1000 (Dia= 1  $\mu$ m)  $0.51 \times 10^9$  particles/mL



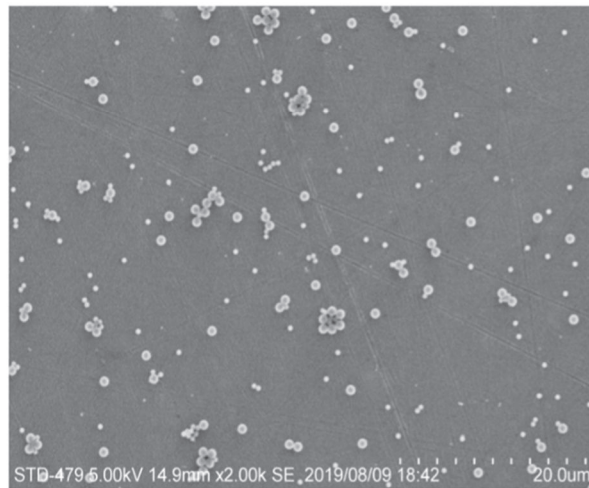
蛍光で観察したエリアをSEMで観察・撮影  
 (全く同じ場所の撮影はできていない。)

## 九工大で展開されたナノ蛍光ビーズの状態(SEM・蛍光顕微鏡)

x500



x2k



## 九工大で展開されたナノ蛍光ビーズの状態(SEM・蛍光顕微鏡)

area 1

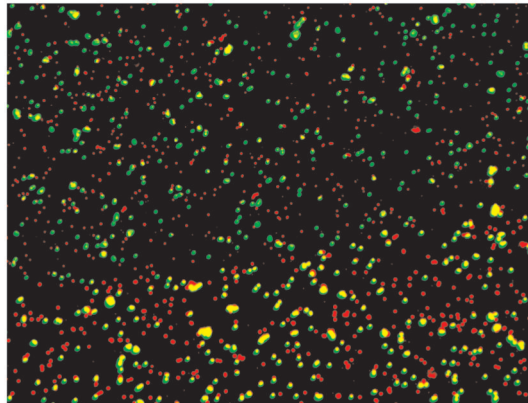


図2. 2-9 九州工業大学で開発されたナノ粒子の展開プロトコルと展開された粒子。ナノ粒子の展開条件は凝集をしないことが第一優先であり、実際には基板の種類や表面処理、展開するナノ粒子の濃度など、様々なパラメータの調整が重要となる。

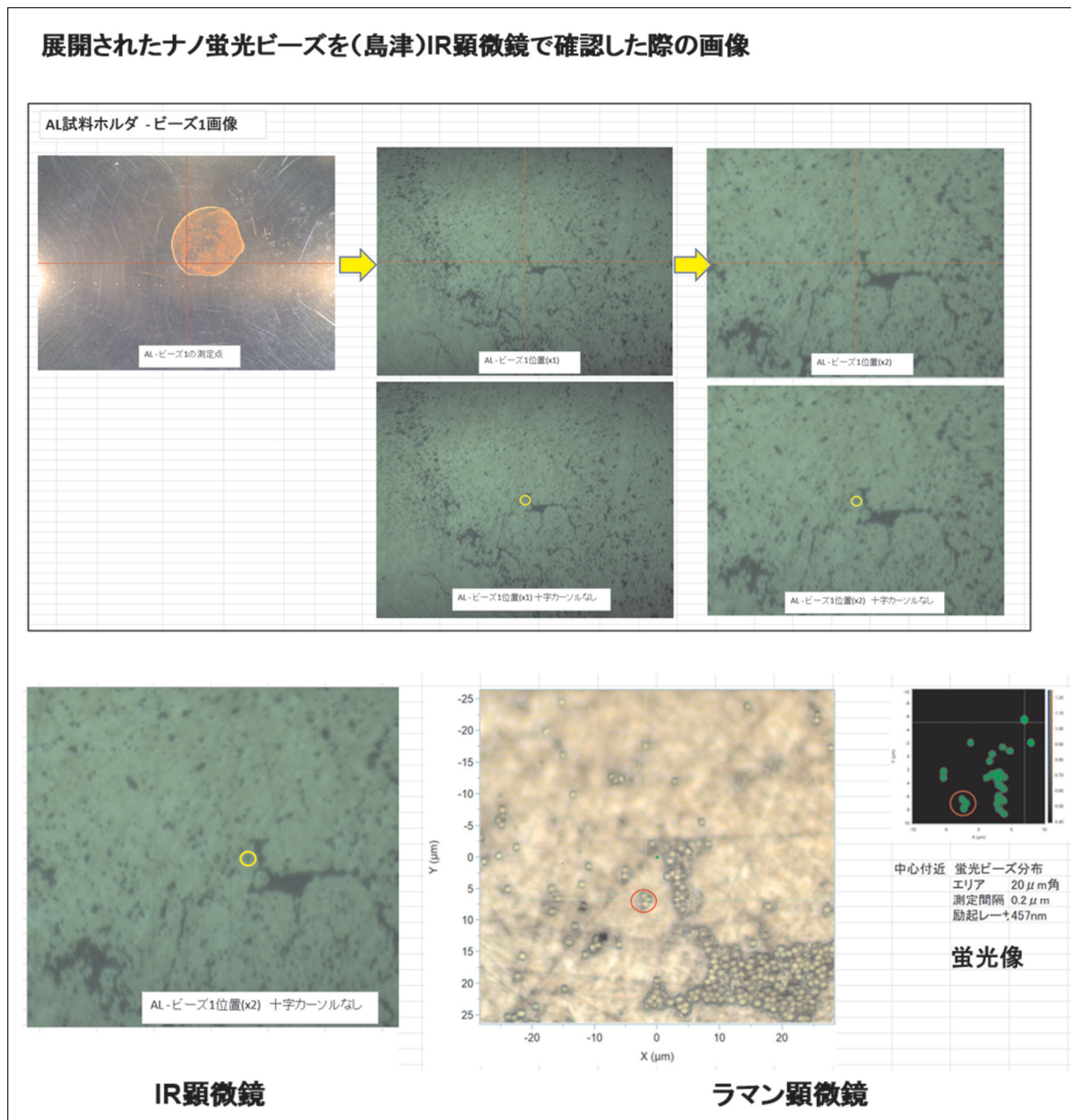


図2. 2-10 島津製作所の赤外顕微鏡で同定したビーズ位置を堀場製作所のラマン顕微鏡で確認した事例。

IR顕微鏡で同定した位置をラマン顕微鏡のレーザ像と蛍光像で確認した際の画像である。従来は同一位置を探すことは非常に困難であったが、今回の評価では共通試料ホルダを用いて数 $\mu\text{m}$ の位置合わせ精度で位置を特定することができた。

ラウンドロビンで計測した粒子のそれぞれの装置での見え方を図2. 2-11に示す。

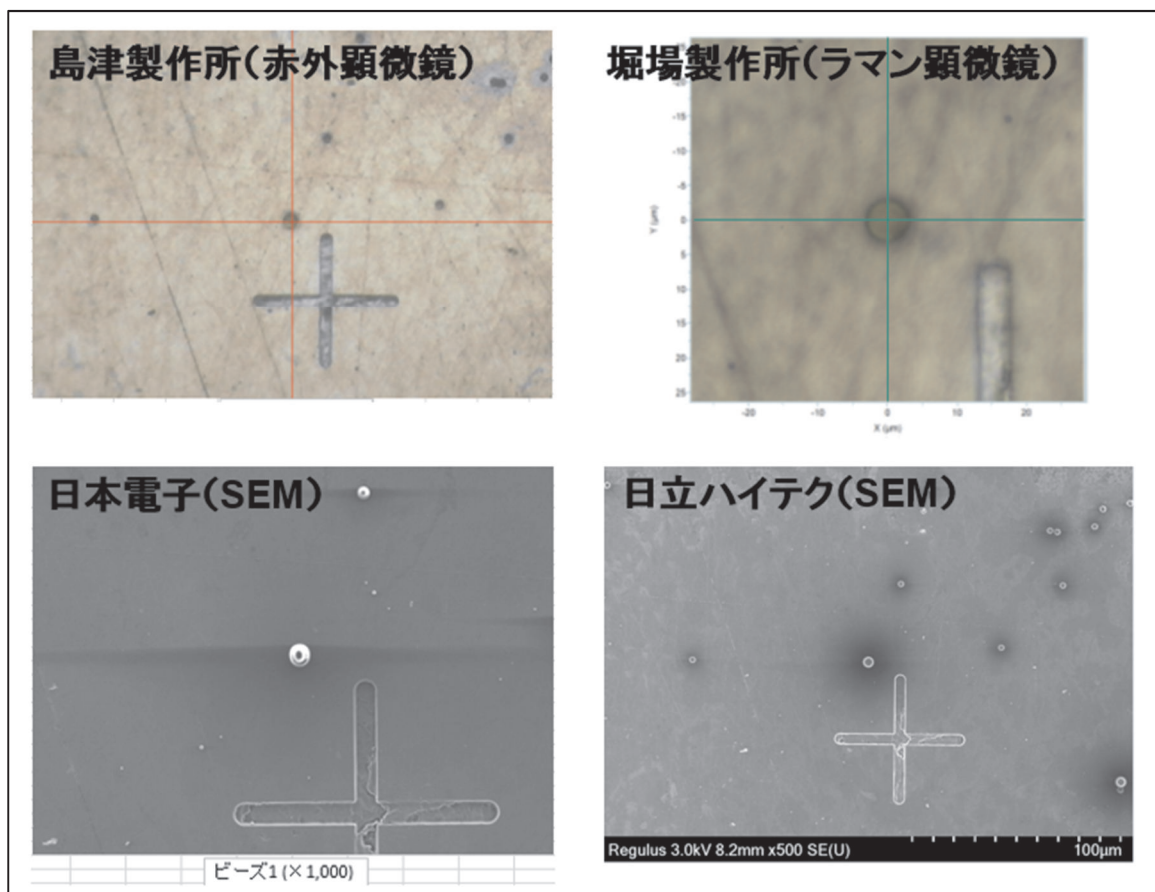


図2.2.2-11 各機関でラウンドロビン計測時に取得した同一箇所の画像(対象は蛍光ビーズ)。それぞれの位置合わせ用顕微鏡およびSEM画像の見え方によって、若干の誤差は避けられないことが画像からもわかる。

このビーズの位置について、島津製作所の位置データからの各社のずれ量を確認したところX-Yともに1 μm以下のずれ量でそれぞれの視野に入ることが確認できた。表2-2-3にラウンドロビンで計測されたデータを示す。ビーズを試料として仮定したラウンドロビン試験において、FIBによるクロスマーカが刻印された共通試料ホルダを用いた結果、目標とした位置合わせ精度3 μmを上回る高い位置精度を示す結果を得た。

表2.2.2-3 ラウンドロビンの位置合わせ精度の結果

	ビーズ1	
	X	Y
堀場	0.03	0.13
日本電子	0.37	-0.17
日立	-0.68	-0.48

単位 μm

・位置合わせ精度向上のための課題抽出(ナノ粒子を用いたフィンガープリント)

今後のGUIを用いた解析の目的もあり、同一視野上に出来る限り分散した蛍光ナノ粒子をマーカとして利用するために、分散度の高いナノ粒子の分散条件を探索し、結果として、アルミニウム基盤、シリコン



基板、カーボン基板上のいずれとも、凝集物が少なく、基板上に展開出来る条件(メタノール添加した溶媒)を見いだした。

この蛍光ナノ粒子の分散パターンはランダムであるので、各試料ステージごとで異なる。このステージごとの違いは、試料の違いを示すものであり、逆に言えば、同一試料、同一視野であることを保証するフィンガープリントとしての役割を果たす。評価の結果同一視野としては、ビーズを利用して、試料ステージの機械的誤差も含めて、3 μm以内での精度で決定出来ている事を確認した。(詳細は下記2-D、九州工業大学の報告を参照)

#### (4) まとめ

測定位置精密位置合わせ技術の開発において、共通試料ホルダを用いた、各社が装置を変更せず繰り返し位置再現性を確認した結果は±3.0 μmを満足するものであった。一方で各社の装置各社の所有する分析装置(FTIR、ラマン分光、電子顕微鏡SEM)を用いたラウンドロビンテストにおいても位置合わせ精度は±3.0 μmを満足した。さらにナノ粒子を用いたフィンガープリント法による精度もまた±3.0 μmを満足した。この結果から今回用いた装置に装着されている光学顕微鏡と電子顕微鏡との間においても我々の開発した計測手法と共通試料ホルダを用いた場合には複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)における同一部位の解析に耐える位置精度を得ることが検証された。

今回得られた精度はあくまでもモデルとして、精密なマーカを用意した共通試料ホルダと限定された観察条件によって得られたものであり、実際にはユーザは各種の装置を保有しており、それぞれの観察機器は異なるため、この精度を保証するものではない。

しかしながら、少なくとも位置情報を獲得しそれを用いることで、領域の指定は容易であり、領域を確定した後の周囲の形状や画像によるパタンマッチングによって、従来と比較して各段の位置の同定を容易にした。

以下に、研究課題2を担当した各機関における目標と成果を記載する。

### 2. 2. A 島津製作所

#### 2. 2. A-1 CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題2-1)

##### 【目標】

##### ① 試料ホルダ共通化技術の開発

材料開発の加速化を実現するにはユーザが各分析装置で得られた同一試料のデータを用いて、複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)を行うことが必要である。しかし、多くの分析装置メーカーでは計測装置に適応した独自の試料ホルダを作製していることから、メーカーや手法が違う装置では、測定試料を測定装置の試料ホルダに取り付け直す必要があった。ユーザ側では試料取り付けの際に測定試料の損傷、紛失が発生する問題が発生している。また、各分析装置の測定者(担当者)が違うケースも多く、試料情報が正しく伝わらない、試料を取り違えるなどの問題も発生している。これら問題を解決するために、標準化を目指した異なる計測装置で利用できる共通試料ホルダの試作を行う。

また、装置間、ユーザの部署間で試料が移動しても、試料の識別を間違えることが無いよう、共通試料ホルダに試料の同一性(試料ID)を保証する識別マーカの仕様について検討する。さらに大気暴露すると試料特性が変化するような材料(たとえばLiイオン電池関連材料など)を装置間で運搬する雰囲気遮断可能なキャリアケースも試作する。

##### ② 試料状態モニタ技術の仕様検討

開発された新材料の計測では計測中の試料状態を把握し、その情報を計測データと同時に取得することで、CPS型複合計測分析の精度を高めることが期待される。計測装置のユーザにヒアリングした結果、







図 2. 2. A-1-2 共通試料ホルダの赤外顕微鏡用アダプタ外観、および AIM-9000 外観

同ホルダには、さらに取り扱い上の利便性を追加するための改良を行った。具体的には、試料ホルダに搭載された試料の同一性を保証する識別マーカおよび目視で試料ホルダの上下向きを識別可能なマーカを付与した。手法は FIB(収束イオンビーム)加工とし、試作品に追加加工を施した。ホルダ外観・マーカの顕微鏡観察画像および島津赤外顕微鏡 AIM-9000(15 倍カセグレン鏡装着)による同マーカの観察結果を図 2. 2. A-1-3～図 2. 2. A-1-5 に示す。いずれも鮮明に観察可能であり、適用に問題はないと判断できた。

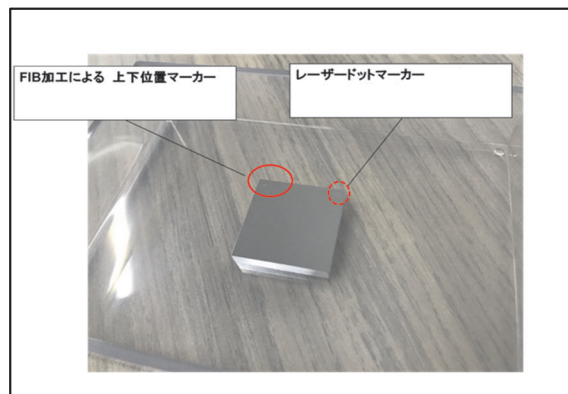


図 2. 2. A-1-3 各マーカ位置 (日立ハイテク資料より)

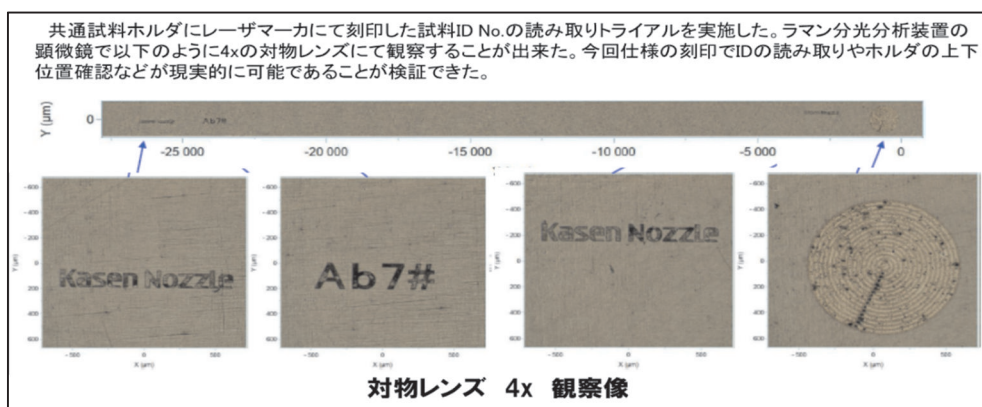


図 2. 2. A-1-4 各マーカの顕微鏡観察像(日立ハイテク資料より)

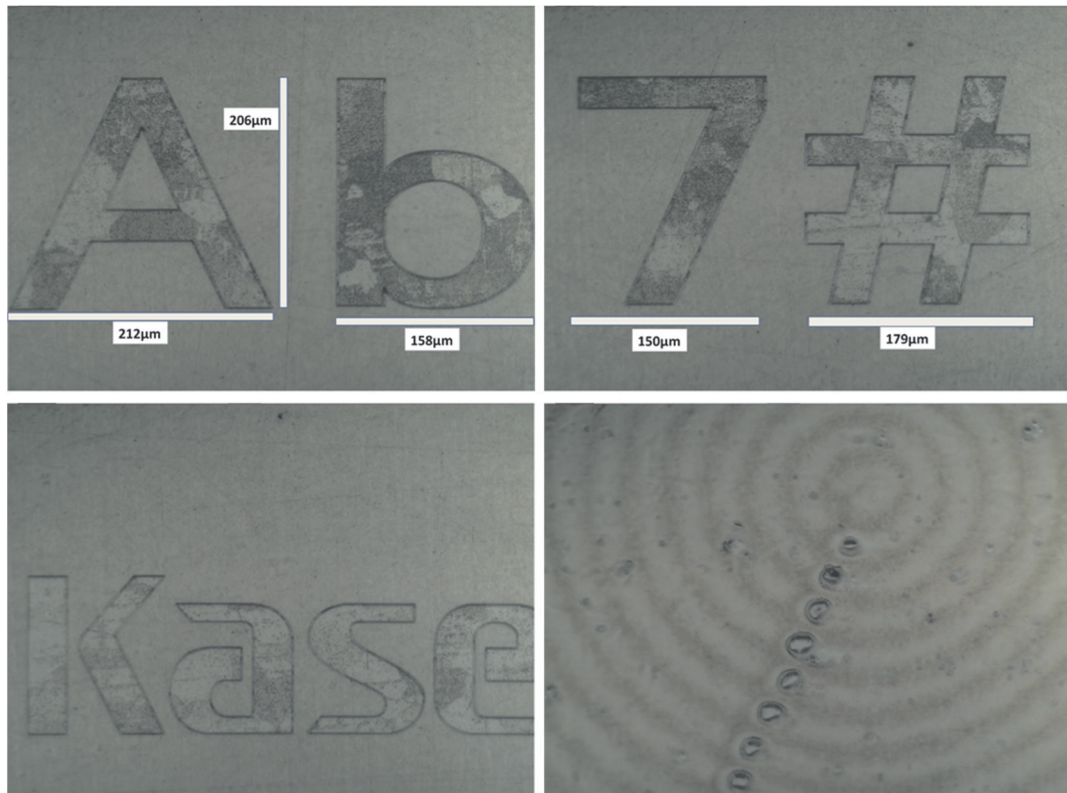


図 2.2. A-1-5 赤外顕微鏡 AIM-9000 (15 倍カセグレン鏡)による観察画像

・ 試料状態モニタ技術の仕様検討

関係各社でアイデアを出しあうことにより、共通試料ホルダに搭載された試料の近傍の温度、湿度などをモニタリングするためのアダプタの仕様を作成した。

概略を図2.2. A-1-6に示す。共通試料ホルダには各社装置間で共通の環境変数を測定するためのセンサが設置されている。また共通試料ホルダを各社装置に設置するためのアダプタ上にも、各社装置で測定を行う際の固有な環境変数を測定するためのセンサが設置されており、いずれのセンサからの信号もロガーによって記録される。また試料輸送時には電源を伴ったロガーユニットを用いることによって、キャリアケース内で同様に試料環境をモニタリングすることが可能な仕様であり、これによって測定実施時・搬送時いずれにおいても試料が受けた環境の変化を試料情報そのものと結び付けることが可能となる。

なお、モニタリングする環境変数としては、以下を設定した。

- (1)真空、雰囲気環境(真空計による圧力モニタリング)
- (2)加速度センサによる移動中の姿勢と物理的負荷の記録
- (3)温度センサ・湿度センサによる環境測定
- (4)光センサによる輸送中の開梱有無の確認
- (5)VOCセンサによる輸送チャンバ内のガス発生(接着剤など)履歴

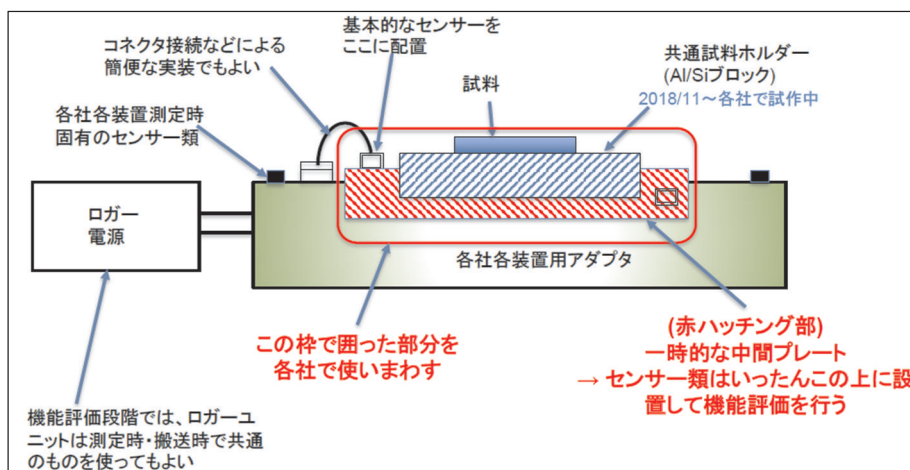
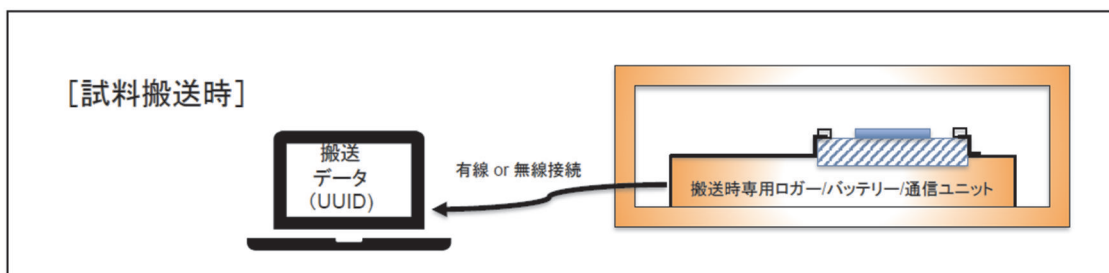
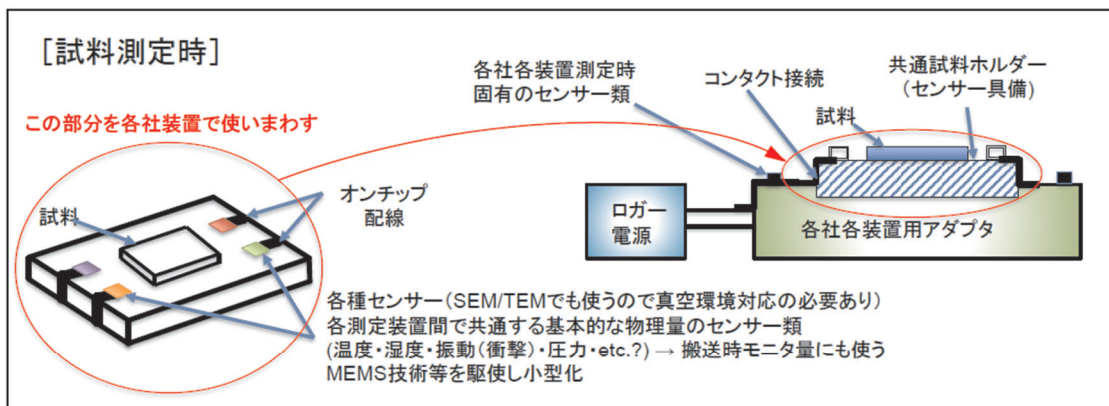


図 2.2. A-1-6 仕様検討例

・環境モニタ機能付雰囲気遮断キャリーケース機能実証機の製作

これらのアイデアをもとに、さらに試料の劣化を軽減する目的で試料の装置間移動時(搬送時)に共通試料ホルダを雰囲気遮断するキャリーケース(真空チャンバ)を日立ハイテクにて試作した。このケースに前記で仕様検討された環境モニタ用センサ類およびそれらからのデータを記録するデバイス類を装備して試料搬送中の状態をモニタし記録するシステムの機能実証機とした。

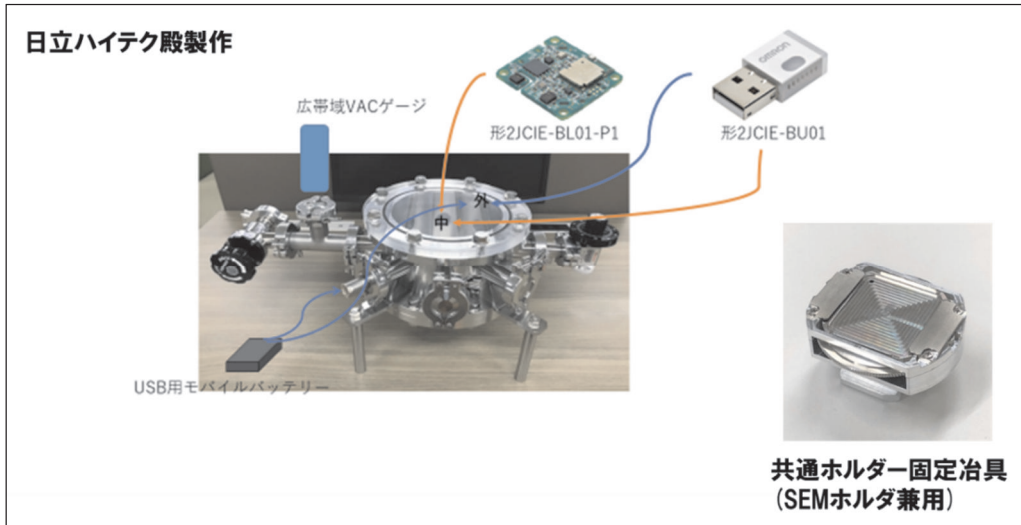


図2. 2. A-1-7 キャリーケース(試料搬送具)外観

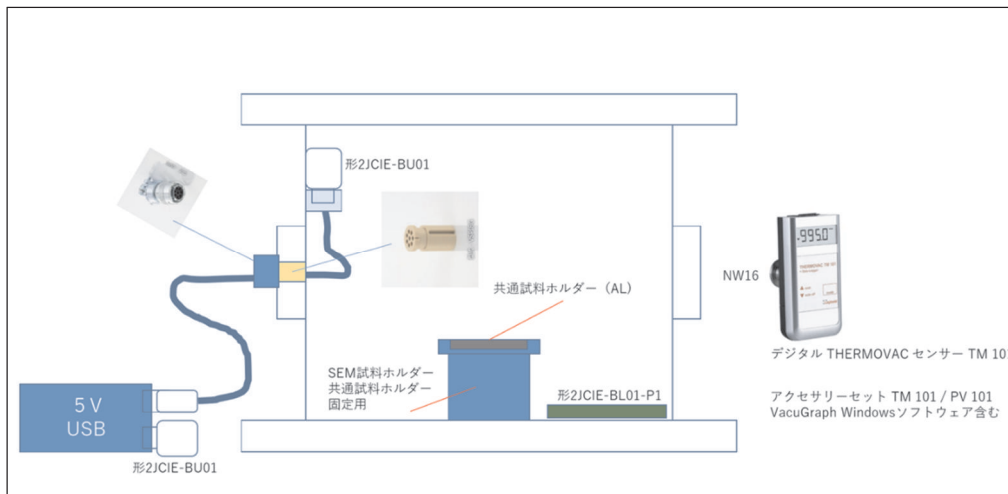


図2. 2. A-1-8 キャリーケースと環境センサ類の構成

環境センサにはオムロン社製のものを用了。PCB型(形2JCIE-BL01-P1)のものは温度、湿度、照度、UV Index、気圧、騒音を測定可能である。またUSB型のもの(形2JCIE-BU01)は温度、湿度、照度、気圧、騒音、3軸加速度、eTVOC(Equivalent Total Volatile Organic Compound、室内環境下における総揮発性有機化合物濃度)を測定可能である。いずれのセンサにもモバイルバッテリーから随時電源が供給される。また輸送中のチャンバ内の真空度が計測できるよう乾電池式の真空モニタを設置した。

この機能実証機を後述のラウンドロビンテストに用いることにより、試料の測定点同一性確保可否と同環境モニタ機能付試料搬送具の機能実証を併せて検証する。これらの結果詳細については2-A-2)項を参照されたい。

#### 【まとめ】

CPS型複合計測分析において同一試料の同一部位を測定可能とするため、各種複合計測分析装置に共通的に利用できる試料ホルダの開発を行った。同時に、共通試料ホルダを活用した、複合計測分析遂行中の試料環境のセンシング技術の仕様を作成しまとめた。





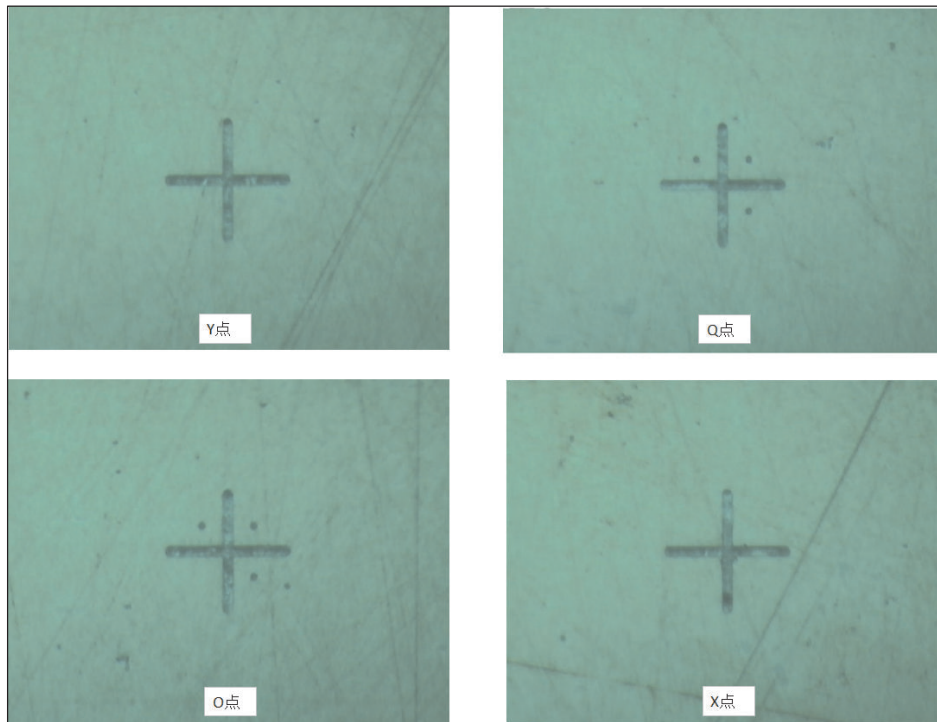


図 2.2. A-2-2 マーカの赤外顕微鏡による撮影結果(アルミ)

この試料ホルダを用いて、試料測定点同一性を保証するための手順(アルゴリズム)が有効に働くかどうかを実証するため、島津製作所・堀場製作所・日本電子・日立ハイテクの4社によるラウンドロビンテストを試みた。

共通試料ホルダには位置合わせのためのアライメントマーカが3カ所(実際は予備を含めて4カ所)設けられており、各社装置でこれらのマーカの座標値を求めておくと、それらを使って異なる装置間での座標変換計算(アフィン変換を用いた変換 - 参考2参照)が可能となる。その上で、ある装置においてサンプル上の測定点座標位置を定義すると、異なる装置上でもその測定点位置が再現計算可能となり、測定した顕微画像を目視観察してサンプル上を探索することなく測定点を特定することが可能となる(複数の測定装置間で測定位置の同一性が確保される)。本活動ではこのような座標変換計算を、この目的で作成したMicrosoft Excelシートを用いて行った(詳細は参考1を参照)。

このような手順を用いて、4社間でラウンドロビンテストを行った。テストは、前記試料搬送具を用いない予行テストと、同搬送具を用いた本テストの計2回を行った。なお各社で用いられた測定装置は以下の通り。

- ・島津製作所:赤外顕微鏡 AIM-9000
- ・堀場製作所:顕微レーザーラマン分光測定装置 LabRAM HR Evolution
- ・日本電子:走査電子顕微鏡JSM-7200F
- ・日立ハイテク:走査電子顕微鏡 SU3220

まずラウンドロビンテスト予行の結果概要を示す。予行では電子顕微鏡は使わず、当社および堀場製作所の光学顕微鏡のみを使って行った(島津→堀場)。また試料上の測定点として、九工大によって共通試料ホルダ(アルミ合金製)上に展開・固定された直径1～数  $\mu\text{m}$ のビーズを用いている(これに関する詳細に関しては、2.2. D項の九工大による成果報告書を参照されたい)。

以下に当社のAIM-9000による観察結果を示す。測定ポイントとして図中の十字カーソル交点位置にあるビーズを定義した。



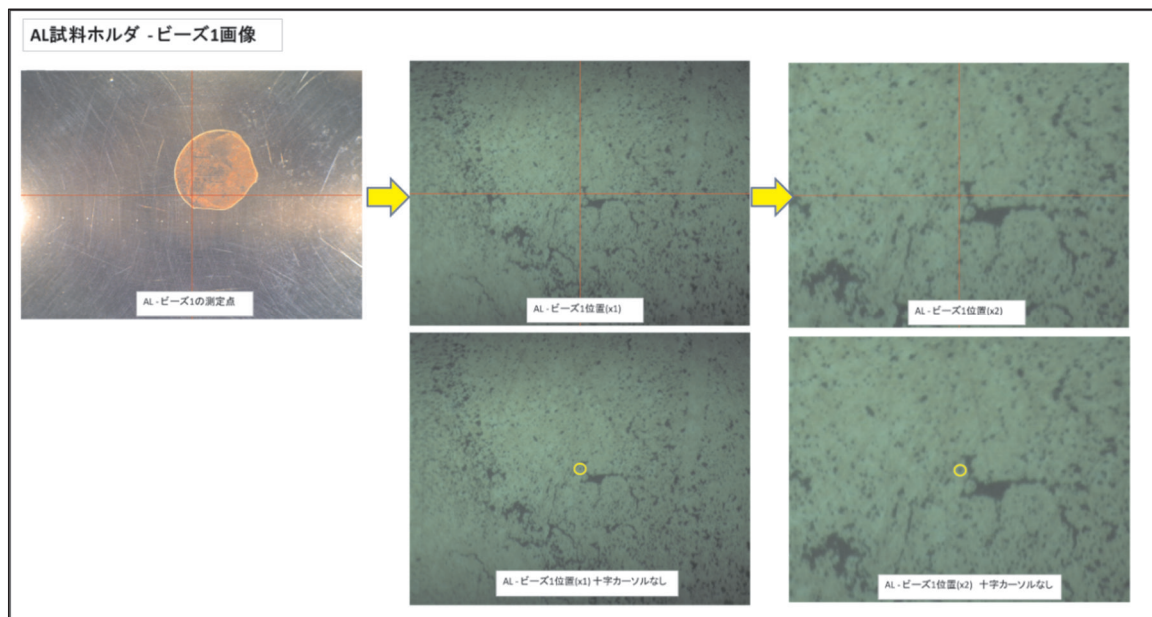


図 2. 2. A-2-3 九工大ビーズサンプルの AIM-9000 による観察画像

これを堀場製作所に送り、同社で前記座標変換Excelシートを使って計算した位置に移動させた結果を以下の図に示す。

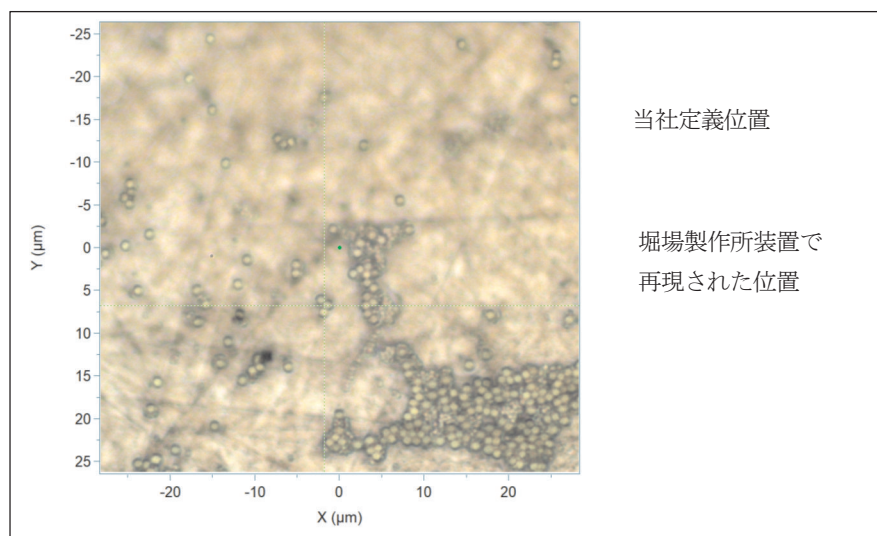


図 2. 2. A-2-4 九工大ビーズサンプルの顕微レーザーラマン分光測定装置による観察画像

結果、当社で定義したビーズ位置(図2-2. 2. 3-4中の十字交点位置)と、堀場製作所装置上で再現した位置(画像中央の緑色のドット位置)との間にはX方向で  $-1.7 \mu\text{m}$ 、Y方向で  $+6.7 \mu\text{m}$  のずれが観察された。各装置のステージ位置再現性等の要素を考慮すると本結果はおおむね妥当と考えられる。

次に、ラウンドロビン本テストの結果概要を示す。本テストでは電子顕微鏡も加わり、4社間で測定が行われた(島津→堀場→日本電子→日立HT)。また前記で制作した状態モニタ付き試料搬送具に共通試料ホルダを格納し真空に引いた上で各社間の移送を行っている。その他の条件はおおむね予行と同じであり、まず当社で定義したサンプル位置(ビーズ)を他3社装置上で随時座標変換により再現し、その結果特定された位置と、当社が定義した位置とのずれを確認するというものである。

なお、試料搬送具の内部の気圧は、送付元の日立ハイテクから当社に到着した時点で  $380 \text{ Pa}$  であった。その後当社で次の測定担当である堀場製作所に向けて発送する際に再び真空引きを行い発送し

た。発送時点での気圧は160 Paであったが、その後(2~3日後)堀場製作所での開梱直後に測定された値は再び380 Pa程度であったと報告されている。この程度の真空度の低下は実用上支障がないと考えられるが、さらに内部の容積縮小や構成の見直し等による性能(長期にわたる真空度の維持)向上の余地はあると思われる。

次に、ビーズサンプル位置の各社装置での観察画像結果と、各社装置上でのズレ量(単位 $\mu\text{m}$ )一覧を示す。いずれも1  $\mu\text{m}$ 以内の範囲に収まっている。他のビーズの測定結果にはこれより大きな値もあり、総合的に見ると数 $\mu\text{m}$ 程度の再現性であったが、各装置のステージ位置再現性等の要素を考慮すると本結果は妥当な値と言える。したがって、本取組で試作および検討したアライメントマーカや座標変換手法の実現性・妥当性は明らかになったと考える。

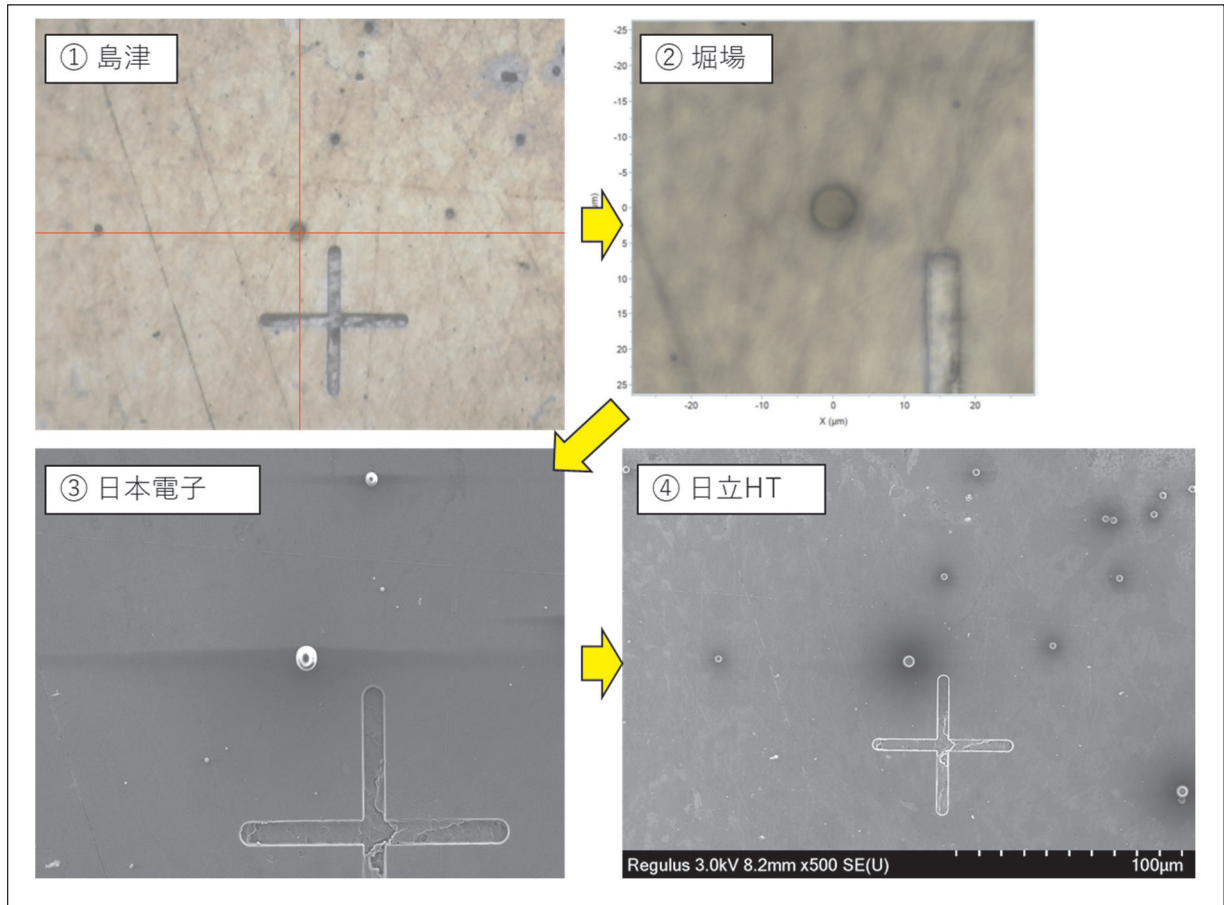


図 2.2. A-2-5 ビーズ 1 サンプルの各社装置での取得画像。当社で定義したビーズ(十字カーソル交点)座標を各社装置で画面中央に再現した結果

表 2.2. A-2-1 ラウンドロビン本テストによる各装置間での座標ずれ一覧(表 2.2. 2-3 の再掲)

	ビーズ1	
	X	Y
堀場	0.03	0.13
日本電子	0.37	-0.17
日立	-0.68	-0.48

単位  $\mu\text{m}$

なお試料搬送具に設置された環境センサからログされた温度・湿度等の環境モニタ結果に関しては、機材のトラブルが原因でラウンドロビンテスト全期間を通じたデータの取得はかなわなかった。参考までと同、ごく短期間のものではあるが、センサから吸い上げたデータ例を以下に示す。

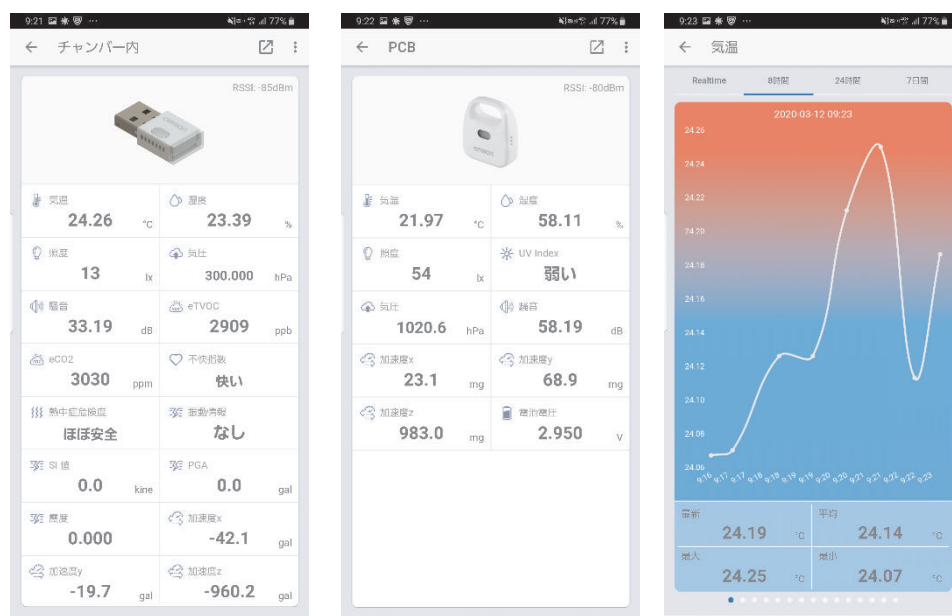


図2. 2. A-2-6 環境センサから吸い上げたデータ例(図2. 2. 2-6と一部重複)

正しく動作すれば試料が搬送中に受けた環境変化はその期間を通じて記録され、試料のデータと紐づけられることにより、測定データのトレーサビリティの確保に有用であると判断できる。

### 【まとめ】

各種計測分析装置に共通で使用可能な試料ホルダ(研究課題2-1で製作)を用いて、各社の所有する分析装置(FIR、ラマン分光、電子顕微鏡SEM)で測定位置の同一性を確立するための技術開発を行った。これを同じく研究課題2-1で試作した環境モニタ機能付試料搬送具と併せてラウンドロビンテストに供し、検証を行った。その結果、各装置間での測定位置のずれはおよそ±3.0 μm以内に収まった。したがって、本取組で試作および検討したアライメントマーカや座標変換手法・試料搬送具の実現性・妥当性を確認することができた。

### 参考1. ラウンドロビンテスト手順

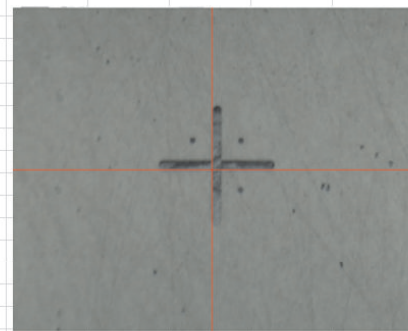
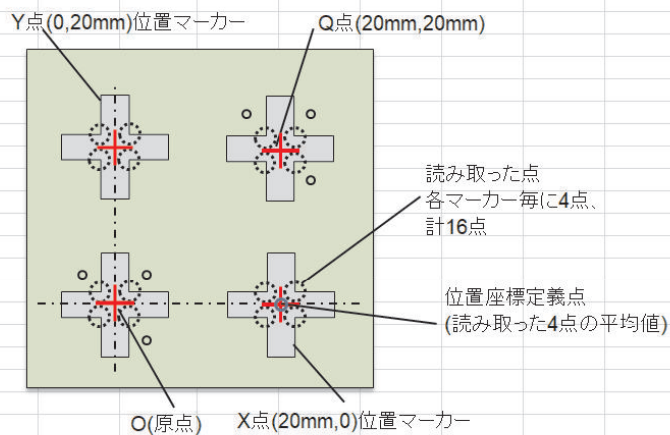
ラウンドロビンテストで用いた座標変換手順を以下に示す。手順はMicrosoft Excelシートで記載されており、同シート中に記述されている式を用いて座標変換計算も行う。

※ 予行では下記通り各マーカ毎に 4 カ所の点を読み取りその平均値を用いたが、本テストでは 1 カ所のみを読み取りとした。



### 島津(赤外顕微鏡AIM-9000)で行ったこと:

- (1) 以下の各アライメントマーカの角部4点(破線の丸で囲った部分)を十字カーソルにて読み取り、平均値を計算してそれぞれのマーカの位置座標(赤十字の交点)とした。
  - ・O(原点)マーカ
  - ・X点(20mm,0)位置マーカ
  - ・Y点(0,20mm)位置マーカ
- (2) 同様にQ点位置マーカ位置座標を読み取り、模擬的な試料位置座標と定義した。
- (3) またピースサンプル領域に移動し、特定の2箇所のピースの座標を読み取って試料位置座標1/2と定義した。
- (4) [ALホルダ結果]シート及び[Sホルダ結果]シートにそれぞれ上記値を設定し、測定座標点を定義した。またこれら測定座標点の撮影画像を取得した。
- (5) 定義した座標を他装置の座標に変換するための変換テーブルを設定した。



十字カーソルによる読み取りの様子  
(島津赤外顕微鏡AIM-9000による)

### マーカ座標の読み取りについて

### 各社で行うこと:

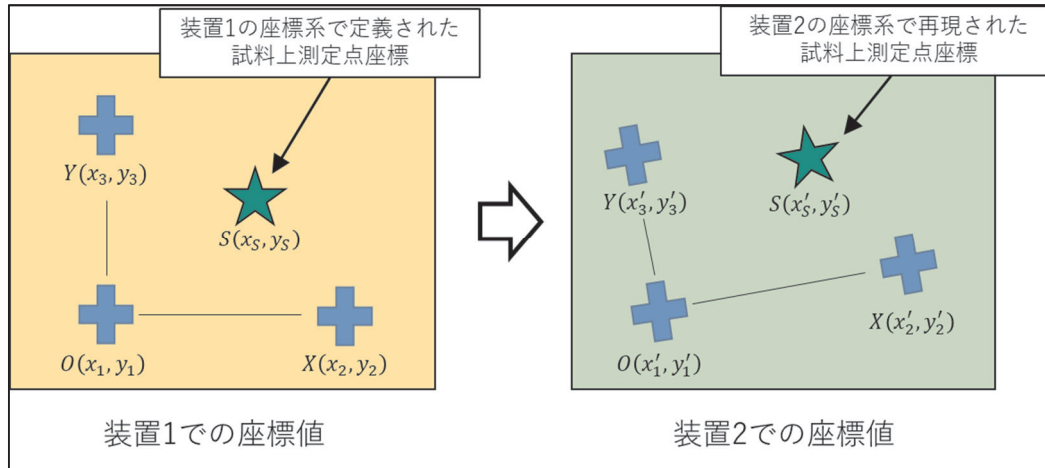
- (1) 各社の装置に試料ホルダをセットした後、以下の各アライメントマーカの角部4点(図中破線の丸で囲った部分)を読み取り、それらの平均値を計算してマーカの位置座標(図中赤十字の交点座標)を取得する。
  - ・O(原点)マーカ
  - ・X点(20mm,0)位置マーカ
  - ・Y点(20mm,0)位置マーカ

※ 島津は $\mu\text{m}$ で入力していますが、各社で入力いただく際の単位は任意です。mm、 $\text{\AA}$ 等でも差し支えありません
- (2) 上記で読み取ったマーカ位置座標を[ALホルダ結果シート]もしくは[Sホルダ結果シート]の入力セル部に入力する。
- (3) 同シートの出力セル部に出力表示されたそれぞれの試料位置座標(Q点、ピース1、ピース2)に移動させ画像を撮影する
- (4) [ALホルダ結果シート]もしくは[Sホルダ結果シート]にあるそれぞれの島津画像と比較し、島津で定義した試料位置と各社装置で取得・表示された試料位置との差を取得する。  
(理想的には一致するはずだが、島津装置のステージ位置再現性を考えると $\pm 3\mu\text{m}$ 前後の誤差は普通に出ると思われる)

附図2. 2. A-1 ラウンドロビンテストに用いたMicrosoft Excel シート記載内容

### 参考2. 装置間での座標変換に関して

以下、共通試料ホルダ上のアライメントマーカO・X・Yの装置1における測定座標値 $(x_1, y_1) \sim (x_3, y_3)$ が装置2においてそれぞれ $(x'_1, y'_1) \sim (x'_3, y'_3)$ として測定されたとする。



附図2. 2. A-2 異なる装置間でのアライメントマーカ座標および試料上測定点座標

このとき装置1で定義された試料測定点Sの座標 $(x_s, y_s)$ は以下のような一次変換と平行移動の合成変換(アフィン変換)として装置2での座標値 $(x'_s, y'_s)$ に変換されるものとする。

$$\begin{pmatrix} x'_s \\ y'_s \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a & b & t_x \\ c & d & t_y \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x_s \\ y_s \\ 1 \end{pmatrix} \quad \text{式(1)}$$

ここで変換パラメータ $a, b, c, d, t_x, t_y$ は装置1で測定されたアライメントマーカ座標値 $(x_1, y_1) \sim (x_3, y_3)$ および装置2で測定されたアライメントマーカ座標値 $(x'_1, y'_1) \sim (x'_3, y'_3)$ を介して以下を満たす値となる。

$$\begin{pmatrix} x'_1 \\ x'_2 \\ x'_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_1 & y_1 & 1 \\ x_2 & y_2 & 1 \\ x_3 & y_3 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a \\ b \\ t_x \end{pmatrix} \quad \text{式(2)}$$

$$\begin{pmatrix} y'_1 \\ y'_2 \\ y'_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_1 & y_1 & 1 \\ x_2 & y_2 & 1 \\ x_3 & y_3 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c \\ d \\ t_y \end{pmatrix} \quad \text{式(3)}$$

式(2)を $a, b, t_x$ について解くと以下のようになる。

$$\begin{pmatrix} a \\ b \\ t_x \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_1 & y_1 & 1 \\ x_2 & y_2 & 1 \\ x_3 & y_3 & 1 \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} x'_1 \\ x'_2 \\ x'_3 \end{pmatrix} \quad \text{式(2)'}$$

同様に式(3)を $c, d, t_y$ について解くと以下のようになる。

$$\begin{pmatrix} c \\ d \\ t_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_1 & y_1 & 1 \\ x_2 & y_2 & 1 \\ x_3 & y_3 & 1 \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} y'_1 \\ y'_2 \\ y'_3 \end{pmatrix} \quad \text{式(3)'}$$



式(2)'および式(3)'で求めたそれぞれのパラメータ値を式(1)に用いて座標変換行列を作り、装置1での試料測定位置定義座標 $(x_s, y_s)$ を装置2での座標値 $(x'_s, y'_s)$ に変換すれば、装置2において装置1の座標で定義した試料測定位置を再現できる(測定位置の同一性保証)。  
なお装置1での座標値 $(x_n, y_n)$ と装置2での座標値 $(x'_n, y'_n)$ は互いに異なる単位系であっても支障はない。

## 2. 2. B 日本電子

### 2. 2. B-1 CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題2-1)

#### 【目標】

##### ・試料ホルダ共通化技術の開発(2-1-1)目標試料ホルダ共通化技術の再掲

材料開発における課題の一つは、各種分析・計測・観察装置において、測定箇所が必ずしも一致していないという点が挙げられている。完全に均質な試料を対象とした場合には、試料のどの部位を対象としても対象となる試料は同一であると判断できるのでこの課題は発生しないが、一般的に物質がマイクロのレベルで均質であることは極めて稀である。したがって各種装置における観察や分析を行う位置を把握して、共通の座標としてデータを保持することは同一箇所を様々な機器でトレースしてゆくために重要である。

このために我々は様々な装置間で相互に使用することが可能で、各装置に容易に装着できる共通試料ホルダの開発を行う。従来各種計測・分析・観察装置による材料解析を行う場合には、機種毎、メーカー毎に様々なホルダが設計されているために、その互換性は考慮されておらず結果としてユーザが都度貴重な試料の付け替えや、最悪の場合試料の一部を破壊分割して他の部位の代替流用やさらには試料を廃棄して新たに母集団試料から試料を採取して同一試料として供することが日常的におこなわれていた。さらに試料の付け替え作業は常に試料の紛失と取り違いなどのリスクを含んでおり、これらのリスクからくるエラーによって材料開発におけるデータの完全性は担保されず、開発における障害となることがあった。

今回の研究では共通試料ホルダ上に試料の同一性を担保するためのユニーク値としてのUUIDの表示やデータの紐付けとサブ課題2-2で提案する測測定位置精密位置合わせ技術の開発で考案されたマークも付与して、試料の管理を確実なものにするモデルを提案する。

ユーザは各分析装置で得られた同一試料のデータを用いて、複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)を行うことにより、データの信頼性を確保した解析を行うことで、効率的な材料開発と開発時間の短縮をはかることが期待される。この解析を行うためには各装置から出力されるデータフォーマットが統一化されていることが必須である。このために研究課題1で開発されるデータコンバータを通して出力される共通フォーマットへのUUIDや測定情報の追記とともに観察位置データの埋め込みとその座標の標準化についても仕様の提案を行う。

さらに試料を他の装置へ輸送する場合に大気暴露すると試料特性が変質してしまう材料や、輸送による温度変化および強い振動による変質や欠損を担保するために、装置間を移動するために運搬に用いる雰囲気遮断可能な輸送用チャンバも各社とともに検討し試作する。

試作された輸送用チャンバを用いて、九州工業大にて展開されたナノ粒子試料を対象試料として実際に分析機器メーカー4社間での輸送と試料位置変動確認を目的としたラウンドロビンテストを実施する。

#### 【成果】

##### ・共通試料ホルダの試作

分析機器メーカー各社が選定した各社の装置に装着した際に、ステージ駆動などの障害にならないことを担保した寸法と形状および材質について共同して検討し仕様の確定を行った。

形状を□30 mm x 30 mmとした。この寸法は各社装置への搭載は装置のステージへの直接静置の他、専用ホルダへの取り付けを介すなど各社装置の構造と特性に合わせた寸法である。材質の選定は位置合わせマーカの刻印手法を検討のうえ、位置合わせ手法の研究用試作品であることから金型による刻

印は排除してイオンエッチング(FIB: Focused Ion Beam)によるマークが可能な材料の中から、実際に試料ホルダとして使われている材料も踏まえてアルミニウム合金(A5052)とSi単結晶ウェハとすることとした。厚みはそれぞれ、5 mm(アルミニウム合金)と1 mm(Siウェハ)として、各社試料ホルダを製作した。

本研究において、アルミニウム合金(A5052)とSi単結晶ウェハ(厚みはそれぞれ、5 mm(アルミニウム合金)と1 mm(Siウェハ))表面にFIBによって位置合わせマークとIIUDおよび裏表と上限が目視できるマーカが刻印された共通試料ホルダを試作した。

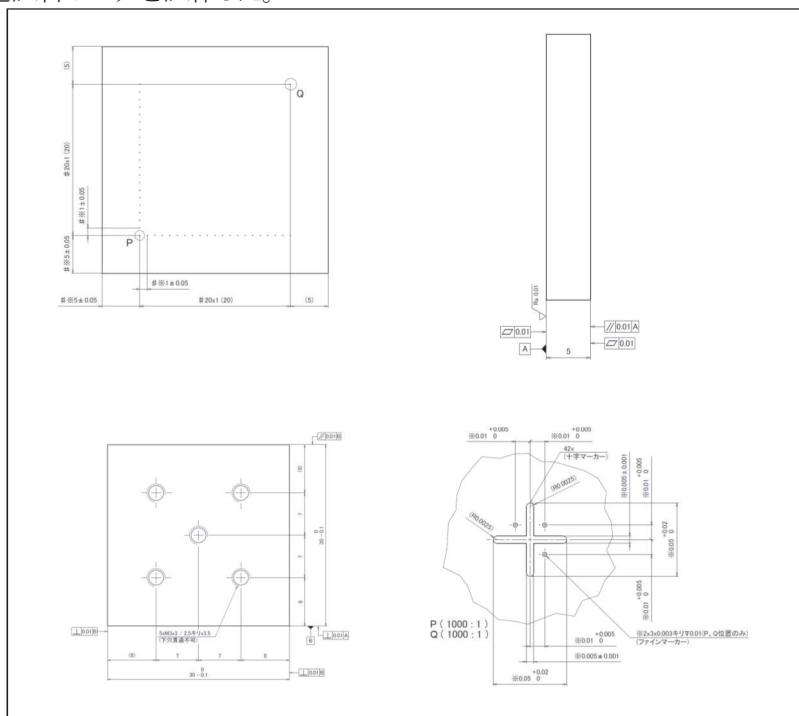


図2. 2. B-1-1 共通試料ホルダ仕様(AI5052の例)

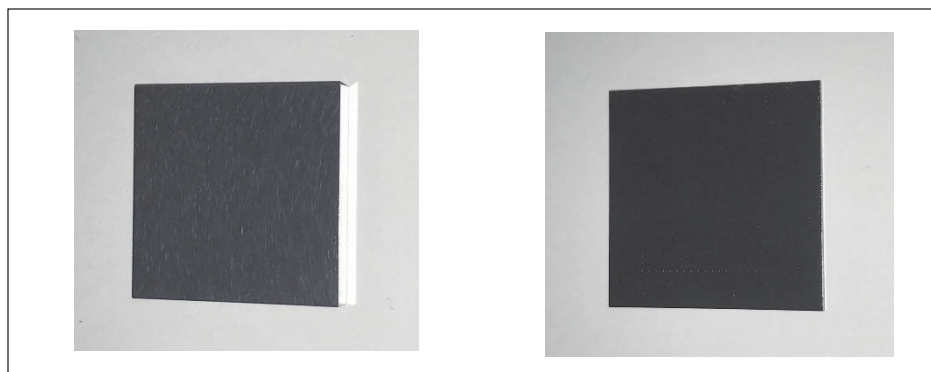


図2. 2. B-1-2 共通試料ホルダ試作品(左: 材料AI5052、右: 材料Si)

#### ・TEMリテーナ用試料ホルダの試作

当社では、上記共通試料ホルダの他に、TEMリテーナをはめ込むことが可能な試料ホルダの試作も行った。

TEMリテーナとは、当社製透過電子顕微鏡にて観察可能な試料グリッドを挟み込むことが可能な台座であり、直径3 mmの円形の試料グリッドをリテーナ中心部に挟み込む治具により固定が可能である。このTEMリテーナにはカギ状のマーカ3個を刻み、今後の実験で必要に応じてTEMリテーナの位置を確認できる設計にした。

さらに、TEMリテーナに試料グリッドを挟み込む際に、試料グリッドとあわせて挟み込みが可能な中心が穴になっている(観察対象の試料そのものが電子顕微鏡に露出される)丸マスクを試作し、この丸マスク

にもカギ状のマーカ3個を刻んだ。

このTEMリテーナをはめ込むことが可能な試料ホルダについては、上記の共通試料ホルダと同様のマーカを刻んであり、この丸マスクを挟み込んで固定したTEMリテーナを、さらにTEMリテーナ用試料ホルダに固定できることを確認した。

ただし、試料ホルダのマーカとTEMリテーナ上のマーカ、円形マーカ上のマーカの位置関係を固定することができず(数百  $\mu\text{m}$  でのずれが発生)、位置関係の再現性検証は断念した。

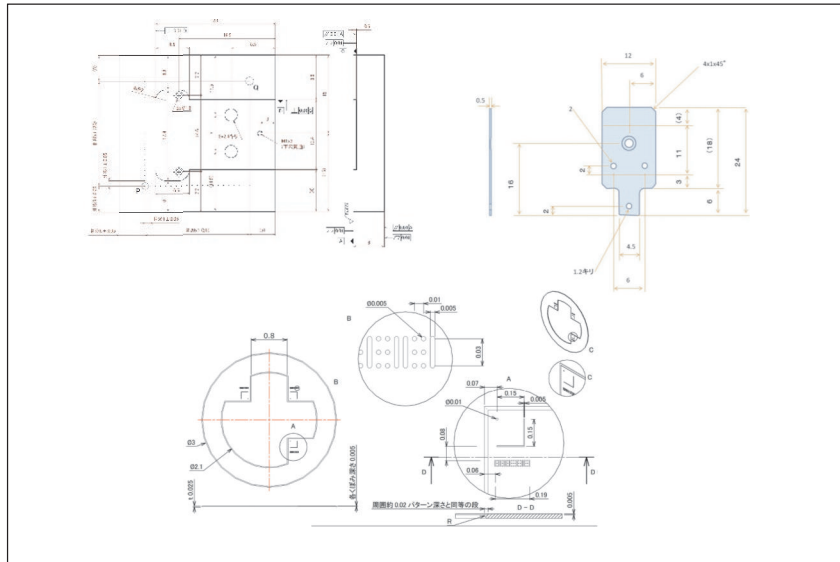


図2. 2. B-1-3 TEMリテーナ用試料ホルダ仕様  
(左上: 試料ホルダ、右上: TEMリテーナ、下: 丸マスク)



図2. 2. B-1-4 TEMリテーナ用試料ホルダ試作品  
(左上: 試料ホルダ、右上: TEMリテーナ、下: 丸マスク)

### ・識別マーカの仕様検討

識別マーカはアルミニウム合金(A5052)とSi単結晶ウェハ(厚みはそれぞれ、5 mm(アルミニウム合金)と1 mm(Siウェハ))の表面にFIBによって幅5  $\mu\text{m}$ 長さ50  $\mu\text{m}$ の十字のマーカを42カ所刻印した。

P点を原点としてP点からX,Y方向1 mm間隔でそれぞれ20 mmまでの40カ所、およびP点を原点としてX=20 mm、Y=20 mmの位置に1カ所を(Q点)として刻印した。

各刻印の加工深さ仕様は20  $\mu\text{m}$ としたが、刻印そのものの深さ計測は行っていない。FIBの加工レートから算出した深さ数値である。

さらに原点P点とQ点を識別するために、原点であるP点、対角にあるQ点には十字の中心から上下左右の位置に $\phi$ 3  $\mu\text{m}$ 、深さ10  $\mu\text{m}$ のファインマーカを付与した。

また、これらのFIBによる刻印は目視で確認が不可能であり、原点であるP点を特定するために、TEMリテーナ用試料ホルダの裏表と上下を識別するための目視で確認が容易なドットパターンをレーザーマーカにより試料ホルダ右上部に付与した。

刻印したマーカについては、当社製の走査電子顕微鏡および電子線プローブマイクロアナライザにより二次電子像の観察を行った。

いずれの装置でもステージ位置の読み取り精度は1  $\mu\text{m}$ であるが、相当する精度でマーカ位置を計測することが出来た。また、TEMリテーナ用試料ホルダにレーザーマーカにより付与したドットパターンについては目視が可能だった。

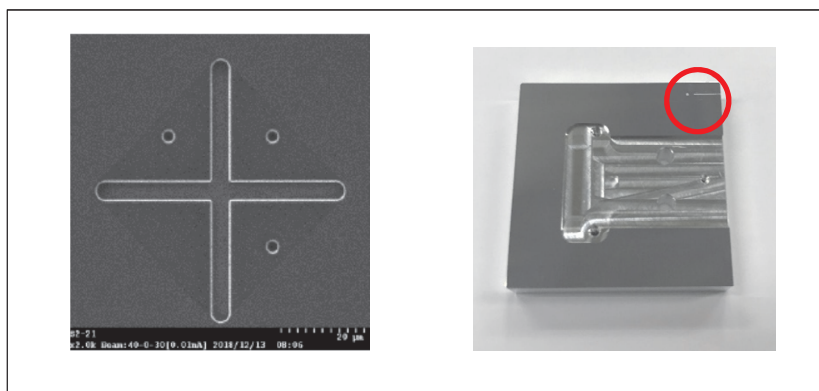


図2. 2. B-1-5 マーカ観察例(左:二次電子像十字マーカ、右:目視確認用レーザーマーカ)

### ・試料環境をモニタリングする雰囲気遮断可能なキャリーケースの製作

研究課題2-1で開発した共通試料ホルダに搭載する試料近傍の温度、湿度などが測定(モニタリング)可能なアダプタの仕様を作成した。試料環境モニタリングアダプタ仕様は図2. 2. B-1-4に示す様に開発した共通試料ホルダを設置した装置アダプタと、各種センサ類が配置されたチップがアダプタに設置され、各センサ類からの出力信号を記録するロガーからなる構成となっている。

また試料輸送時には外部雰囲気から遮断されたキャリーケース内で同様に試料環境がモニタリング出来るセンサ類、ロガーが配置された構成となっている。モニタリング項目は以下とした。

- (1)真空、雰囲気環境(真空計による圧力モニタリング)
- (2)加速度センサによる移動中の姿勢と物理的負荷の記録
- (3)温度センサ・湿度センサによる環境測定
- (4)光センサによる輸送中の開梱有無の確認
- (5)VOCセンサによる輸送チャンバ内のガス発生(接着剤など)履歴

なお、CPS型複合計測分析を遂行中の試料環境のモニタリングが可能となるセンシング技術の上記の仕様は知財として技術情報公開されている。



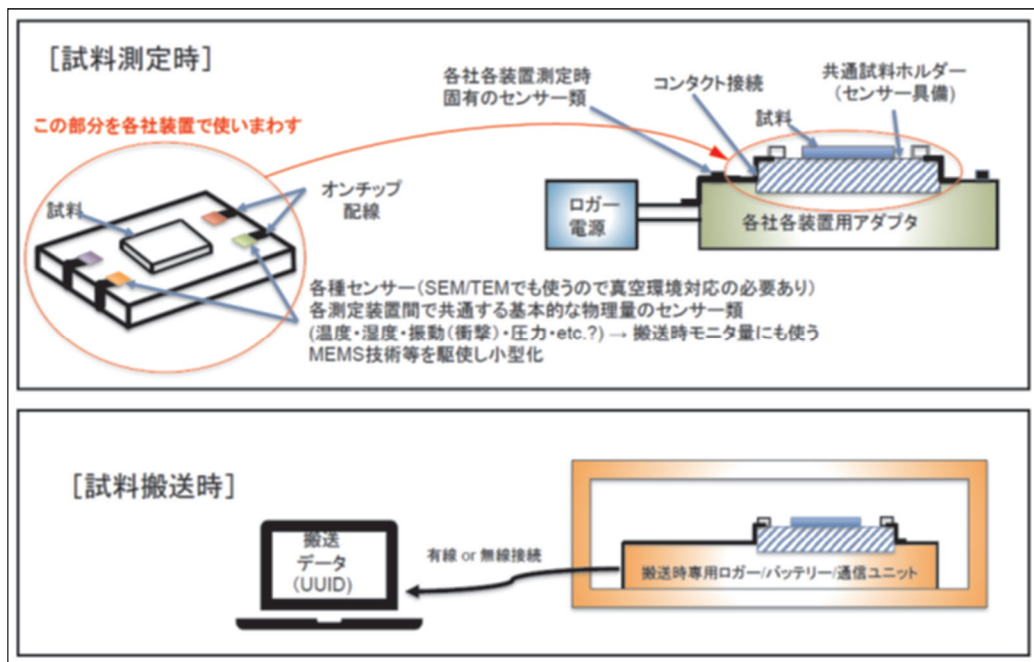


図2. 2. B-1-6 試料環境モニタリングアダプタの仕様(図2. 2. A-1-6と一部重複)

・ 雰囲気遮断可能なキャリーケースの製作

上記仕様をふまえて試料輸送時の雰囲気遮断キャリーケースを試作した。(日立ハイテック殿) 共通試料ホルダは、図2. 2. B-1-5に示すSEMホルダと兼用の治具に固定され、図に示す真空チャンバ内に設置されている。環境モニタセンサとしてはUSBタイプと基板タイプの2種類を用意し、加速度センサによる移動中の姿勢と物理的負荷の記録、温度センサ・湿度センサによる環境変動の記録、光センサによる輸送中の開梱有無の確認ができるようになっている。それぞれは充電式のバッテリーから電源が供給され、また輸送中のチャンバ内の真空度が計測できるよう乾電池式の真空モニタを設置した。

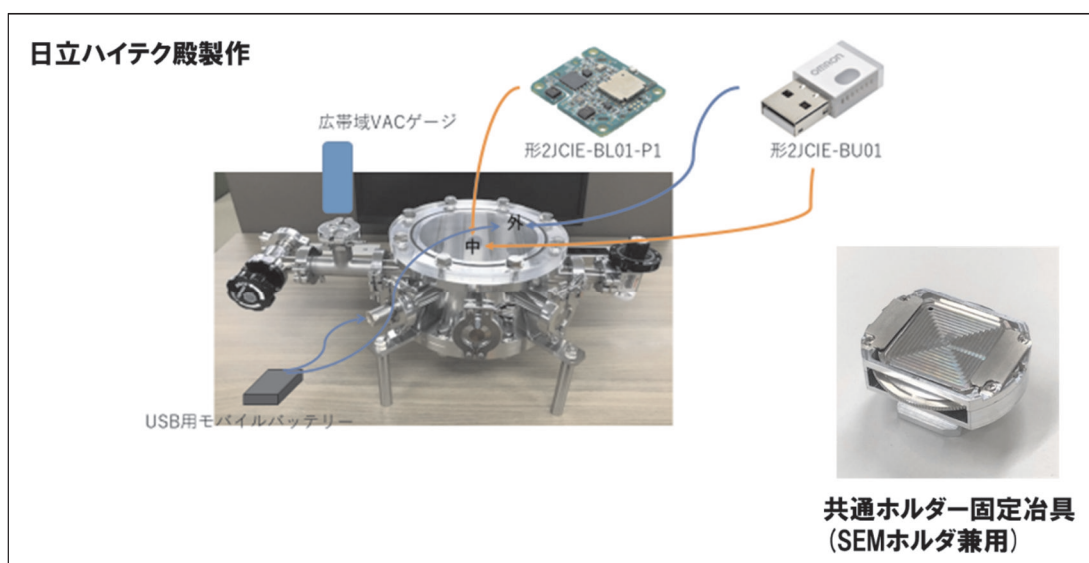


図2. 2. B-1-7 キャリーケース外観(図2. 2. A-7の再掲)



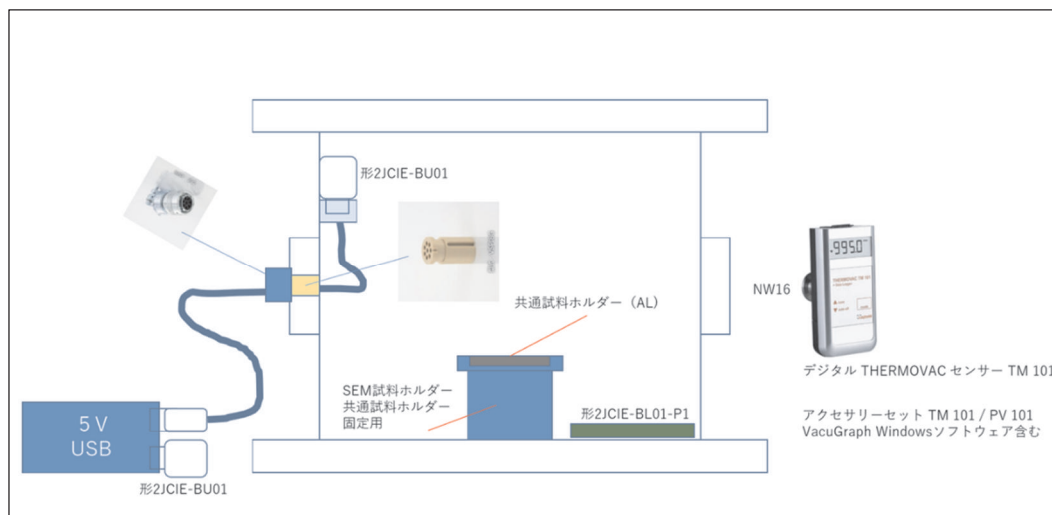


図2. 2. B-1-8 キャリーケースと環境センサ類の構成(図2. 2. A-8の再掲)

次項で報告する位置合わせ技術開発で実施したラウンドロビン評価と同時に本環境モニタリングアダプタを用いて、試料輸送中の環境をモニタリングした。キャリーケース受け取り時の真空度は380 Pa、封止後の到達真空度は2Paであった。ポンプoff 20分後は92 Paで発送直前の真空度は100 Pa程度であった。詳細な環境モニタリング結果は総括版を参照方。

#### 【まとめ】

同等性を保証するための、同一試料の同一部位を測定可能とする各種計測分析装置に共通的な試料ホルダを製作し、次項で述べる位置合わせ技術の開発に適用可能な試料ホルダを開発した。またCPS型複合計測分析を遂行中の試料環境のモニタリングが可能な環境モニタアダプタの仕様を明確にした。

## 2. 2. B-2 測定位置精密位置合わせ技術の開発(研究課題2-2)

### 【目標】

複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)では、試料の特性を正確に把握するために異なる計測装置で同一試料の同一箇所を測定することが必要である。しかし、現在は異なる装置間でのアライメント手法などの手順が規格化されていない。2017年度に実施したNEDO先導研究プログラムの調査研究では、共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行ったところ、最大で50 μm程度の位置再現性であることが判明している。これは、マーカの大きさや手順が規格化されていないことが要因と推測される。

粒界構造解析では、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、ラマン分光顕微鏡での相関解析のニーズが高い。本課題では、研究課題2-1で製作した共通試料ホルダを使用してこれらの異なる装置間で座標校正を行い、同一箇所の測定を再現させ、ファインアライメントに必要なマーカの検討を行い、ユーザが容易に位置再現できるよう自動で実施可能なアライメント手法(アルゴリズム)を開発し標準化につなげる。

具体的には、研究課題2-1で作製した共通試料ホルダを用いて、走査電子顕微鏡(JSM-7200F)で位置再現性を向上させるための課題を抽出し改善法を検討した。位置再現性評価については、日立ハイテク、島津製作所、堀場製作所の各社装置に計測と協調して行い、その位置再現性向上のための課題抽出とアライメント手法の手順確立を実施した。

【成果】

2017年度に実施したNEDO先導研究プログラムの調査研究では、共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行ったところ、最大で50 μm程度の位置再現性であったことが判明している。先導プログラムの共通試料ホルダにおけるアライメントマーカは幅30 μmやφ80 μmの大きさのマーカとしたことによる読み取り誤差や試料貼付けテープの変形等が位置再現性の悪化要因と考えられ、マーカの大きさや読み取りの手順が標準化されていないことが課題として認識されていた。

研究課題2-1ではこれまでの上記知見を基に共通試料ホルダのマーカ仕様を決定しているが、以下に共通試料ホルダを使用しての検証結果について述べる。

・走査電子顕微鏡装置単独での位置再現性

研究課題2-1で作製した共通試料ホルダを用いて、走査電子顕微鏡自身の位置再現性の評価を実施した。各マーカの読み取り位置は図2. 2. B-2-1に示す様に十字マーカの対象位置が観察像の中心になるようにし、その観察時のステージ位置から読み取った。

原点(P点)からX方向に20 mm、Y方向に20 mmにあるマーカをそれぞれX点(X20点)、Y点(Y20点)とし、これら3点を基準として、X=20 mm、Y=20 mmにあるマーカ(Q点)の位置をまず計測する。このQ点を仮想の計測点として、この後、各条件(単純繰返し、試料脱着、電源on-off)でP点、X点、Y点、Q点の計測を3回実施し、P点、X点、Y点の位置からアフィン変換により算出したQ点位置と、実際に計測したQ点の位置座標の差を読み取った。表2. 2. B-2-1に測定の結果を示す。

表に示す様に各材料ホルダ共に算出されたQ点と計測したQ点のずれ量の平均値はX方向、Y方向共に±1 μm以下であり、位置再現性は今回使用した走査電子顕微鏡のステージの公称再現性精度1 μm以下と良い一致を示している。研究課題2-1で選定されたマーカ仕様は我々の目的を十分満たしていると考ええる。



図2. 2. B-2-1 マーカの読み取り位置例

表2. 2. B-2-1 走査電子顕微鏡による計測したマーカ位置再現性

		mm	条件1(ステージ移動のみ) ただし、倍率は1,200倍				条件2(試料脱着あり)				条件3(装置ON/OFFあり)			
			初期値	一回目	二回目	三回目	初期値	一回目	二回目	三回目	初期値	一回目	二回目	三回目
計測値	D(X)	mm	9.897	9.897	9.897	9.897	9.901	9.884	9.920	9.898	9.888	9.888	9.887	9.887
	D(Y)	mm	9.897	9.897	9.897	9.897	9.887	9.718	9.685	9.653	9.721	9.722	9.722	9.723
	X20(X)	mm	-10.094	-10.094	-10.094	-10.094	-10.090	-10.107	-10.071	-10.094	-10.102	-10.103	-10.103	-10.104
	X20(Y)	mm	9.453	9.453	9.453	9.453	9.427	9.435	9.433	9.432	9.435	9.436	9.436	9.436
	Y20(X)	mm	10.115	10.115	10.115	10.115	10.137	10.142	10.147	10.094	10.148	10.148	10.148	10.148
	Y20(Y)	mm	-10.302	-10.302	-10.302	-10.302	-10.310	-10.278	-10.313	-10.345	-10.276	-10.275	-10.274	-10.274
変換後	D(X)	mm	-9.876	-9.877	-9.877	-9.877	-9.854	-9.849	-9.844	-9.897	-9.843	-9.843	-9.843	-9.843
	D(Y)	mm	-10.545	-10.545	-10.545	-10.545	-10.571	-10.583	-10.585	-10.588	-10.581	-10.581	-10.581	-10.581
	変換後Q点X座標	mm	20.000	20.001	20.001	20.001	20.000	20.000	20.000	19.999	20.001	20.000	20.001	20.000
	変換後Q点Y座標	mm	19.999	19.999	19.999	19.999	20.001	20.002	20.000	20.000	19.999	20.000	20.000	20.000
	差分(X)-初期値	mm	0.000	0.001	0.001	0.001	0.000	0.000	0.000	-0.001	0.000	-0.001	0.000	-0.001
	差分(Y)-初期値	mm	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.001	-0.001	-0.001	0.000	0.001	0.001	0.001

・ラウンドロビン計測結果

総括版報告のラウンドロビン計測結果を参照方。

### ・位置合わせ精度向上のための課題抽出

当社が試作した共通試料ホルダについて異なる条件で繰り返し位置精度を検証した結果は、前々項に記載したように、 $\pm 1 \mu\text{m}$ 以下の位置の再現性が得られた。

さらに精度を確認するために、P点、X点、Y点、Q点について十字マーカの左上角、右上角、左下角、右下角の4点を計測し、左下角のみで位置を計測した場合と4点の中心点で位置を計測した場合を比較した。

その結果、左下角のみのマーカの位置を基準にしアフィン変換を適用したQ点の位置(左上角、右上角、左下角、右下角、中心点)は2回の試行の間で $1.0 \mu\text{m}$ から $1.4 \mu\text{m}$ のずれが観測された。一方で基準にする位置を4点の中心点としてアフィン変換を適用したQ点の位置(左上角、右上角、左下角、右下角、中心点)は $0.3 \mu\text{m}$ から $0.7 \mu\text{m}$ のずれが観測された。

この結果については、さらに繰り返しの検証が必要と考えられるが、概ね基準にする位置はより計測誤差が低減されている4点の中心点とした方がよいと思われる。なお、JQAの校正作業によるQ点位置に比べて、いずれの場合も同じ方向に全ての点がずれていることから、JQA校正時に比べて、試料ホルダの形状が変わったか、温度などの環境条件が同一でないことが考えられる。

さらに、高倍になるほどマーカ角の位置読み取りが困難になることから、マーカ角を明確にするための画像処理について検討を行った。その結果、ハフ変換は十字マーカのエッジのコントラストが不明確な部分(フリンジ)の影響を受けて、二値化を行うと目視と抽出した位置にずれが目立つ結果が得られた。

さらに抽出結果を安定させるために、機械学習であるUNet+によるSemantic Segmentationによる二値化を行った結果、フリンジの部分の影響を受けることなく二値化をすることに成功し、その後のハフ変換でも良好な結果が得られた。

これらの検証を行う上で、多数のSEM画像を処理したが、その際に画像コントラストやコンタミの影響等で十字マーカのフリンジが欠損している場合が大きな問題になることが判明したが、これらの問題については、Semantic Segmentationは不安定であり、コントラストの異なる二値化とそれらの画像の差分を用いた画像の二値化をすることが非常に安定で効果的であることがわかった。

画像処理については、複数の手法の組み合わせを試行したが、どのような学習データを使うか、アルゴリズムの適用の順番などにより大きく安定性が変わり、引き続きの実験が必要である。

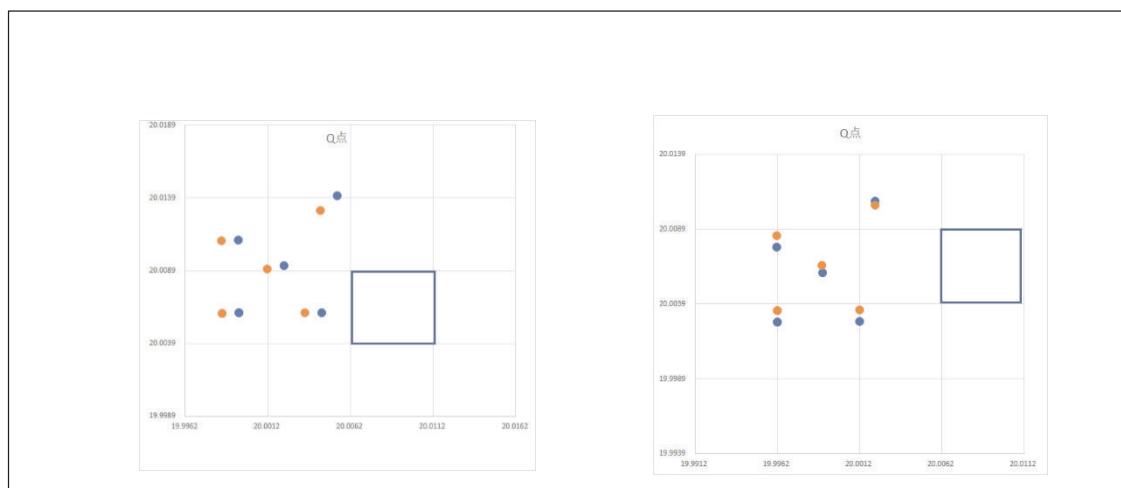


図2.2.B-2 基準位置の違いによるずれの比較(計測対象はSi製共通試料ホルダ) 左:基準位置を各十字マーカの左下角にした場合。右:基準位置を各十字マーカの中心点にした場合。左図、右図ともに、一回目の試行が青点、二回目の試行が橙点であり、各回について左上角、右上角、左下角、右下角、中心点の5点が示されている。また、青枠はJQAの校正作業により提示されているQ点の5点が現れる範囲である。

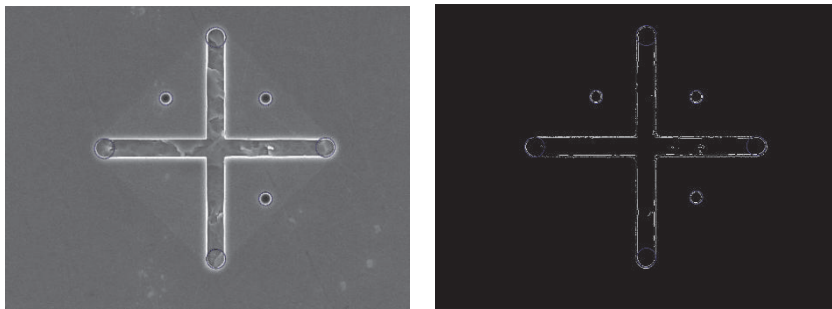


図2. 2. B-2-3 一般的なハフ変換による位置抽出の結果(左:端点の円をハフ変換により抽出。右:ハフ変換と二値化を行った結果)

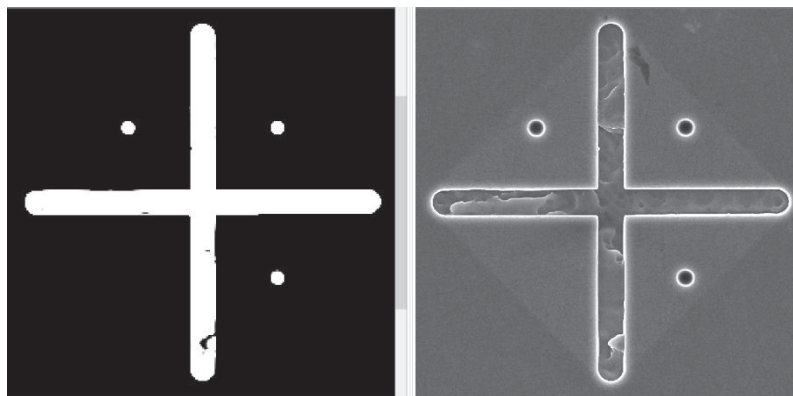


図2. 2. B-2-4 機械学習による処理結果(左:UNet++によるSemantic Segmentationと二値化を適用した結果。右:SEM画像)

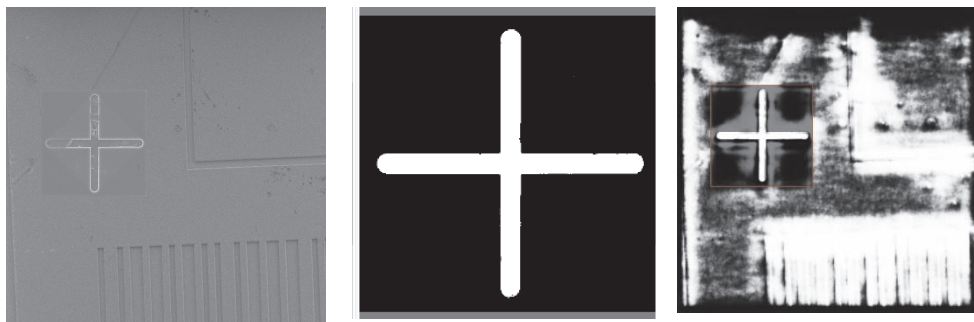


図2. 2. B-2-5 Semantic Segmentationによる欠損画像の処理結果(左:SEM画像。中:十字マーカのテンプレート。右:テンプレートのマーカをSEM画像中のマーカにSemantic Segmentationによりあてはめた結果)

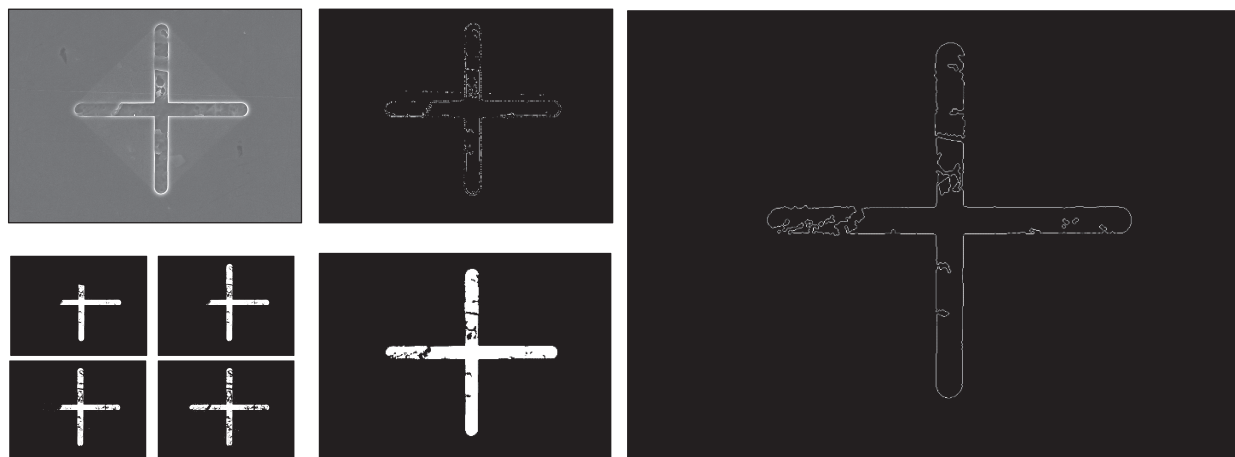


図2. 2. B-2-6 モルフォロジー法による欠損画像の処理結果(左上:SEM画像。中上:通常の二値化を行い欠損している十字マーカ。左下:複数の閾値で二値化した結果。中下:複数の二値化画像を加算した十字マーカ、右:抽出した十字マーカの輪郭)

## 2. 2. C 堀場製作所

### 2. 2. C-1 CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題2-1)

#### 【目標】

##### ・試料ホルダ共通化技術の開発

材料開発の加速化を実現するにはユーザが各分析装置で得られた同一試料のデータを用いて、複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析)や粒界構造解析(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)を行うことが必要である。しかし、多くの分析装置メーカーでは計測装置に適応した独自の試料ホルダを作製していることから、メーカーや手法が違う装置では、測定試料を測定装置の試料ホルダに取り付け直す必要があった。ユーザ側では試料取り付けの際に測定試料の損傷、紛失が発生する問題が発生している。また、各分析装置の測定者(担当者)が違うケースも多く、試料情報が正しく伝わらない、試料を取り違えるなどの問題も発生している。これら問題を解決するために、標準化を目指した異なる計測装置で利用できる共通試料ホルダの試作を行う。

また、装置間、ユーザの部署間で試料が移動しても、試料の識別を間違えることが無いよう、共通試料ホルダに試料の同一性(試料ID)を保証する識別マーカの仕様について検討する。さらに大気暴露すると試料特性が変化するような材料(たとえばLiイオン電池関連材料など)を装置間で運搬する雰囲気遮断可能なキャリーケースも試作する。

#### 【成果】

##### ・共通試料ホルダの試作

各社担当分析装置の試料ステージの標準的な大きさと同動範囲を考慮し、その形状について論議し、形状を30 mm x 30 mm角とし、材質はマーカの刻印手法(FIBによる)を考慮し、アルミニウム合金(A5052)とSi単結晶ウェハとすることとした。厚みはそれぞれ、5 mm(アルミニウム合金)と1 mm(Siウェハ)として、各社試料ホルダを製作した。

##### ・識別マーカの仕様検討

識別マーカは図2. 2. C-1-1に示す様に幅5  $\mu\text{m}$ で長さ50  $\mu\text{m}$ の十字のマーカをFIB(Focused Ion Beam)により42カ所刻印した。P点およびP点から1 mm間隔でそれぞれX,Y方向に20 mmまでの40カ所とX=20 mm、Y=20 mm位置に1カ所(Q点)を刻印した。加工深さは20  $\mu\text{m}$ とした。また、座標合わせ時の原点識別用のマーカとして、P点とQ点のマーカ付近に $\phi$  3  $\mu\text{m}$ 、深さ10  $\mu\text{m}$ のファインマーカを図2-C-1)に示すように3カ所、計6カ所設けた。



また原点(P点)がどこにあるかわかりやすくするために、ホルダの上部に目視で識別できるよう**図2-C)-2**に示す様に試料ID No.を想定した刻印およびドットパターンを刻印した。これらはラマン分光測定装置の顕微鏡で図のように4xの対物レンズにて観察することが出来た。この仕様の刻印でIDの読み取りやホルダの上下位置確認などが現実的に可能であることが検証できた。

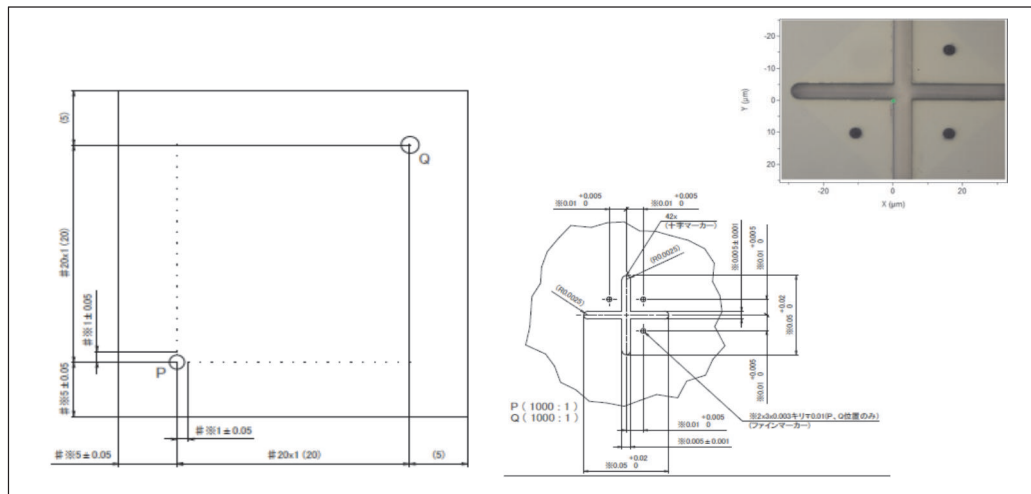


図2.2.C-1-1 マーカ仕様

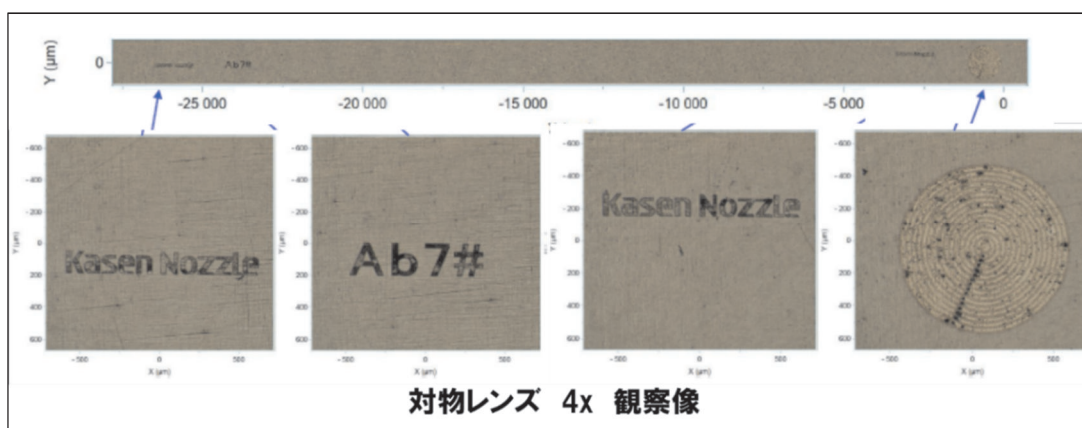


図2.2.C-1-2 刻印の仕様

・試料環境をモニタリングする雰囲気遮断可能なキャリーケースの製作

研究課題2-1で開発した共通試料ホルダに搭載する試料近傍の温度、湿度などが測定(モニタリング)可能なアダプタの仕様を作成した。試料環境モニタリングアダプタ仕様は**図2.2.C-1-3**に示すように開発した共通試料ホルダを設置した装置アダプタと、各種センサ類が配置されたチップがアダプタに設置され、各センサ類からの出力信号を記録するロガーからなる構成となっている。

また試料輸送時には外部雰囲気から遮断されたキャリーケース内で同様に試料環境がモニタリングできるセンサ類、ロガーが配置された構成となっている。モニタリング項目は以下とした。

- (1)真空、雰囲気環境(真空計による圧力モニタリング)
- (2)加速度センサによる移動中の姿勢と物理的負荷の記録
- (3)温度センサ・湿度センサによる環境測定
- (4)光センサによる輸送中の開梱有無の確認
- (5)VOCセンサによる輸送チャンバ内のガス発生(接着剤など)履歴

なお、CPS型複合計測分析を遂行中の試料環境のモニタリングが可能となるセンシング技術の上記の仕様は知財として技術情報公開されている。

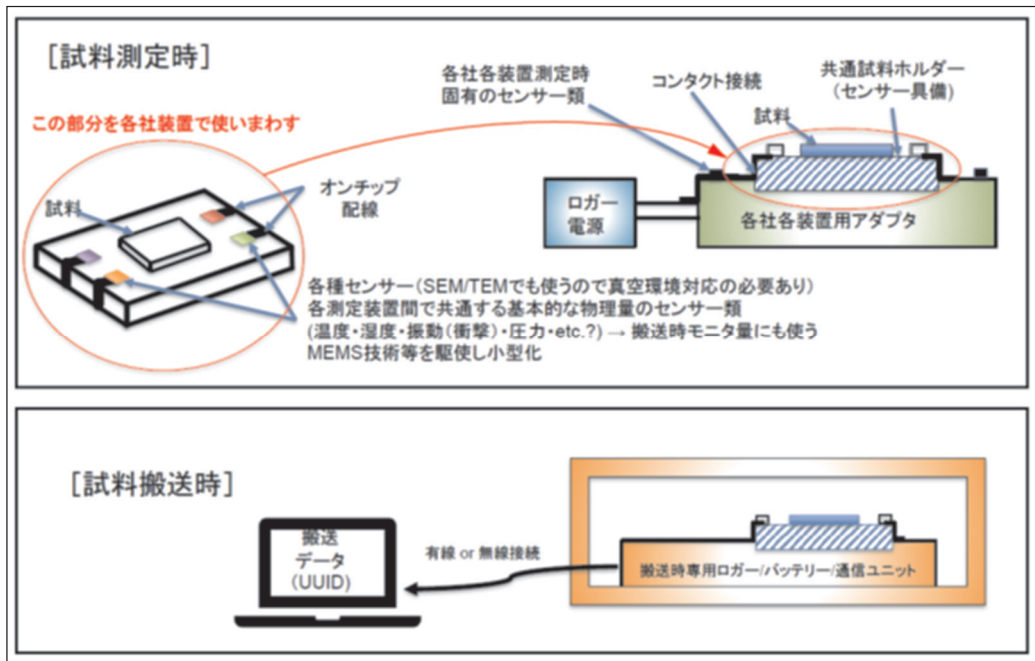


図2. 2. C-1-3 試料環境モニタリングアダプタの仕様(図2. 2. A-6と重複)

・雰囲気遮断可能なキャリーケースの製作

上記仕様をふまえて試料輸送時の雰囲気遮断キャリーケースを試作した(日立ハイテク殿)。共通試料ホルダーは、図2. 2. C-1-4に示すSEMホルダーと兼用の治具に固定され、図に示す真空チャンバ内に設置されている。環境モニタセンサとしてはUSBタイプと基板タイプの2種類を用意し、加速度センサによる移動中の姿勢と物理的負荷の記録、温度センサ・湿度センサによる環境変動の記録、光センサによる輸送中の開梱有無の確認ができるようになっている。それぞれは充電式のバッテリーから電源が供給され、また輸送中のチャンバ内の真空度が計測できるよう乾電池式の真空モニタを設置した。

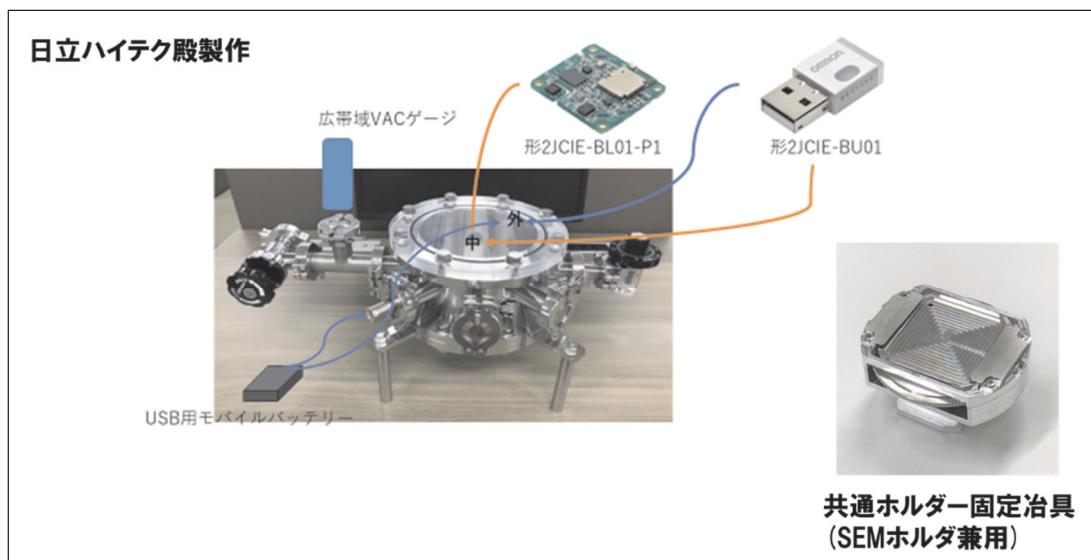


図2. 2. C-1-4 キャリーケース外観(図2. 2. A-7と重複)

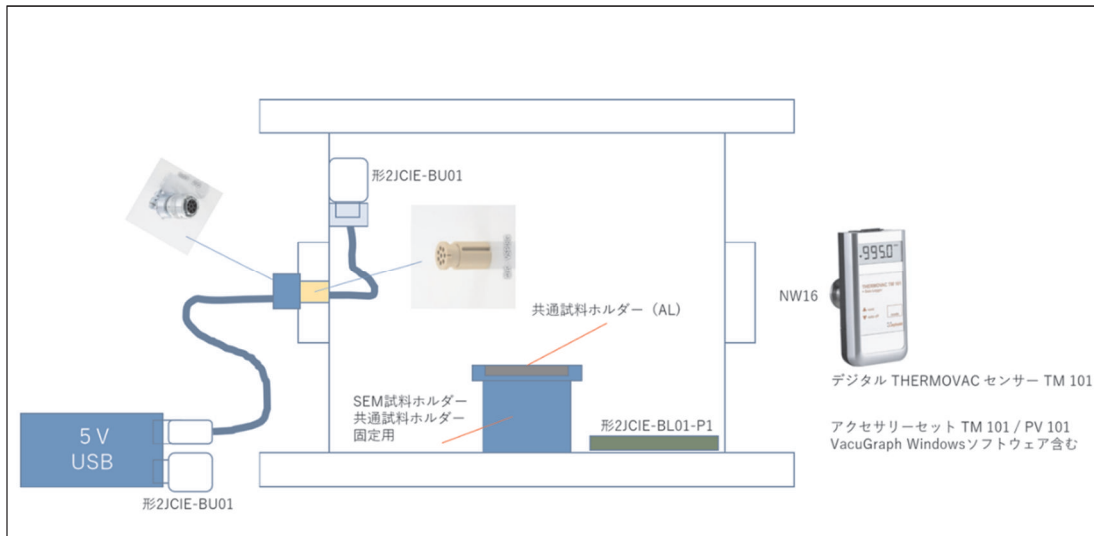


図2. 2. C-1-5 キャリーケースと環境センサ類の構成(図2. 2. A-8と重複)

次項で報告する位置合わせ技術開発で実施したラウンドロビン評価と同時に本環境モニタリングアダプタを用いて、試料輸送中の環境をモニタリングした。キャリーケース受け取り時の真空度は380 Pa、封止後の到達真空度は2 Paであった。ポンプoff 20分後は92 Paで発送直前の真空度は100 Pa程度であった。詳細な環境モニタリング結果は総括版を参照方。

#### 【まとめ】

同等性を保証するための、同一試料の同一部位を測定可能とする各種計測分析装置に共通的な試料ホルダを製作し、次項で述べる位置合わせ技術の開発に適用可能な試料ホルダを開発した。またCPS型複合計測分析を遂行中の試料環境のモニタリングが可能な環境モニタリングアダプタの仕様を明確にした。

## 2. 2. C-2 測定位置精密位置合わせ技術の開発(研究課題2-2)

#### 【目標】

複合階層構造解析(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)や粒界構造解析(ミクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)では、試料の特性を正確に把握するために、異なる計測装置で同一試料の同一箇所を測定することが必要である。しかし、現在は異なる装置間でのアライメント手法などの手順が規格化されていない。2017年度に実施したNEDO先導研究プログラムの調査研究では、共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行ったところ、最大で50 μm程度の位置再現性であることが判明している。これは、マーカの大きさや手順が規格化されていないことが要因と推測される。

粒界構造解析では、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、ラマン分光顕微鏡での相関解析のニーズが高い。本課題では、課題2-1で製作した共通試料ホルダを使用してこれらの異なる装置間で座標校正を行い、同一箇所の測定を再現させ、ファインアライメントに必要なマーカの検討を行い、ユーザが容易に位置再現できるよう自動で実施可能なアライメント手法(アルゴリズム)を開発し標準化につなげる。

具体的には研究課題2-1で作製した共通試料ホルダを用いて、ラマン分光測定装置(HORIBA LabRAM HR Evolution)で位置再現性を向上させるための課題を抽出し改善法を検討した。位置再現性評価には顕微FTIR(赤外顕微鏡AIM-9000島津製作所)の計測位置情報と比較することでその位置再現性向上のための課題抽出とアライメント手法の手順確立を実施した。

【成果】

2017年度に実施したNEDO先導プログラムの調査研究では、共通試料ホルダにマーカを付与して検証実験を行ったところ、最大で50 μm程度の位置再現性であったことが判明している。先導プログラムの共通試料ホルダにおけるアライメントマーカは幅30 μmやφ80 μmの大きさのマーカとしたことによる読み取り誤差や試料貼付けテープの変形等が位置再現性の悪化要因と考えられ、マーカの大きさや読み取りの手順が標準化されていないことが課題として認識されていた。

研究課題2-1ではこれまでの上記知見を基に共通試料ホルダのマーカ仕様を決定しているが、以下に共通試料ホルダを使用しての検証結果について述べる。

・ラマン分光測定装置単独での位置再現性

研究課題2-1で作製した共通試料ホルダを用いて、ラマン分光測定装置自身の位置再現性の評価を実施した。各マーカの読み取り位置は図2. 2. C-2-1に示すように十字マーカ左下角の点(図中緑の丸印)の位置座標を読み取った。(NEDO先導研究プログラムでは特に規定していなかった)

原点(P点)からX方向に20mm、Y方向に20mmにあるマーカをそれぞれX点、Y点とし、これら3点を基準として、X=20mm、Y=20mmにあるマーカ(Q点)の位置をまず計測する。このQ点を仮想の計測点として、この後、各条件(単純繰返し、試料脱着、電源on-off)でP点、X点、Y点、Q点の計測を3回実施し、P点、X点、Y点の位置からアフィン変換により算出したQ点位置と、実際に計測したQ点の位置座標の差を読み取った。表2. 2. C-2-1に測定の結果を示す。

表に示すように各材料ホルダ共に算出されたQ点と計測したQ点のずれ量の平均値はX方向、Y方向共に±0.8 μm以下であり、位置再現性は今回使用したラマン分光測定装置のステージの公称再現性精度1 μm以下と良い一致を示している。研究課題2-1で選定されたマーカ仕様は我々の目的を十分満たしていると考ええる。

また参考として、マーカの自体の位置精度を計測した結果を表2. 2. C-2-2に示す。JQA(日本品質保証機構)にて校正した値(X点:x=19.9975,y=0.0000 Y点:x=0.0006,y=20.0004)から考えると、読み取り、ステージ誤差を含めて最大で±3.0 μm範囲内にあるものと考えられる。

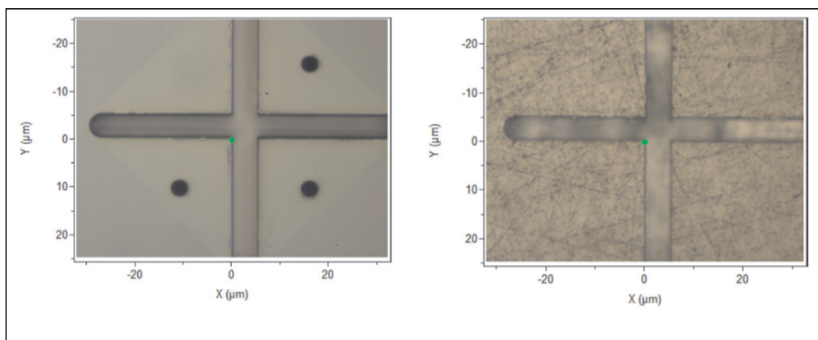


図2. 2. C-2-1 マーカの読み取り位置例 (図中の緑丸印)

表2. 2. C-2-1 ラマン分光測定装置のマーカ位置再現性(Q点のずれ)

■ 位置再現性評価 (ステージ読み取り誤差含む)				
条件1:単純繰返し 条件2:試料脱着あり 条件3:装置電源on/off、n=3				
	Alホルダ		Siホルダ	
	X平均値(μm)	Y平均値(μm)	X平均値(μm)	Y平均値(μm)
条件1	0.20	0.13	0.73	0.63
条件2	0.10	0.37	-0.03	0.07
条件3	-0.37	-0.10	0.03	-0.10
総平均	-0.02	-0.13	0.24	0.20



表2. 2. C-2-2 マーカ位置精度 (参考)

■ マーカの精度について (ステージ読み取り誤差含む)

条件1:単純繰返し 条件2:試料脱着あり 条件3:装置電源on/off、n=3

	Alホルダ20mmマーカ長差異		Siホルダ20mmマーカ長差異	
	X軸平均値(μm)	Y軸平均値(μm)	X軸平均値(μm)	Y軸平均値(μm)
条件1	1.52	-0.99	2.66	2.16
条件2	1.34	-0.89	2.40	2.48
条件3	1.43	-0.62	2.65	2.55
総平均	1.43	-0.83	2.57	2.40
マーカ角度	89° 59' 46"		89° 59' 16"	

・位置合わせ精度向上のための課題抽出

位置合わせ技術開発における課題を抽出する目的で、アルミニウム合金製試料ホルダ上に展開した蛍光粒子を用いて実際に島津製作所殿の顕微FTIRと当社のラマン分光測定装置を用いて、同一場所観察のトライアルを実施した。ホルダ上に展開した蛍光粒子の大きさはφ200 nm、φ500 nm、φ1 μmであった。

図2. 2. C-2-2に展開した蛍光粒子の外観と顕微FTIRでの蛍光粒子の顕微鏡観察結果を示す。顕微FTIR、ラマン分光など光学顕微鏡レベルの拡大倍率では図に示す様にφ1 μmの蛍光粒子でも明確な識別が難しかった。FTIRで観察した図中黄色で囲った点を目標の蛍光粒子として、次工程である当社ラマン分光測定装置で同一蛍光粒子(同位置)の観察を試みた。

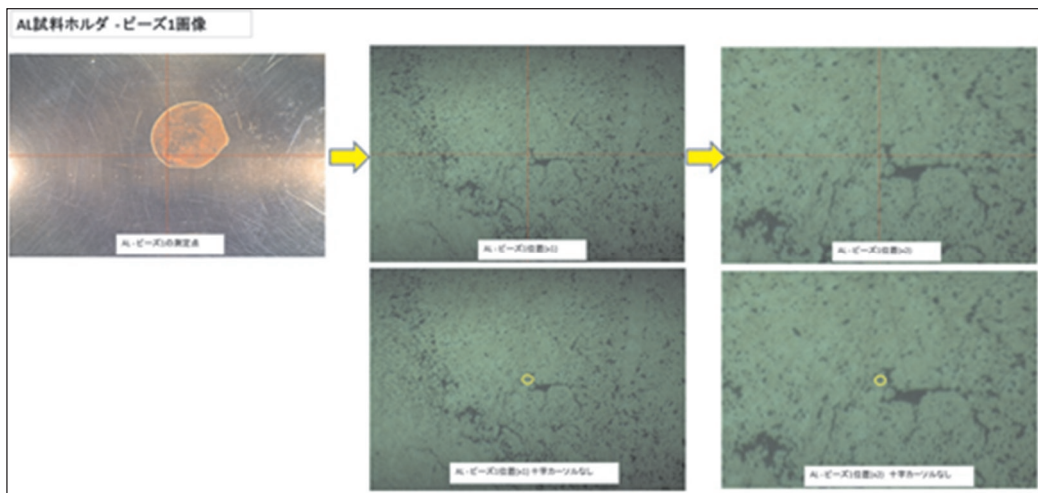


図2. 2. C-2-2 展開した蛍光粒子外観とFTIR(島津製作所)での蛍光粒子観察結果

図2. 2. C-2-3および図2. 2. C-2-4にラマン分光測定装置での蛍光粒子観察結果を示す。ラマン分光測定装置の検出器を使って蛍光粒子の蛍光をマッピング観察した結果(左図)でははっきりと識別できるものの、顕微鏡観察(中央の図)ではφ1 μmの蛍光粒子がやっと識別できる程度であった。FTIRでは対物レンズx2倍であり、ラマンではx4倍の対物レンズが使用されている。



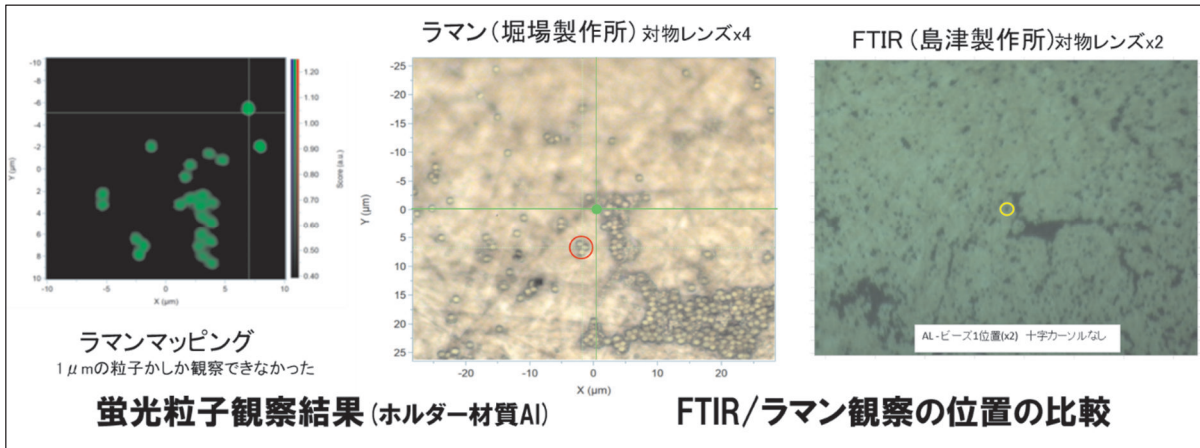


図2. 2. C-2-3 ラマン分光測定装置(堀場製作所)での蛍光粒子観察結果(アルミニウム製ホルダ)

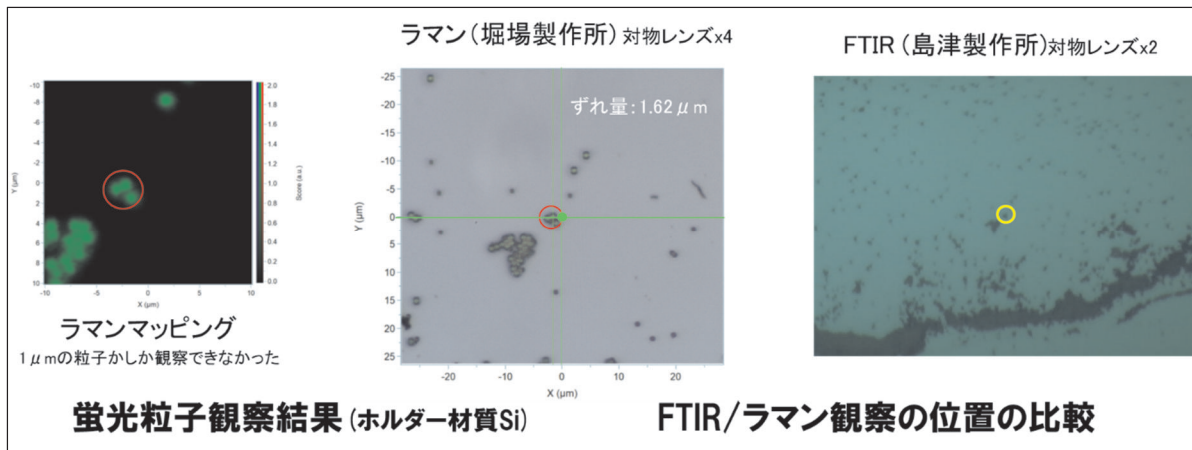


図2. 2. C-2-4 ラマン分光測定装置(堀場製作所)での蛍光粒子観察結果(Siウェハ試料ホルダ)

黄色の丸で囲んだ粒子が顕微FTIRで観察した蛍光粒子(右図)で、ラマン分光測定装置の観察では赤丸で囲んだ粒子(中央図)となっている。顕微FTIRでマーカを使って測定した蛍光粒子座標に基づいて計算された座標位置は中央の図のルーラーのクロスした点(緑の丸印)であった。赤丸で囲んだ粒子とルーラークロス点のずれは約7 μm程度であり、FTIR、ラマン分光の両装置のステージ誤差(それぞれ±1 μm、±3 μm)を考慮すると、少し大きめの値となっている。なお今回マーカの読み取りに関しては、十字マーカの各角を計測しその平均値からマーカ中央点を算出し、その点を基準とした位置合わせも実施したが、上記の結果と大きな差はなく、マーカ読み取り位置は1点でも多点でも同様の結果が得られるものと考えられる。

同様の評価をSiウェハ製の共通試料ホルダについても実施し、FTIR(島津)/ラマン分光(堀場)装置間での測定位置座標のずれについて同様の検証を行った。表2. 2. C-2-3に、それらをまとめた結果を示す。アルミニウム合金製試料ホルダ、Siウェハ製試料ホルダ共に最大で約7-8 μm程度のずれが発生している。これらは前述したように装置のステージ誤差よりも少し大きめの値となっていることから、蛍光粒子の識別の難しさからくる読み取り誤差や試料の傾きの影響などが考えられる。位置合わせ精度を向上させるには、顕微鏡レベルでも十分識別できるような粒子すなわち計測対象となっていることが重要と考えられる。

表2. 2. C-2-3 FTIR/ラマン分光における位置座標のずれ評価

**■ FTIR (島津) /ラマン分光 (堀場) 位置座標の比較**

**蛍光粒子  $\phi 1 \mu\text{m}$ 、( $\phi 200\text{nm}$ 、 $\phi 500\text{nm}$ 粒子は観察できず)**

	Alホルダ		Siホルダ	
	X方向ずれ( $\mu\text{m}$ )	Y方向ずれ( $\mu\text{m}$ )	X方向ずれ( $\mu\text{m}$ )	Y方向ずれ( $\mu\text{m}$ )
蛍光粒子1	-1.72	6.69	-1.62	0.00
蛍光粒子2	2.00	5.66	-1.44	1.20
Q点	-7.55	0.46	-7.20	0.00
総平均	-2.42	4.73	-3.42	0.40

**最大で $\pm 8 \mu\text{m}$ のずれが生じている。ステージの再現性精度より少し大きめ**

以上のトライアルの結果から、異なる装置間での位置合わせを、精度よく実現するには、以下の点に留意する必要があることが判った。(カッコ内は今回の設定例)

1. 読取りの精度が上がるようマーカの大きさを識別できる範囲まで小さくする。(幅 $30\mu\text{m}$ )
2. 個人差が出にくい読取り位置を厳密に規定する。(十字マーカの左下角)
3. 上記マーカの読み取り位置が損傷した場合を想定し、予備の読み取り位置を設定する。
4. 試料の貼り付けは真空雰囲気下となっても変形しにくい構成とする。(貼り付け無し)
5. 計測点は各装置の中で最も識別しづらい装置に合わせた大きさのものを選定する(蛍光粒子  $\phi 1\mu\text{m}$ )
6. 試料の傾きの影響が出ないようにする。(今回は高さ情報(Z方向)は未計測)

・位置合わせ精度向上の検証結果 (ラウンドロビン評価)

前項の課題抽出の結果を受けて、位置合わせ精度向上の検証評価を実施した。検証はFTIR(島津)、ラマン分光(堀場)、SEM(日本電子、日立)の各装置を用いて、前回と同様に同一の蛍光粒子を計測することで各装置間での位置合わせ精度の向上を検証した。各装置間の試料移動には研究課題2-1で試作した雰囲気遮断キャリアケースを使用し、試料ホルダは、SEM観察用治具に設置可能なアルミニウム合金製の共通試料ホルダを使用した。また輸送中の振動や真空度の変化による試料のずれや異常がなかったか試料環境をモニタしながら確認することとした。

前項で課題として抽出された識別のしづらさを考慮して、展開する蛍光粒子の大きさは $\phi 6 \mu\text{m}$ と前回より大きくし、試料の傾きに関しては、XY平面の位置情報だけでなく、Z方向の高さ方向の位置情報も記録することとした。またマーカ読取りの基準位置(十字マーカ左下角)が損傷した場合に備えて、十字マーカ右下角の位置も予備として読み取った。以下に各装置での評価結果を示す。表2. 2. C-2-4にはFTIR(島津)とラマン(堀場)の位置情報の比較結果を示す。ずれ量は最大で $\pm 2.4 \mu\text{m}$ であり、前回のトライアル(前項)に比較して改善し、目論見通りの $3 \mu\text{m}$ 以下とすることが可能となり、蛍光粒子を大きくして識別しやすくなった効果があったと考える。また別の課題として抽出された高さ方向(Z方向)の変化(=傾き)については原点(O点)高さをゼロとしたときに、各マーカ(X,Y,Q点)および蛍光粒子の高さすなわちZ座標読取り値は $-15.7 \mu\text{m}$ から $99.8 \mu\text{m}$ の範囲で変化していたが、蛍光粒子1および2の高さにはあまり差がなかったことから、XY平面の位置合わせの精度に大きな影響を与えているとは考えにくい。

表2. 2. C-2-5には各装置間での蛍光粒子の測定位置座標のずれ量を示す。各装置間での位置合わせ精度は顕微鏡系のFTIRとラマン分光で示した精度と同等の位置合わせ精度の $\pm 3 \mu\text{m}$ 以下であり、顕微鏡系と電子線系の観察手法で同位置を観察するケースにおいては、本共通試料ホルダの適用により、観察者が容易に同じ位置を計測することが可能と判断できる。

補足として、今回の計測において輸送中の環境モニタリングにより、輸送中にこれらの計測に影響を与えるような振動や雰囲気、環境の異常は無かったものとする。環境モニタリング結果詳細については総報告の項を参照のこと。

表2.2.C-2-4 共通試料ホルダラウンドロビン評価結果 (FTIR/ラマン)

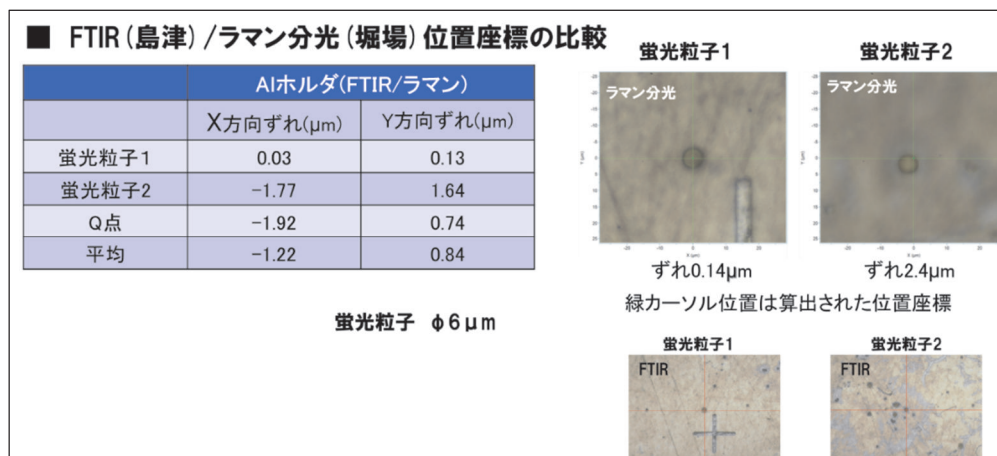


表2.2.C-2-5 共通試料ホルダラウンドロビン評価結果 (各装置間)

■ 各装置間の位置座標の比較  
蛍光粒子 φ6 μm

	AIホルダ(蛍光粒子1)	
	X方向ずれ(μm)	Y方向ずれ(μm)
FTIR(島津)	0.0	0.0
ラマン(堀場)	0.03	0.13
SEM(日本電子)	0.37	-0.17
SEM(日立)	-0.68	-0.48

### 【まとめ】

同等性を保証するための、同一試料の同一部位を測定可能とする各種計測分析装置に共通的な試料ホルダ(研究課題2-1で作製)を用いて、各社の所有する分析装置(FTIR、ラマン分光、電子顕微鏡SEM)を用いて、位置合わせ精度向上の検証のためのラウンドロビン評価を行った。結果、各装置間での位置合わせ精度はおよそ±3.0μm以内の精度に収まり、顕微鏡系と電子線系の観察手法で同位置を観察するケースにおいては、本共通試料ホルダの適用により、観察者が容易に同じ位置を計測することが可能となった。

## 2.2.D 九州工業大学

### 2.2.D-1 GPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発(研究課題2-1)

#### 【目標】

##### ①試料ホルダ共通化技術の開発

日本電子㈱と協力し、水系試料の凍結試料を用いる事で大気等による試料劣化しない試料観察が可能な両社製のクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ(50-100Kの温度可変型)を試作し、汎用化への提案を行う





図2. 2. D-1-2は、この共通ホルダを実際に、実体顕微鏡を用いて観察したものである。我々が作成依頼した共通ホルダでは、Oの位置の十字がかけているのが一部確認できた。ここでは、Oの位置のみを示しているが、X, Y, Qともに観察できた。マーカ十字の周辺の円形の3つの穴の観察は困難であった。

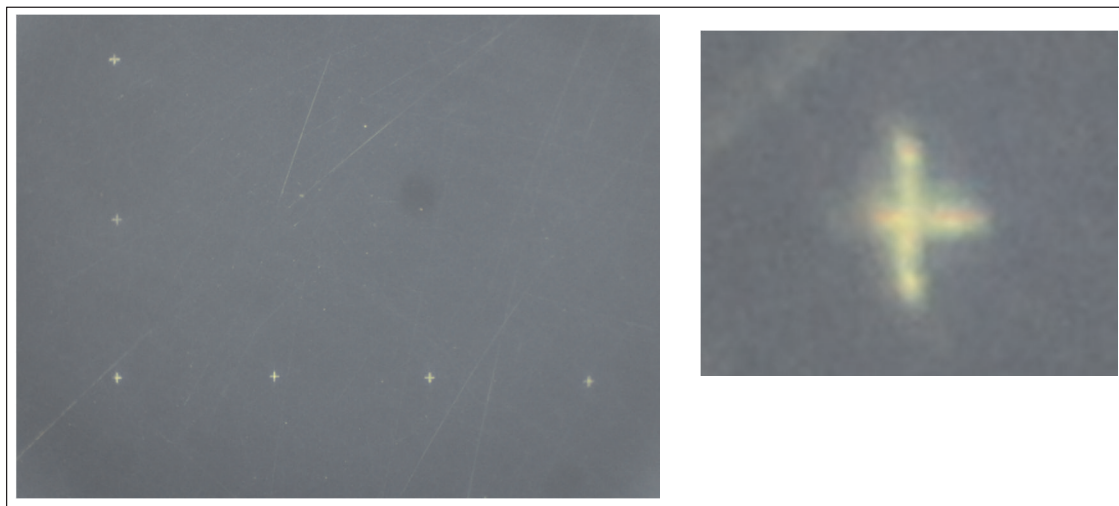


図2. 2. D-1-2 実体顕微鏡によるマーカの観察。ライカ 10x/23 レンズを用いて撮影したもの。

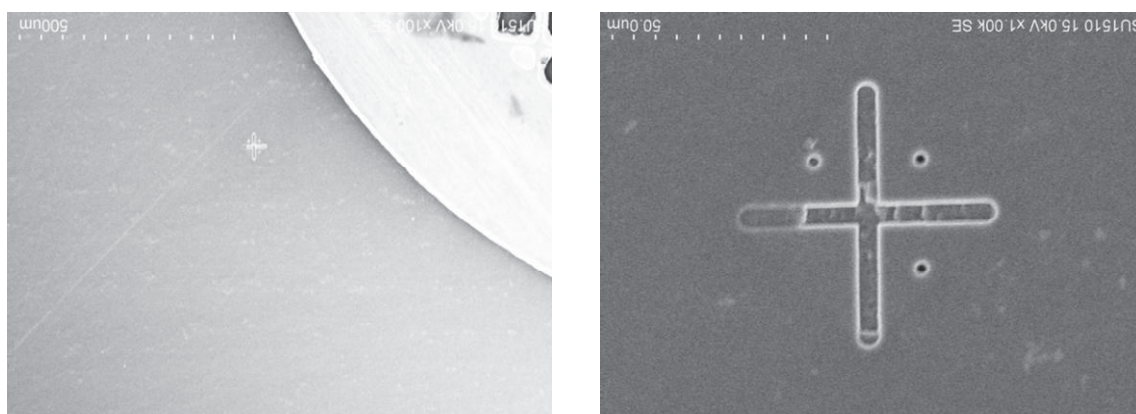


図2. 2. D-1-3 Oの位置のマーカの走査電子顕微鏡画像。今回の共通ホルダではOの位置の十字に欠けがあることが光学顕微鏡と対応して読みとることができた。左図にみられるグリッドは、Oの位置を明確にするために共通ホルダ上に置いたもの。

図2. 2. D-1-3は、同様のホルダを走査電子顕微鏡で撮影したものである。図2. 2. D-1-2と同様のO位置のマーカが実体顕微鏡、走査電子顕微鏡のいずれでも観察できることがわかった。さらに、図2. 2. D-1-4は、中央に設置した孔に透過電子顕微鏡のグリッドを装着したものを示している。現状3.1 mm  $\Phi$ の凹み(2.8 mm  $\Phi$ の貫通孔)にグリッドをいれるようになっており、グリッド(3 mm  $\Phi$ )に少し自由度(最大で0.1 mm  $\Phi$ )が存在する。今回だと右側に隙間がみえる。



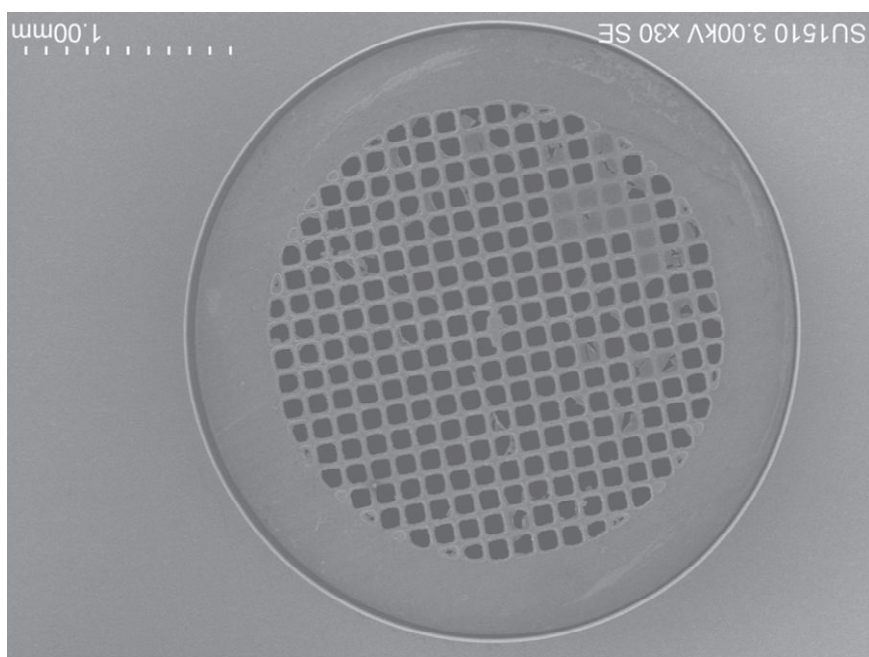
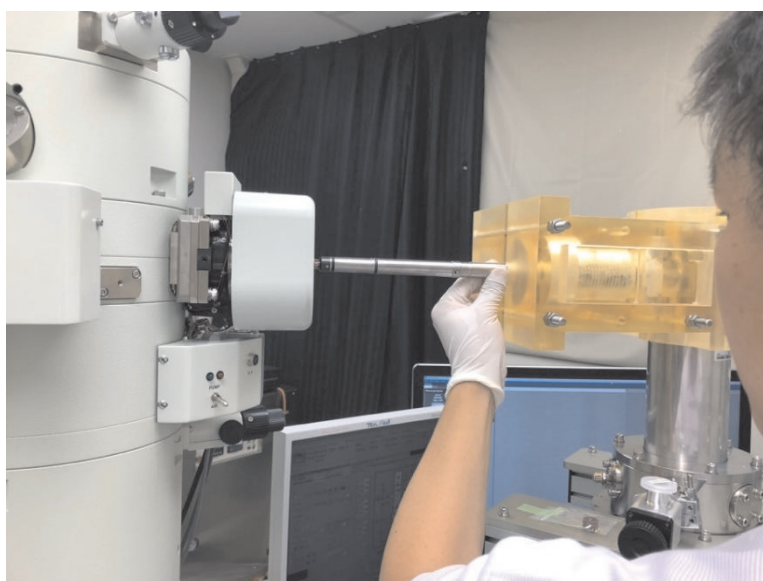


図2. 2. D-1-4 中央孔におかれたTEM用グリッドの走査電子顕微鏡像。グリッドの位置は十分に観察可能である。加速電圧3kV 倍率x30の2次電子による画像である。向きを实体顕微鏡と合わせるために、SEMの画像を180度回転させている。

これにより、光学顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡の間で、同一試料位置を観察するためのプラットフォームができたことになる。ただし、透過電子顕微鏡では、この共通ホルダからグリッドを取り出す必要があるため、2-2の測定位置精密合わせのための蛍光ナノ粒子を使った相対位置の対応をとる必要がある。これは、例え、透過型電子顕微鏡用の先端ホルダを使った場合でも同様である。

次に、今回の事業の中で、プロトタイプを開発したクライオホルダについて、検証を行った。図2. 2. D-1-5は、開発したクライオホルダを電子顕微鏡に挿入する作業とクライオホルダの先端(試料グリッドを保持する部分)を示している。



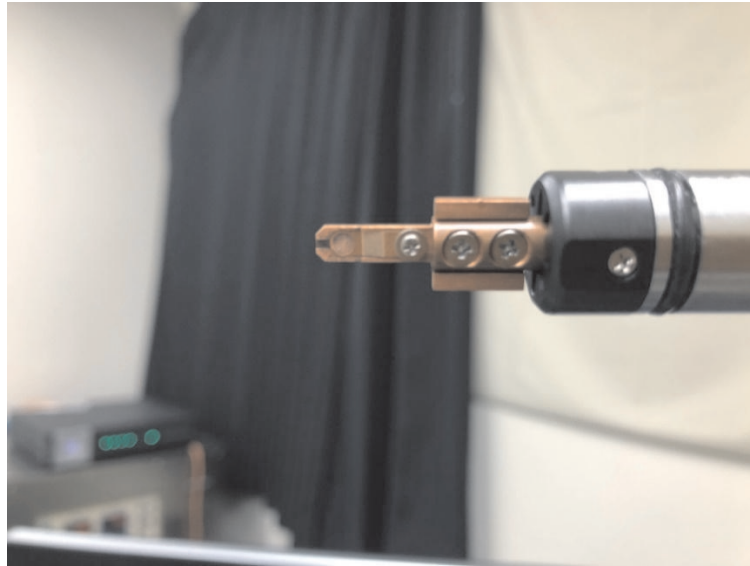


図2. 2. D-1-5 上段の図は電子顕微鏡へホルダを挿入している際の様子を示したもの。下段の図はホルダの先端を示している。グリッド位置の調整を行うことができる。



図2. 2. D-1-6 電子顕微鏡内に挿入されたホルダの達成温度。上段の図は、挿入直後の温度でA、Bは先端部の温度、1は目標温度を示している。下段の図は、冷却後の温度で設定温度まで達していることが分かる。

図2. 2. D-1-6は、ホルダ温度が電子顕微鏡内部に挿入した際の、到達温度を計測したものである。その結果、当該事業の中で想定していた最低温度50 Kを安定的に実現することに成功した。また、内部のヒータを用いて、100 K, 150 K, 200 Kも温度制御が可能であることを示した。各々安定すれば、 $<1$  Kの範囲で、温度制御が可能であった。現在の制御ソフトウェアでは、若干温度振動が観られたが、それに伴うドリフトは現時点では観察できていない。

ただし、先端を冷媒等で冷却することなく、クライオポンプのみで当該ホルダを冷却した場合には、到達温度に達するのに、1時間以上の時間が必要である。これは、通常の液体窒素冷却ホルダの場合でも同程度必要となることと対応している。後者の場合には、専用のワークステーションを用意して、先端からも液体窒素で冷やすことで、15分程度で達することがわかっている。今回開発したホルダについても同様の措置ができるワークステーションを開発することで、実用的な時間で温度を冷却することが出来るだろう。

図2. 2. D-1-7は、実際に50 Kの温度で撮影されたときの画像である。下の図をみると、クライオポンプが停止している場合に構造を保って撮影できていることがわかる。上の図は、クライオポンプが動作している場合である。6 msec/frameという速度でもドリフトによるボケが生じていることがみてとれる。このボケ量は約10pixel程度であることから、400 nm程度のボケを示していることから、 $400 \text{ nm} / 0.006 \text{ sec} = 64 \mu\text{m}/\text{sec}$ に対応している。これが最大に近い。単振動ではないが、振動しているので、安定しているフレームではピクセル程度に留まっている。一方で、クライオポンプ停止時には、ほとんどの場合に1 nm/sec以内で停止している。

振動巾は、クライオポンプの動作時で、最大で当該視野(15.4  $\mu\text{m}$ )の1/20程度であり、10  $\mu\text{m}$ 程度の中である。クライオポンプ停止時には、ほとんどの場合、400 nm以内におさまっている。ただし、時折、大きな振動が入ることがあり、今後の改善となる。想定している問題は、電子顕微鏡本体に対して、クライオホルダの重量があるために、外部からの振動や音波等により電子顕微鏡が振動する場合に、クライオホルダが置いていかれることが理由であろう。現状は大気圧のみで、電子顕微鏡と接続されているため、今後、ホルダとして電子顕微鏡を能動的に結合させれば、より安定されることが想定される。

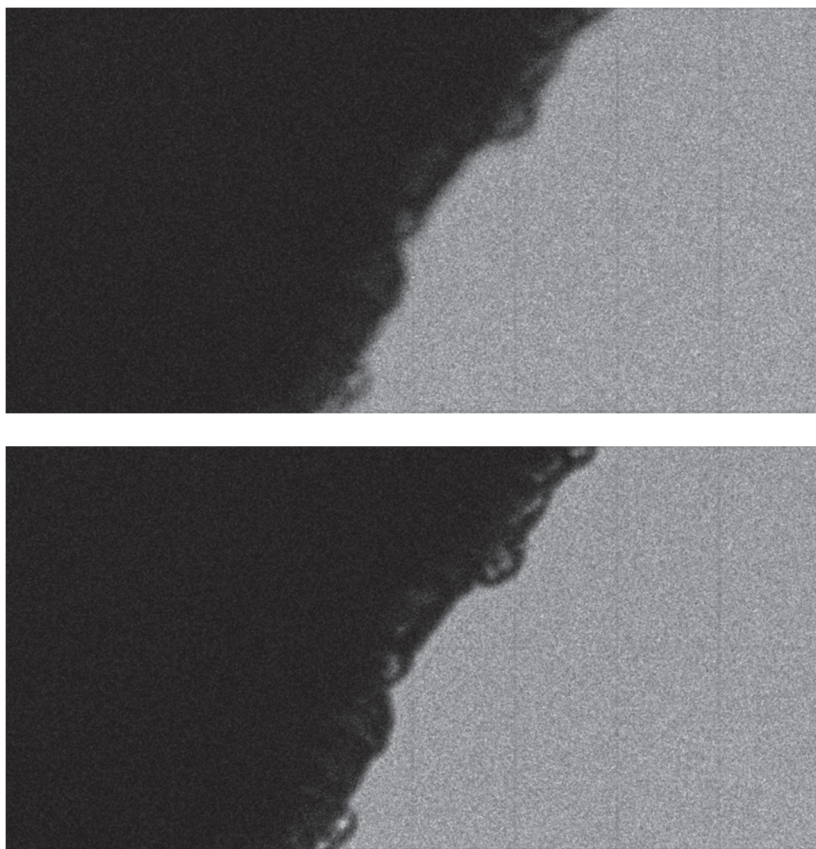


図2. 2. D-1-7 当該ホルダで撮影されたグリッドの透過電子顕微鏡像。50Kの温度での撮影状況で、倍



率25 K(40 nm/pixel)で、6 msec/frameの高速カメラで撮影された画像。全視野が $31\mu\text{m} \times 15.4\mu\text{m}$ で撮影されている。上段:クライオポンプが動作しているときの内、ボケが大きい事例の1枚の画像。下段:クライオポンプを停止したときの画像である。

クライオポンプを停止した場合に、 $\sim 1\text{K}/\text{分}$ 程度で温度変化があるもののそれによる温度ドリフトはほとんど観られない。したがって、高速カメラを用いれば、今回の試作品でも像の撮影が可能であり、また、クライオポンプを停止することにより、安定的に撮影できることがわかった。以上の点から、クライオホルダのための要素技術として、冷媒を用いず、自由な温度で観察できる共通ホルダのための技術要素が整ったと結論付けた。

#### 【まとめ】

共通ホルダに、透過電子顕微鏡用の試料グリッドを装着して観察できることがわかり、走査電子顕微鏡と透過電子顕微鏡の間で、共通ホルダの絶対座標系を使った対応が可能であることとなった

水系試料の凍結試料を用いることで、大気等による試料劣化しない試料観察が可能な日本電子社製の電子顕微鏡クライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ(50-100 Kの温度可変型)を開発した。結果として、クライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダは、50-室温の範囲での温度可変(1 K以内)が可能であることがわかった。ただし、室温から50 Kまでの温度下降には1時間以上必要であった。試料ステージのドリフト量は、クライオポンプ動作時:約 $0.1\text{--}100\mu\text{m}/\text{sec}$ 、クライオポンプ停止時:1 nm以下/sec)であることがわかった。クライオポンプ停止時には、振動は停止し、50 Kで停止した場合には、温度計測部位で、 $\sim 1\text{K}/\text{分}$ 程度での温度変化があるものの、数秒の撮影に際しては、ドリフトは特に観察されなかった。

## 2. 2. D-2 測定位置精密位置合わせ技術の開発(研究課題2-2)

#### 【目標】

ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、光学顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡による評価で、観察や計測による試料ダメージを軽減した状態で分散されたナノ粒子試料のパターンが $3000\text{ nm}$ 以下の精度と同一視野の保証のためのフィンガープリントとして利用できることを示す。また、上述のマーカ配置の方法を取り入れて、同一試料であることを保証する手法を提案する

#### 【成果】

同一視野を撮影するために、蛍光ナノビーズ( $0.2, 0.5, 1, 3, 6\mu\text{m}$ )をシリコン基盤、アルミニウム基盤、および、炭素基盤の上に展開する手法を提案した。蛍光ナノビーズは、電子顕微鏡(SEM, TEM)および光学顕微鏡(蛍光顕微鏡含む)で観察することができる。ナノ粒子がランダムに分散していることから、その分散パターンにより、同一試料であることを決定できることとして提案(図2. 2. D-2-1)した。本事業では全体のフローを統合したシステムではないが、フローの各ステップが実施できる事は示した。

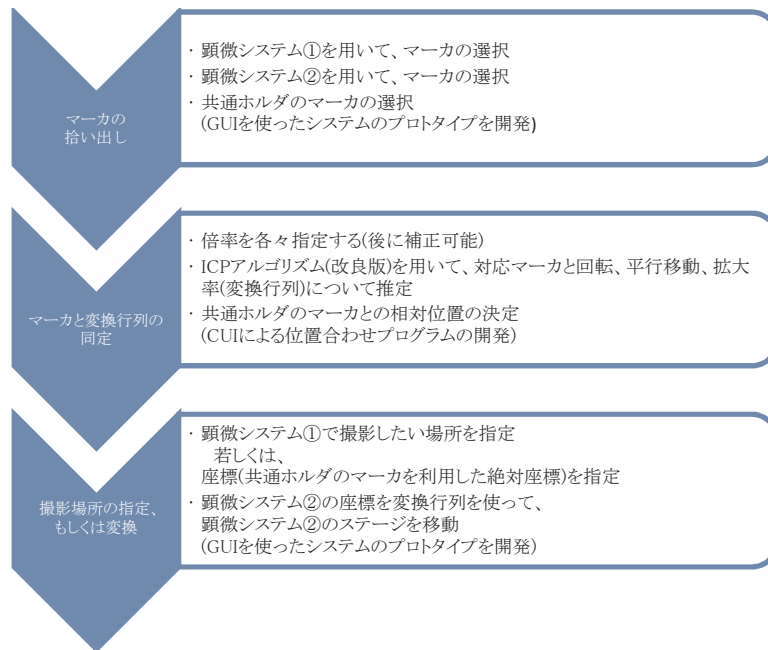


図2. 2. D-2-1 同一視野を撮影するための全フローを示したもの。マーカの拾い出し、マーカと変換行列の同定、そして、撮影場所の指定によるステージ移動の3つの流れを示している。その後、撮影／計測等を行う。今回の事業で、それぞれのステップ毎に開発が行われた。

第1に、同一視野上に出来る限り分散した蛍光ナノ粒子をマーカとして利用するために、分散度の高いナノ粒子の分散条件を探索した。その結果、アルミニウム基盤、シリコン基盤、カーボン基盤上のいずれとも、凝集物が少なく、基板上に展開出来る条件(メタノール添加した溶媒)を見いだした。図2. 2. D-2-2に示す。

この蛍光ナノ粒子の分散パターンはランダムであるので、各試料ステージで異なる。このステージ毎の違いは、試料の違いを示すものであり、逆に言えば、同一試料、同一視野であることを保証するフィンガープリントとしての役割を果たす。

特に、図2. 2. D-2-3、図2. 2. D-2-4で示したように、どのような粒子配置や粒子数であっても一定数以上の点数が存在すれば、例えば粒子の欠落があったとしても、位置合わせが可能であり、そのパターンから同一性を保証できるといえる。分散したナノ粒子を用いたフィンガープリンティングが可能であることを示したといえる。

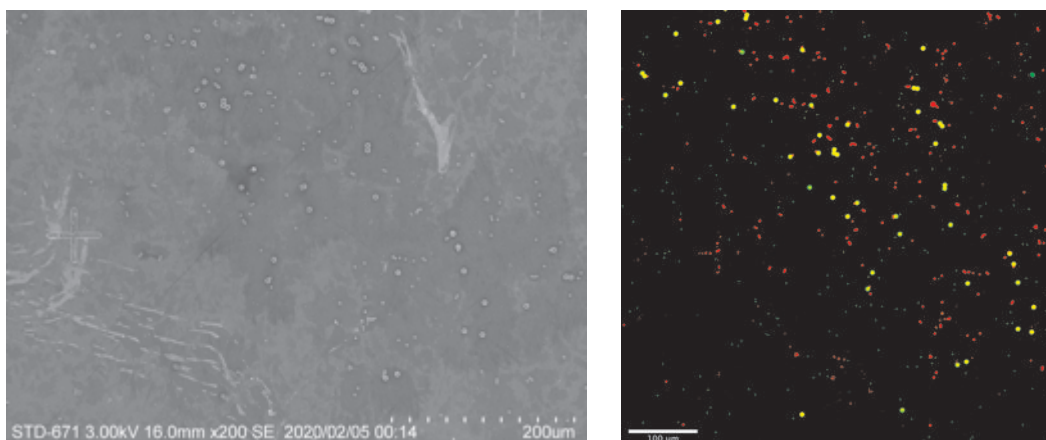


図2. 2. D-2-2 試料の同一視野のSEM画像(左)と蛍光顕微鏡像(NYO500/YG1000/NYO3000/YG6000)(右)。一番大きい6μmのビーズの配置が対応しているのが分かる。



図2. 2. D-2-2を比較すると、確かに2つの同一視野を撮影できていることがわかる。これらのビーズを用いて、位置を決定するためのプログラムセットを作成した。現時点では、蛍光顕微鏡像に関しては、蛍光ビーズの位置の自動抽出に成功している。電子顕微鏡に対しては、完全な自動抽出は困難であるが、次に示すGUIシステムを使い、手動で選択することでビーズ位置を捕獲することが出来た。それぞれの倍率と座標位置の入力することで、その入力点の位置や数が異なってもその対応点を探索し、その間で倍率補正、平行移動、回転移動のための変換行列を導出するプログラムを開発した(図2. 2. D-2-3)。ここで示されたように、ほぼピクセル以内に完全に合わせ込むことが可能であった。これらのプログラムは、OSDN上に公開した。

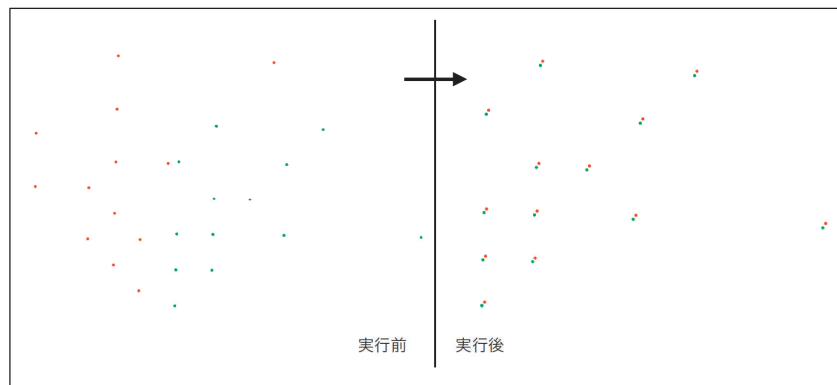


図2. 2. D-2-3 開発したプログラム。赤点と緑点の位置を自動的に対応点を検索し、平行移動、回転移動を行い、その変換行列を求めている。ICPアルゴリズムを改良して作成した。図がズれているのは、赤と緑を示すためにずらしているためである。

実際に、マーカを使って精度を計測した例を図2. 2. D-2-4に示す。電子顕微鏡制御も伴うため、serialEMという汎用・無償で利用できるソフトウェアを使って、その精度を確かめた。

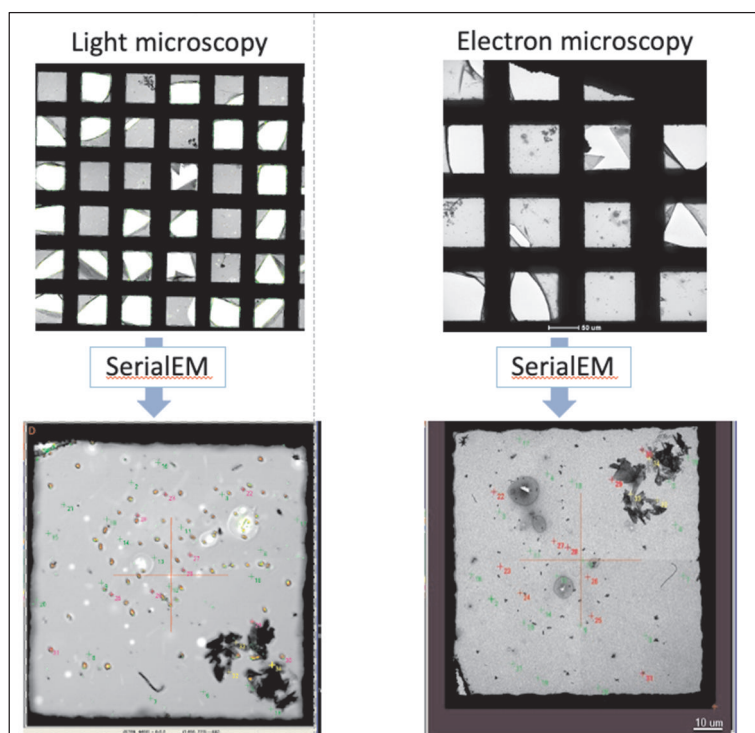


図2. 2. D-2-4 蛍光顕微鏡と電子顕微鏡の間の同一視野撮影用に利用した画像の例。この場合は、開発したソフトウェアではなくserialEMを用いた。これは、電子顕微鏡制御まで行うことが出来るためである。

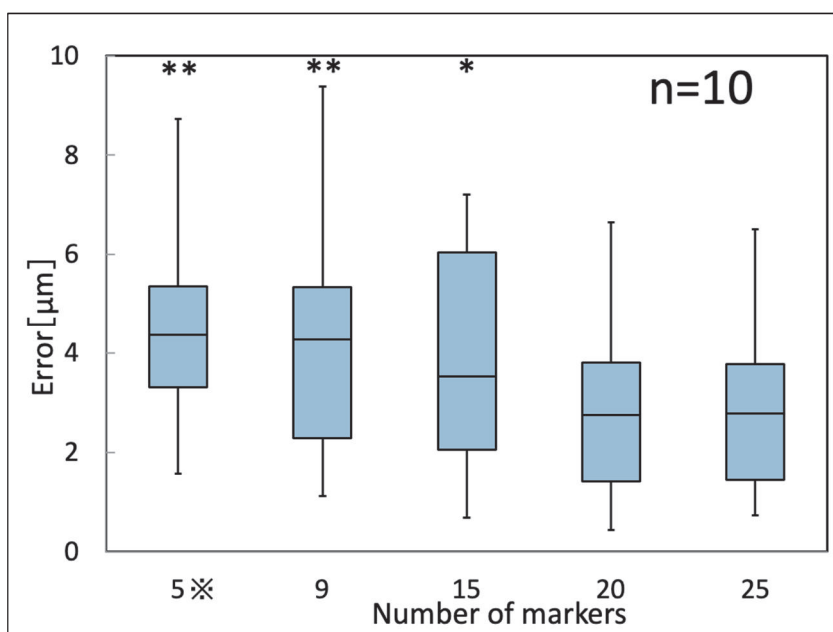


図2. 2. D-2-5 選択したマーカ数とそれから予測された位置の精度(100倍の蛍光顕微鏡像と30K倍の電子顕微鏡を利用)した。この精度は、ステージの機械制御も含めたものであり、電子顕微鏡で指定された画像位置に移動した際に、目標物がどの位ずれていたかを示している。

図2. 2. D-2-5に示されたように、同一視野としては、ビーズを利用して試料ステージの機械的誤差も含めて、3 μm以内での精度で決定出来ている。現在、電子顕微鏡ステージの制御のためのバージョンアップを予定しており、それにより制御プログラムの作成が可能となる。今後、ステージ移動の誤差が少ない移動をトライすることで、さらに、ステージ精度を含めた誤差の低減を図ることが出来るであろう。

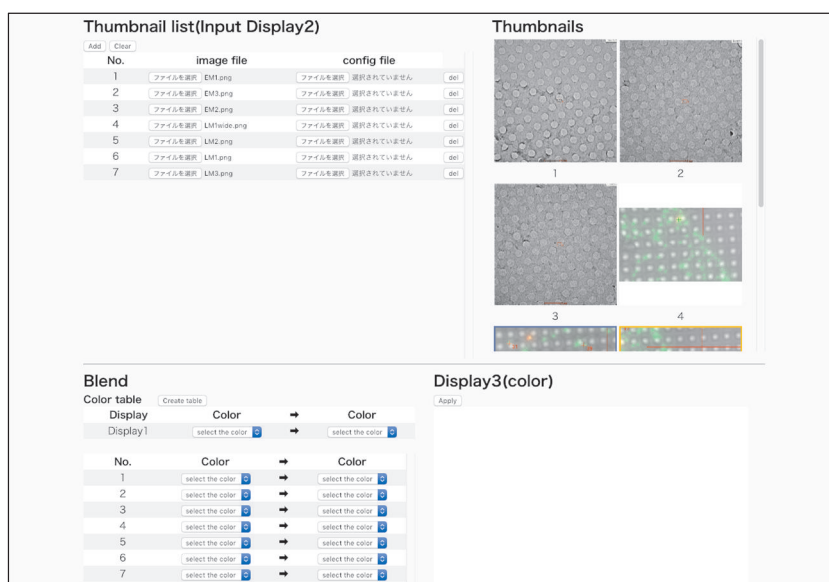


図2. 2. D-2-6 粒子像のピックアップと位置合わせ、画像の重ね合わせを行うためのシステム。左上図は、入力された画像群を示しており、それぞれの画像の情報をconfigファイルとして指定できる。左下図の画像選択を用いて、対応する画像を選択し、異なる色で表示することで、実際に同一試料、同一視野であることを目視で確認することが出来る。実際に表示したものが右図である。

最後にこれらの精密位置合わせを支援するシステム(図2. 2. D-2-6)を作成した。本システムでは、現在、それぞれ異なる計測システムで観察された画像を、変換行列を用いる事で、重ね合わせが可能である。この重ね合わせ図を使って、目視でも、2つの試料が同一視野で同一試料であることを確認できる。それぞれの対応マーカの一致度に関しては、図2. 2. D-2-3で示したソフトウェアを用いて、計算し、その類似度から同一性を保証できる。特に、2つの画像の間で、粒子像の欠落があっても、一致した粒子像同士のパターンから類似度を計算できる。今後、この類似度と利用したマーカ点数を利用した評価関数を作成する事が望ましいが、当初の目的であった、同一試料保証の手法を提案できたといえる。

#### 【まとめ】

さらに、ナノ粒子を用いた試料分散基材を開発し、光学顕微鏡、電子顕微鏡(TEM,SEM)で観察を行った。その結果、ナノ粒子試料のパターンを用いて、目的とした3000 nm以下の精度を実現した。異なる顕微鏡法でのマーカのパターン(異なる数値でも対応可能)の相対位置を合わせる手法を開発した。その成果として、OSDN上に公開した。同一視野の保証のためのフィンガープリントとして利用できることを示した。また、上述のマーカ配置の方法を取り入れて、同一試料であることを保証する手法を提案した

### 2. 2. 3 試料前処理技術の開発:均質な試料調製法とその評価法の開発(研究課題2-3)

#### (1) 目標

サイバー空間に集約された計測分析装置の測定結果をもとに統合解析を実施するためには、各種計測法にて利用される評価対象試料そのものの同一性が極めて重要であり、そのための試料調製法開発が課題となっている。複数の機器において同一試料の特性を評価することを想定すると、各種顕微計測における同一視野の確保と保証(研究課題2-2)で実施)に加えて、①ナノ材料等の均質分散液調製、②分散液の均質展開が、対象とする試料の代表性を確保する観点から重要となる。このため次の個別課題を実施する。

#### ① ナノ材料の液体中への均質分散法・評価法の確立

ナノ材料等の原材料を液中に分散する際、安定かつ均質な分散液を作製することは非常に困難である。ナノ材料間の相互作用の観点から凝集を防ぐために分散媒環境(pH等)の最適化は欠かすことができない。さらに顕微鏡用試料の調製においては分散液の均質性の確保だけでなく、分散液調製後の試料の安定性も重要である。

当課題ではこれらのナノ材料の液中分散に係る課題点を解決するため、ナノ材料分散に関与する様々な影響因子を抽出する。さらに調製されたナノ材料分散液を対象とした分散性・均質性の評価手法を検討する。

#### ② 顕微鏡用試料の均質試料調製法とその評価法の開発

ナノスケールの空間分解能を有する顕微鏡法は、ナノ材料の構造を識別することによって、一次粒子のサイズと形状や二次粒子の形態など、多様な情報を引き出すことができる。顕微鏡法の能力を最大限に活かすためには顕微鏡法に最適な試料の調製が重要である。調製試料にナノ材料の著しい凝集があった場合、粒子境界の識別の妨げや、粒子サイズ測定への影響、積層下部粒子の見え落としなどの障害が発生する。

そこで電子顕微鏡用には、従来法の課題を整理し、試料品質を左右する要因を確定する。また原子間力プローブ顕微鏡用には、表面展開試料品質の簡易評価法を確立する。滴下法ナノ粒子展開における試料の品質を左右する要因について、粒子密度の高さを重視しながら確定する。

#### (2) 実施体制

産業技術総合研究所 計量標準総合センターで実施

### (3) 成果

#### ① ナノ材料の液体中への均質分散法・評価法の確立

##### 1) ナノ材料分散に関する影響因子の抽出

##### 1)-1 文献調査による影響因子の抽出結果

ナノ材料分散に関する影響因子の抽出を実施する上で、本来抽出すべき影響因子の取りこぼしを防ぎ、課題における調査の質を客観的に評価することを目的とし、まずはGoogle scholar を検索エンジンとして、検索対象年度2014-2018年の5年間における関係論文の調査を実施した。すなわち、因子の抽出において見落としている評価パラメータがないかについて学術文献を元に検討することをまずの目的とし、文献として査読論文を対象として 約100報を選択し、これらの文献から分散に寄与するとされているパラメータの抽出を行った。本調査において最もヒット数が多い国は中国(16件)、マレーシア(9件)であり、次いでフランス・イギリス・韓国の6件である。図1に本調査に使用した論文の年度数を相対比率で表記している。また、調査論文の各年度相対比は2014年(7%)、2015年(7%)、2016年(14%)、2017年(35%)、2018年(27%)である。これらの論文から、抽出されたナノ材料分散に関する影響因子を整理した結果を図2. 2. 3-1に示す。

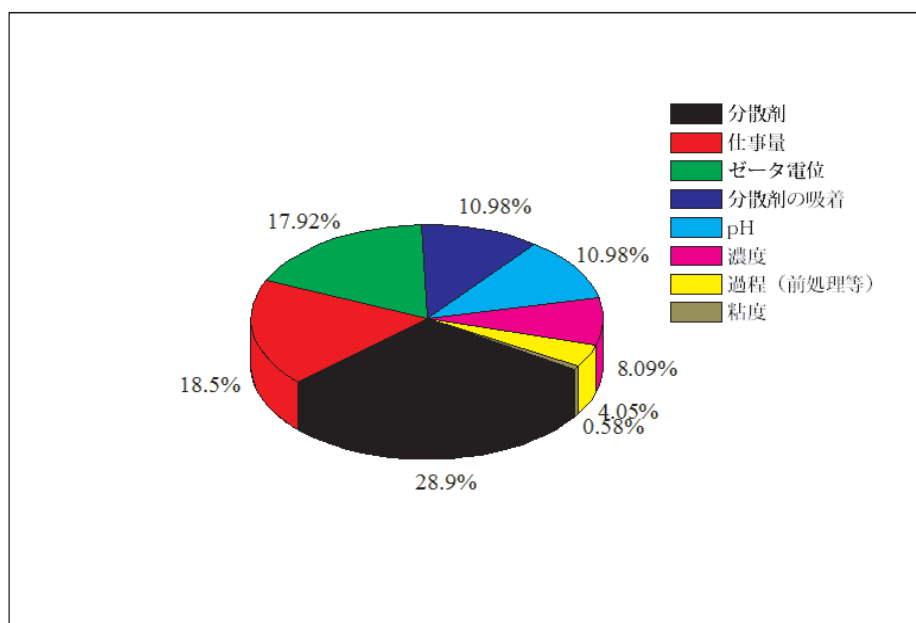


図2. 2. 3-1 調査した論文において議論されていた分散に係る必須検討要素の分布

調査の結果、論文として議論することができるように、ある程度定量的に数値化できる要素が議論項目とされており、実際の分散を行う際の経験的な要素などキーポイントの見落としがかなりの数含まれていることがわかった。学術論文のため、このような切り分けが困難であることが容易に推察することができることから、これらの抽出要素に実施やの経験的な重要要素を加え、影響因子を整理することとした。

##### 1)-2 フィッシュボーンダイアグラムによる影響因子の相関整理

図2. 2. 3-2に超音波分散装置を使用してナノ材料を分散する際に重要とされる要素群をフィッシュボーンダイアグラム(FBD)として整理した結果を示す。大要素としては実験者・環境・分散前処理・分散対象の構成・超音波分散装置・分散性/均質性評価とし、その中の小要素をそれぞれ前述の文献調査ならびに実施者の経験的な要素から抽出した結果をダイアグラム内にまとめた。図では特に文献調査に基づく要素を赤字とし、実施者の経験に基づく要素を黒字にて記載している。特に超音波分散装置については装置による依存性が非常に大きいと経験的に推察されることから、本ダイアグラムでは敢えて細

かく要素分類をし、照射方式・周波数・照射位置・仕事量の4要素を構成要素としてまとめて居る。また、分散試料が電頭評価を実施する上で妥当な試料であるかを判定するための要素として分散性・均質性評価の項目を立てている。この項目立てにはナノ材料関連企業が利用している評価法を調査し、国際共通的に評価すべき物理化学パラメータを整理し、調製されたナノ材料分散液を対象とした分散性・均質性の評価手法に関する評価パラメータを抽出し、濃度分布・粒子径分布・安定性の3項目として分類した。

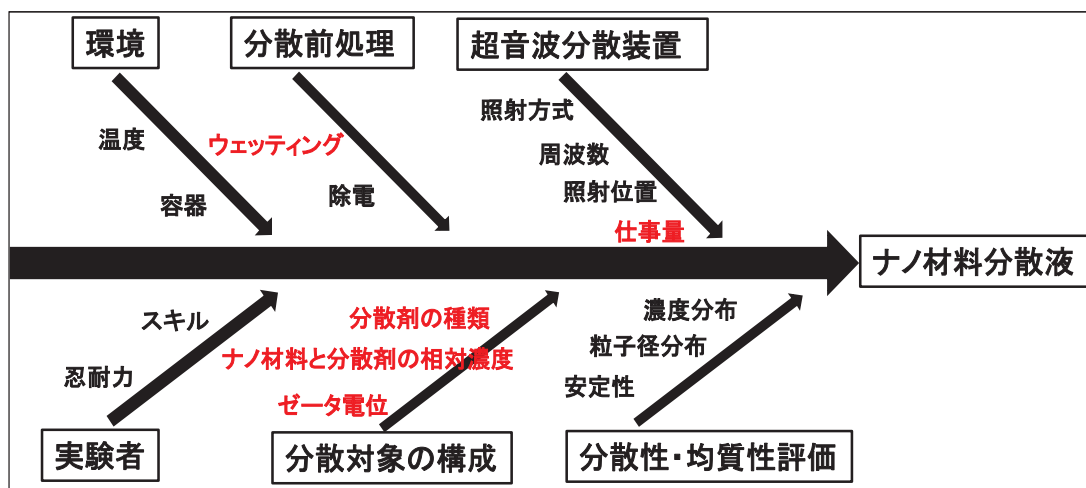


図2. 2. 3-2 ナノ材料分散液調製に係るFBD

## 2) カーボンブラックを例とした各種影響因子の相関評価

図2. 2. 3-2において作成されたFBDについて、カーボンブラックを例として、その各要素の相関性評価を一例として実施した。本例は他のナノ材料や物質と同様の考え方として取り扱うことが可能であるため、今後の図2. 2. 3-2において作成されたFBDの利用に一助を与えるものである。本評価における検討項目として、特にウェットイング・分散剤の種類・ナノ材料と分散剤の相対濃度・ゼータ電位・照射方式・周波数・照射位置・仕事量・濃度分布・粒子径分布・安定性をパラメータとし、その強度について検討を行った。

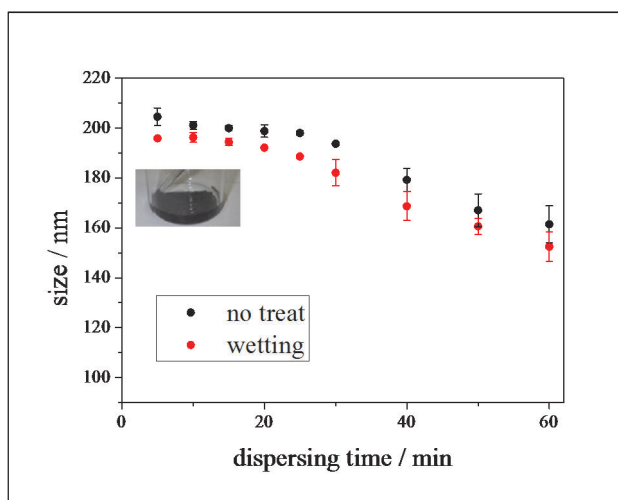


図2. 2. 3-3 ウェットイングあり・なしでのカーボンブラック分散性評価結果例 (ウェットイングはJIS6217-6の記載方法に準拠する)



図2. 2. 3-3はウェットニング操作あり・なしでのその分散に係る影響評価例を示している。図中に示されるようにJIS6217-6に記載されているウェットニング操作の実施の有無は、実はその分散操作においてはそれほどクリティカルな要素ではないことが確認される。すなわち、やや効果があるというレベルで、実際には分散操作に影響をほとんど及ぼしていない。また図2. 2. 3-4にはカーボンブラック分散試料における濃度分布の評価例を示した。分散初期では分散液の濃度が均質ではないため、濃度分布が生じて居るものの、ある程度分散することで、濃度分布がほぼなくなり、均質な試料が作製されていることを確認することができる実施例である。このように高さ方向の濃度分布評価は試料の完成度を評価するのに非常に意義のあるパラメータであることが確認できる。

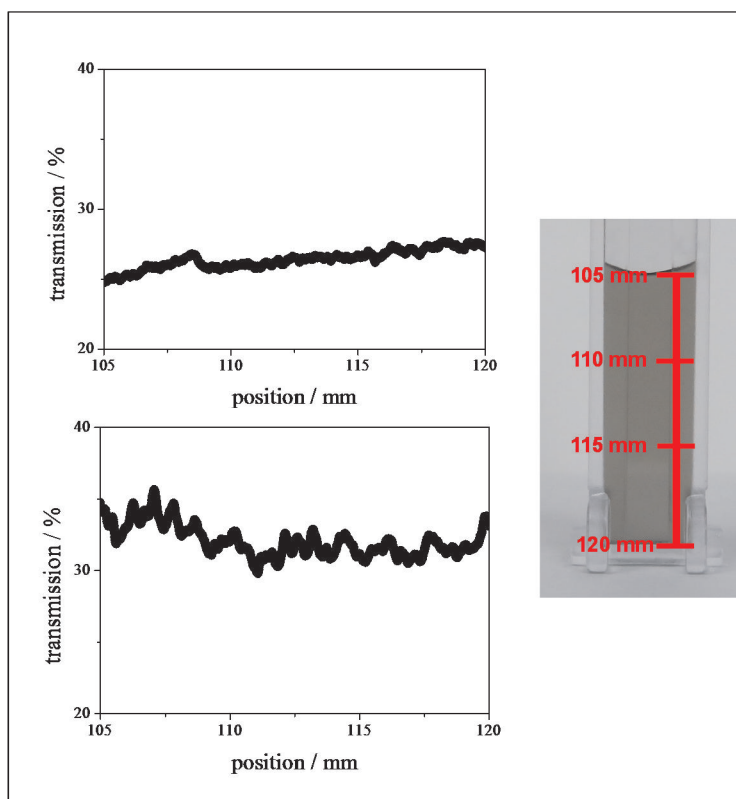


図2. 2. 3-4 カーボンブラック分散試料における濃度分布の評価例。  
 左上図：分散がほぼ完了している試料、左下図：分散初期の試料、  
 右図：左図におけるpositionの具体的な位置のイメージ

以上の結果を元に(他の評価結果は割愛する)、図2. 2. 3-2のFBDの強度の相関評価を完了した結果を図2. 2. 3-5に示した。図において確認されるようにカーボンブラックの分散については、特に超音波分散装置を構成する各要素の分散に対する影響が大きいことが容易に見て取れる。さらに分散対象の構成から、ナノ材料と分散剤の相対濃度も分散に関する重要要素であることが確認される。一方原末のウェットニングや除電操作などの前処理についてはその影響が低いことも確認できる。このように、ナノ材料の分散は、図2. 2. 3-2のFBDの強度の相関評価を抑えることで、注力すべき点を明確化することができ、ポイントとなる分散操作の強度を明快に使い分けられることが示された。

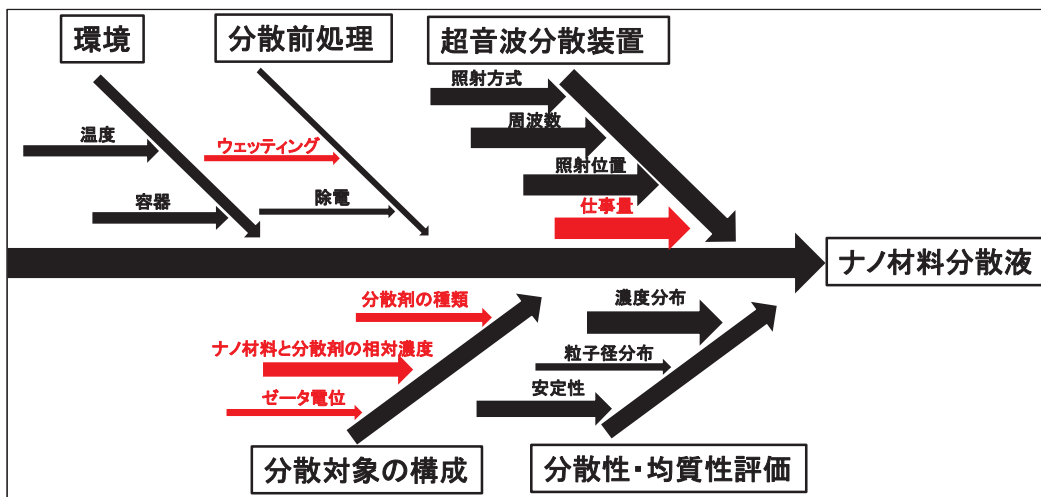


図2. 2. 3-5 カーボンブラック分散液調製に係るFBD(図中の線の太さは寄与率を示している)

## ② 顕微鏡用試料の均質試料調製法とその評価法の開発

### 1) 電子顕微鏡用試料の均質調製方法とその評価法の開発

微粒子分散液を基板上に滴下して乾燥し基板上に微粒子を展開する滴下乾燥法について、電子顕微鏡(EM)で観測するときの試料品質とは基板上的微粒子の面密度均一性である。そこで粒子展開の面密度均一性に影響を与える要因の抽出、および面密度均一性を迅速に評価する簡易評価法の開発を行った。

#### 1)-1 電子顕微鏡用調整試料の粒子面密度均一性とコーヒーリング形成

滴下乾燥法では微粒子のコーヒーリング形成(リング状集積)現象が通常発生する。この現象は溶媒蒸発が液滴の天頂部と辺縁部とで異なることによるもので、溶媒の流れとともに粒子が液滴辺縁部に運ばれて積層し、その結果リング状に堆積する。

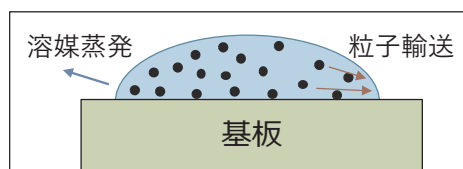


図2. 2. 3-6 微粒子分散液滴を滴下乾燥するときの微粒子の輸送現象

コーヒーリングの形成は顕微鏡による微粒子の個別識別を妨げ、顕微鏡観察試料の試料品質を劣化させる。その形成を試料調製時に抑制できる条件を探索した後に、はじめて滴下痕内部の粒子密度の均一性を探索する段階に進むことができる。

そこで粒子密度均一性の指標の評価方法として次の二段階とした。

- ・第一ステップ:液滴辺縁部に著しい粒子の集積(コーヒーリング)が生じないこと。

探索段階では、リングの有無判定に蛍光ナノ粒子と蛍光顕微鏡を使用できる。

- ・第二ステップ:液滴痕内に粒子が均一に展開され、二次粒子の境界が明瞭であること。

最終調整試料の粒子密度の均一性は電子顕微鏡で評価する。

基板滴下液滴を常温・大気圧で乾燥させる方法(自然乾燥法)を例に指標を検討した。

溶媒の蒸発時間は重要なパラメータの一つである。蒸発時間を短縮するため液滴の体積を減らした。マイクロシリンジ、マイクロピペットを用いて、数百  $\mu\text{L}$ ～数十  $\mu\text{L}$ の体積の液滴を滴下乾燥させた。図2.2.3-7は70 pLの微粒子(蛍光ポリスチレンラテックス球、直径50 nm)分散液滴をTEM支持膜上に滴下し、溶媒乾燥後蛍光顕微鏡で観測したものである。滴下痕にはコーヒーリングが検出され、指標の第一ステップを通過できなかった。これは、電圧引出型のインクジェット射出を用いて液滴体積を50 fLに減少

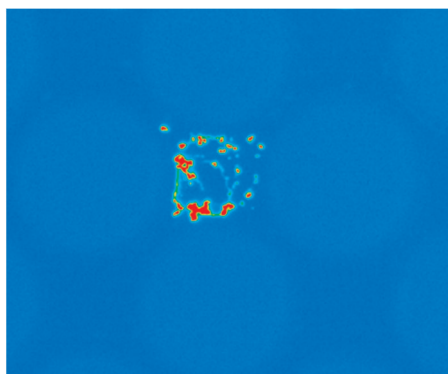


図2.2.3-7 微量分散液滴の滴下乾燥法によるリング形成。

させても改善されなかった。つまり液滴体積減少による乾燥時間短縮は有効ではなかった。

微粒子分散液の粒子個数濃度を減らしたときのリング部の粒子観察に与える影響を調べた。自然乾燥法ではリング形成が避けがたいものの、濃度を減らしていくと、リング部の粒子密度が次第に減少し、やがては電子顕微鏡で個別測定が可能となる。その濃度を臨界濃度とする。このとき仮に液滴中の粒子のすべてが液滴辺縁部に集積しかつ粒子が一列に隙間なく整列するものとし、これより高い濃度ではリング部の粒子に一部の重なりが生じて観測に不適な試料となるとする。臨界濃度は、液滴体積、粒子密度、液滴の広がりなどに依存する。パラメータを粒子の直径としたときの結果を示す。図の条件下の一つの例では直径100 nmの粒子が2513個リング状に整列する。このとき計測された粒子の数は、試料サイズがすべて同じであれば、統計のゆらぎの点では十分な量である。しかし試料サイズが各種あるようなサイズ分布を持つ場合は、この粒子数では不足する。したがって、個数濃度を抑制する本方式は、分布の広いサイズ分布を測定するときには不向きであり、多数の液滴痕を観察する必要がある。

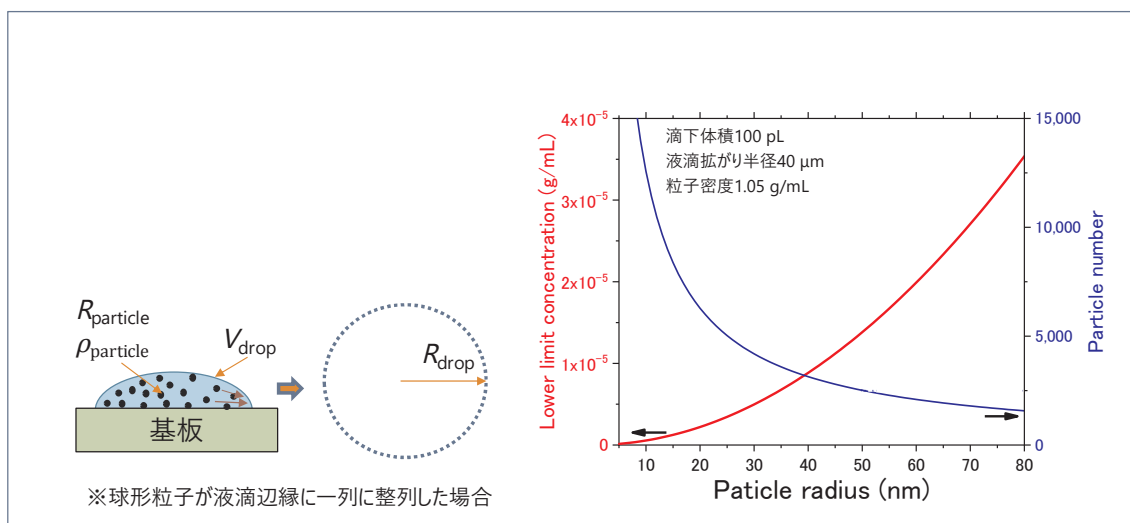


図2.2.3-8 粒子が液滴辺縁に集積する場合の臨界濃度と粒子数の粒子直径依存性

#### 1)-2 乾燥痕のコーヒーリング有無の簡易評価法の開発

粒子の大きさは、ナノ材料の場合、半数以上の粒子は最小寸法が100 nm以下であるためSEM観測には数万倍の高倍率が必要である。その一方滴下液滴が基板上で広がった滴下痕の直径は数十  $\mu\text{m}$  ~ 数 mmであるため、SEMでは千倍程度以下の広い視野が必要である。そのためSEMの一視野かぎりではコーヒーリング形成を判定することは難しく、滴下痕を多数のSEM視野に分割しそれらを合成して判定するため時間がかかる。

一方で第一ステップの指標は、コーヒーリングが形成されるような不適切な試料調製条件を見つけるためのものである。判定測定には、迅速性が求められ、必ずしも個々の粒径が測定できるような高分解能の性能は必要ない。

そこでコーヒーリングを迅速に判定でき、SEMに替わる手法を開発した。発光ナノ粒子を分散液に混合し蛍光顕微鏡で画像判定する手法である。

本手法により、滴下量、液滴の落下速度、基板表面処理を変えてもリング形成の判定ができた。下図に滴下量2  $\mu\text{L}$ 、0.2  $\mu\text{L}$ でコーヒーリングを検出した例を示す。

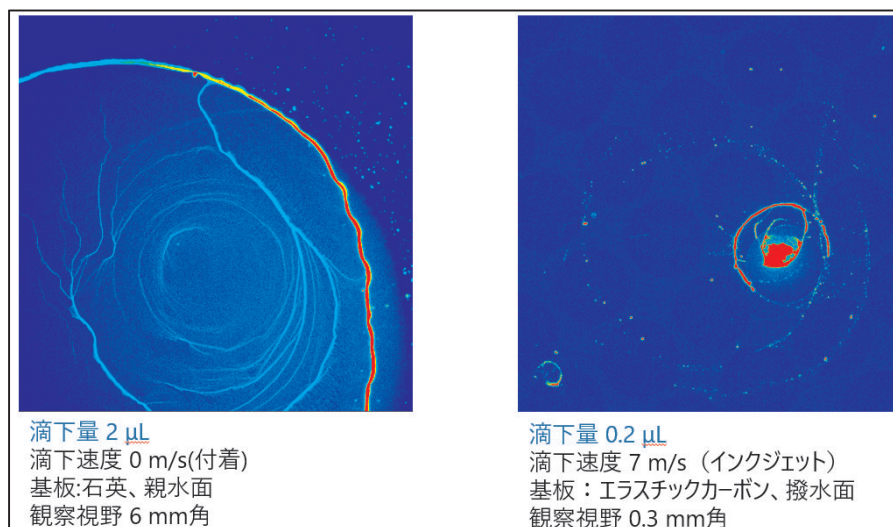


図2. 2. 3-9 ナノ粒子による形成コーヒーリングの可視化

コーヒーリングの形成は凍結乾燥法を用いて抑制できる。この方法では、溶媒の凝固点以下に冷却した基板を用い、分散液を滴下後凍結し溶媒を乾燥除去する。これによりステップ1のコーヒーリングフリー条件を満たした。さらに液滴の体積、基板の温度、溶媒の種類や濃度、基板の表面処理などを微調整し、第二ステップの液滴痕内の粒子分布均一性を制御する条件を探索する。



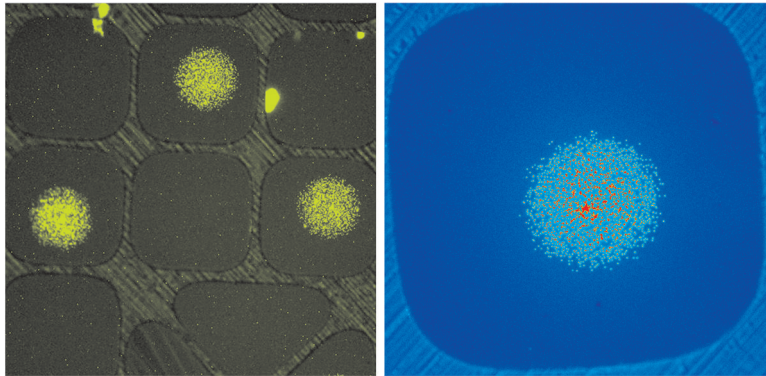


図2. 2. 3-10 凍結乾燥法による基板上への蛍光ナノ粒子の展開。  
 粒子の展開がそれぞれ、均一分布条件のとき(左)、  
 滴下中心に集積する条件(右)のとき。メッシュピッチ300 $\mu\text{m}$ 。

#### 1)-3 カーボンブラック試料の調製とTEM観察

実用工業材料であるカーボンブラックを用いて、均質試料調整法の検証を開始した。試料分散液は課題2. 2. 3-①で調製したものをを用いた。試料調製条件は図2. 2. 3-10(右)を用いた。TEM 120 kV観察を行い、8 $\times$ 8画面に視野分割撮影を行った。画面全域でカーボンブラック粒子の著しい凝集は見られなかった。いくつかの粒子凝集体は一次粒子が凝集した二次粒子と見られた。本調製条件では、液滴痕内の二次粒子の構成を観測でき、また十分多くの粒子を測定できてサイズ分布測定も容易である。

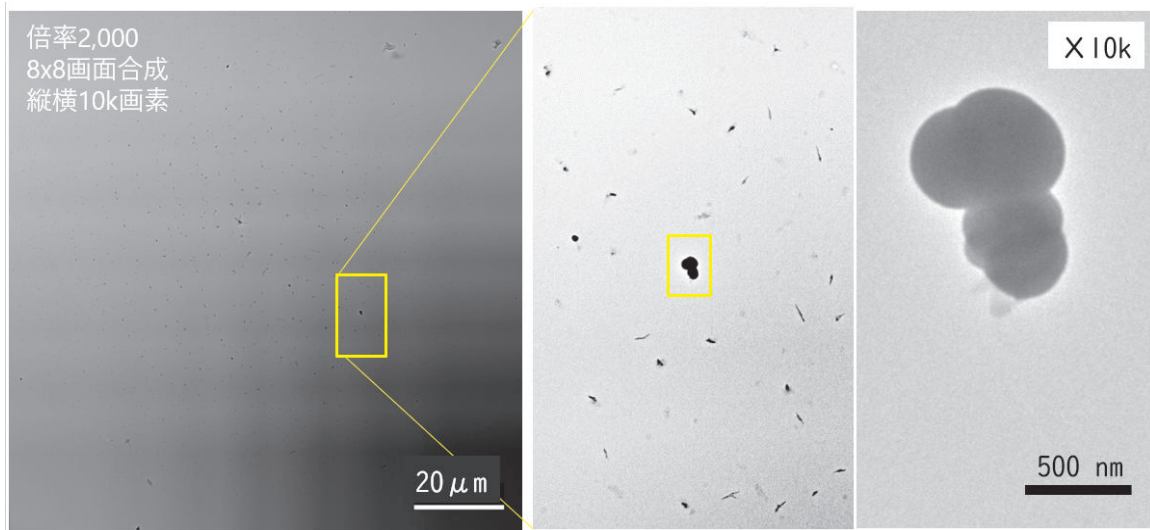


図2. 2. 3-11 カーボンブラック分散液試料の凍結乾燥調整試料のTEM撮影像(120 kV)

#### 1)-4 試料品質に影響する因子のFBD

ナノ粒子分散液を基板上に展開するときの試料品質に影響する因子を4要因にまとめたFBDを図2. 2. 3-12に示した。分散液の滴下の因子では、基板温度と表面状態の影響が大きい。分散液の乾燥の因子では、凍結乾燥法の選択が重要である。調製分散液の因子は課題2. 2. 3-①による。試料展開の品質評価法の因子における検出感度は迅速性に関わり、実務的にも重要である。

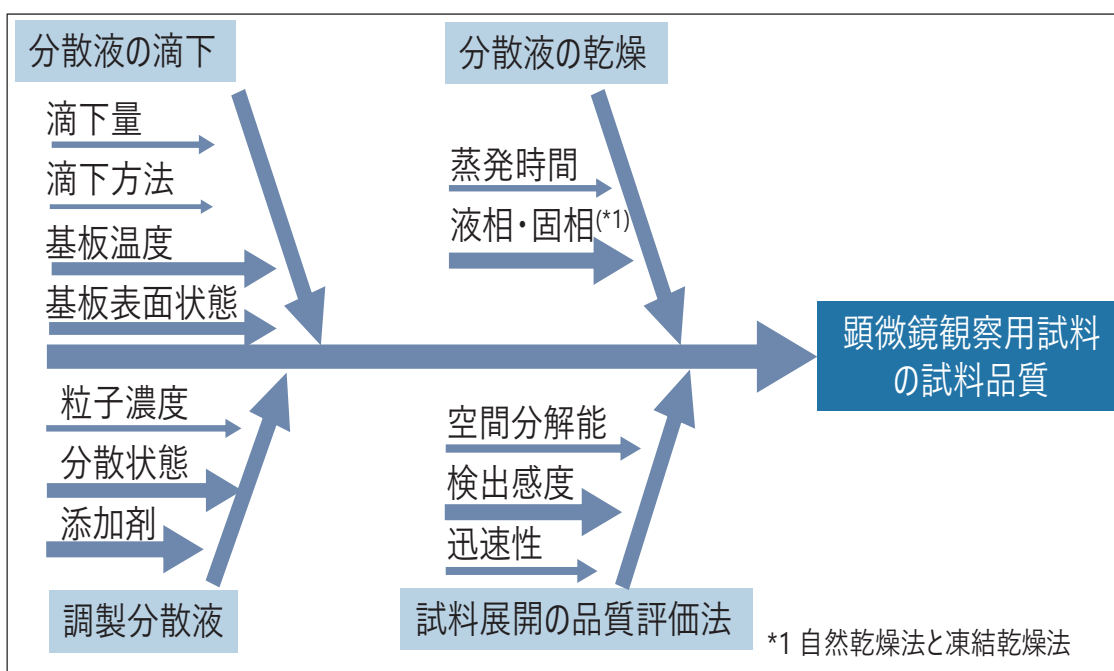


図2. 2. 3-12 ナノ粒子分散液を基板上に展開するときの試料品質とその4要因

SEM/TEMは、粒子のサイズ、形状、二次粒子中の一次粒子の数、など多数の情報を得ることのできる有用な方法である。アンサンプル計測手法と相補的な役割を持つメリットもある。それらのメリットを引き出すためには、微粒子を均一展開して全数計測することが重要である。そのためには凍結乾燥法による試料調製方法が有効であることを示した。

## 2) 原子間力顕微鏡用試料の均質調製方法とその評価法の開発

### 2)-1 原子間力顕微鏡用基板展開試料に求められる要件

原子間力顕微鏡(AFM)に限らず、顕微鏡による観察で試料の全体像を解明するには、観察が容易で均一性の高い基板展開試料を作成することが必須である。AFMでの最良のナノ粒子基板展開法を開発すべく、まずは「ナノ粒子をAFM計測用に基板展開する際の試料品質のFBD(fish-born diagram)」を作成した(図2. 2. 3-13)。以下ではまず、分散液の散布方法を検討する。

原子間力顕微鏡(AFM)と電子顕微鏡によるナノ粒子計測を比較すると、前者には高さ情報が手に入る利点がある一方で、撮像に時間がかかるという欠点がある。高解像度の撮像に1枚あたり数10分の時間を要するAFM用の試料には、視野にたくさんのナノ粒子が入っていること、すなわち高密度であることが求められる。しかし、凝集や堆積があれば正しい測定ができないのは電子顕微鏡の場合と同じであり、高密度でありながら粒子を孤立させられる基板展開法が必要だ。また、透過電子顕微鏡(TEM)の場合(TEMグリッド上に展開)と異なり、シリコン基板上への展開が前提となる。

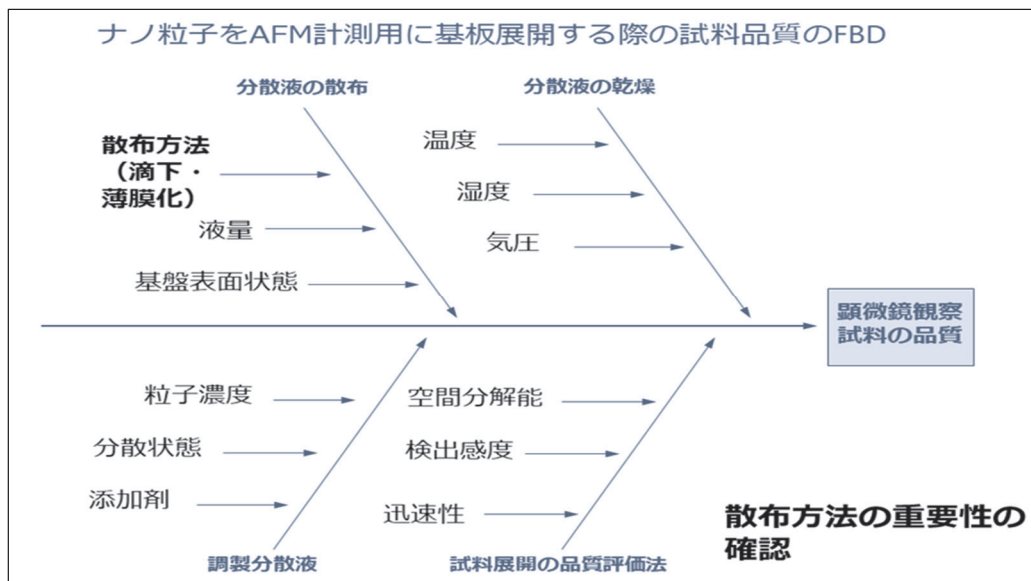


図2. 2. 3-13 ナノ粒子をAFM計測用に基板展開する際の試料品質のFBD

以上の特性を兼ね備えた基板展開法として、以前から開発を行ってきたサンドイッチ凍結乾燥法を本研究では採用した。凍結時に速やかに凝集するナノ粒子を、分散液中の孤立状態を保ったまま凍らせるため、2枚のシリコン基板に挟んで薄膜とした状態で上下から低熱源に接触させる。こうすることで、熱交換や熱伝導の時間が劇的に減少し、凝集する時間を与えずに凍結させることができる、低温を保ったまま基板を剥がして凍結膜を露出させ、真空中で水分を昇華させれば、基板上にはバラバラのナノ粒子が展開される。

サンドイッチ凍結乾燥法展開試料においても、基板上の位置によって粒子分散の品質(バラバラさと密度)が異なる。また、展開法の各種パラメータによって、品質がどう変わるかを評価することで、展開法を改善できる。したがって、試料展開の品質評価法(FBDの該当部分を参照)が重要となる。次節では、その検討を行う。

## 2)-2 白色光斜上照射暗視野顕微法

前節の繰り返しになるが、AFM計測には膨大な時間を要する。そのため、AFM用試料の評価にあたっては、AFM自体ではなく、より速い測定法を用いることが実用的な試料展開法開発のためには必須である。本研究では、走査電子顕微鏡(SEM)と光学顕微鏡を援用した。SEMは、AFM計測前の最終チェックに用いるためのもので、最初のスクリーニングには光学顕微鏡による白色光斜上照射顕微法を用いる。以下でその原理を述べる。

ナノ粒子展開基板の斜め上から白色光を入射し、真上から散乱光を観察する。粒子が載っていない部分は入射光を全部反射するから暗く見える。巨大凝集体は光を乱反射するから白く見える。粒子分布に規則性があれば干渉が見えるだろう。

それでは、ナノ粒子や少数凝集体がランダムに分散している場合にはどうなるか。その場合には、像の明るさは個々の粒子や凝集体からの寄与の和になる。粒子からの散乱は、小さなナノ粒子ならRayleigh散乱、大きめのナノ粒子や小規模凝集体ならRayleigh散乱に近いMie散乱で近似できる。

「ナノ粒子」の領域を若干超える程度の大きさまで(シリカ球の場合だと粒径400 nm程度まで)の粒子や凝集体には、散乱角によらず短波長ほど強く散乱する性質が残る。これを「Rayleigh様散乱」と呼ぼう。



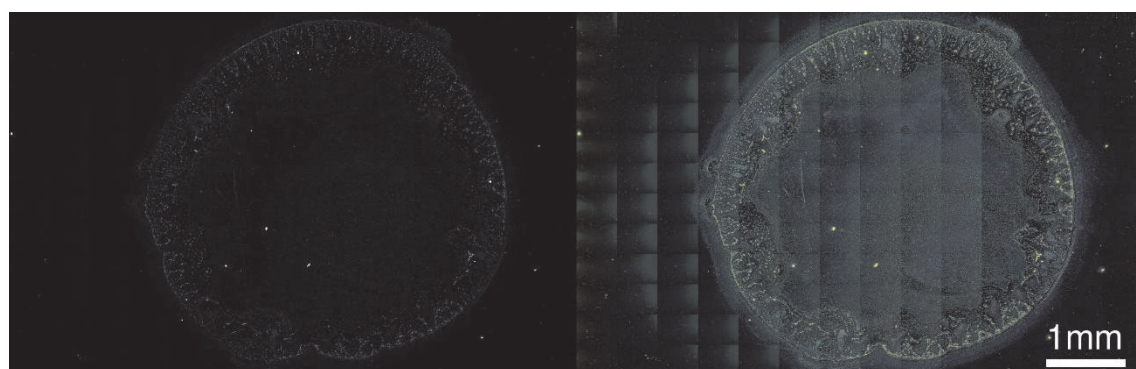
Rayleigh様散乱する粒子がランダムに孤立展開された基板に白色光を斜上照射して上から見ると、領域全体が青く面発光しているように見える。しかし、かなり大きな凝集体(400 nm径シリカ相当)まで同じことが起こるので、「青く面発光する領域」をさらに選別する必要がある。

Rayleigh様散乱する「粒子」でも、シリカ球相当粒径が100 nmを超えると、Rayleigh散乱ではかなりの強度があった側方散乱が急激に減少し、無視できるようになる。そのため、真上から光を当てる通常の反射像では光量の減少はない。一方、それ以下の粒径の「ナノ粒子領域」では、側方散乱が無視できず、落射反射像で見かけ上の吸収が生じて暗く見える。分散媒残渣等による本物の吸収があることも考えると、「白色光斜上照射暗視野顕微鏡法で青く均一に面発光し、反射像では均一な吸収が見える領域が、ナノ粒子が高密度に孤立分散している箇所となる」という結論となる。

## 2)-3 良好領域探索の実際

試料の基板展開にはサンドイッチ凍結乾燥法を用いる方針であることはすでに述べたが、まずは比較のため、滴下法展開試料を白色斜上照射暗視野観察してみる。

シリカ2峰分散液(100 nm径0.002 g/L, 50 nm径0.001 g/L)1 $\mu$ Lをシリコン基板に滴下し自然乾燥させた試料の白色斜上照射暗視野像は、**図2. 2. 3-14**の左図のようになる(多数の顕微鏡像をつなぎ合わせて大面積表示を行っていることに注意)。これでは巨大凝集体が白く光っているところが邪魔をするなどしてよく分からないので、各ピクセルの青からのずれを強調し、強度を対数表示する処理(詳細は付属の手順書を参照されたい)をおこなった「青色平坦領域強調画像」が同右図になる。



**図2. 2. 3-14** シリカ2峰分散液 (100 nm: 0.002 g/L, 50 nm: 0.001 g/L) 1 $\mu$ L滴下展開試料の  
(左)白色 光斜上照射暗視野像 (右)その青色平坦領域強調画像

強調画像の方を見ると、暗く青く光って見える良好分散領域はあまり多くない。その内部を反射像で見ると、「見かけの吸収」がある領域はさらに少ない(そのわずかな領域をAFMで観察してみると確かにナノ粒子がバラバラに分散している)。

一方、サンドイッチ凍結乾燥法展開試料(100 nm径25 g/L, 50 nm径12.5 g/Lのシリカ2峰分散液100 nLを展開)の場合が**図2. 2. 3-15**になる。

青色平坦領域強調画像の上と左の端で黄色く光って見えるのは、反対側の基板端からはみ出して積層乾燥した領域で、その内側に青く光る領域が見える。その中の青白い部分には青以外の散乱が大きな大凝集体が多いことになるので、暗く青く光る領域が良好分散領域の候補となる。滴下法のときと比べると、候補領域がかなり広いことが分かる。

候補領域の反射光学顕微鏡像は、たとえば**図2. 2. 3-16**の左のようになる。AFMの付属顕微鏡なので、視野の右側が影になって暗いことに注意する。右隣の疑似カラー表示と比較すると分かりやすいが、反射像には縦にひび割れた暗い領域(疑似カラー表示で黄色くなった、中央やや左寄り部分)が存在する。この暗さが「見かけの吸収」を表し、領域に高密度のナノ粒子が孤立分散していることを示唆する(ここで

は吸収がある部分とない部分の区別がつきやすいように「ひび割れた部分」を例示したのであって、実際には広い面積均一に吸収のある領域もある)。その中心をAFM計測してみると、一番右の図に示した形状像が得られ、良好分散していることが分かる。

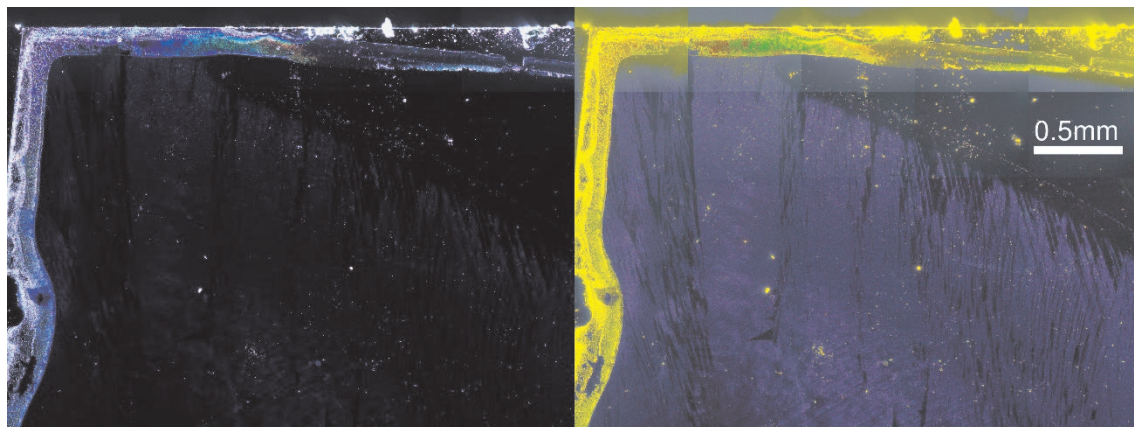


図2. 2. 3-15 シリカ2峰分散液(100 nm:25 g/L, 50 nm:12.5 g/L) 100 nLサンドイッチ凍結乾燥法展開試料の(左)白色光斜上照射暗視野像 (右)その青色平坦領域強調画像

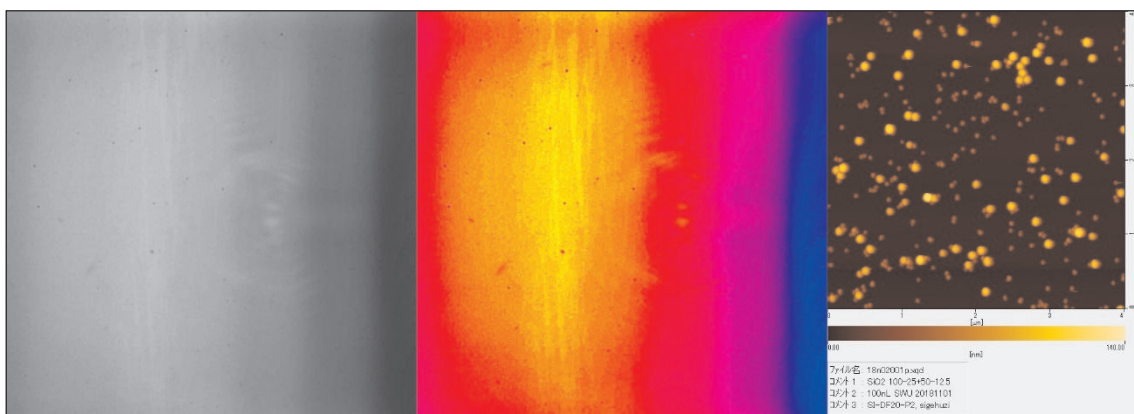


図2. 2. 3-16 ナノ粒子分散領域の(左)反射光学顕微鏡像  
(中)その疑似カラー表示、(右)光学顕微鏡像中心のAFM形状像

以上、ナノ粒子良好分散領域を探索する手順をシリカ2峰試料の例で説明した。同時にサンドイッチ凍結乾燥法基板展開が、滴下法にくらべて質的に良好な高密度孤立分散を可能にすることも示された。

#### 2)-4 具体的応用としての、カーボンブラック試料の計測

今回開発に用いた手順では、白色光斜上照射暗視野像の解析から候補領域を見つけたのち、SEMでその領域をざっと観察して、AFMで観察すべき領域を絞り込む。光学顕微鏡観察で差が分かるには「見かけの吸収」計測の場合でも100 nmを超える凝集粒径が必要で、ナノ粒子の分散状況が最良の領域と若干の凝集がみられる領域を光学計測だけで区別するのは困難だからだ。SEM計測を含む計測・解析例を、①で液中分散されたカーボンブラックナノ粒子190116Aの場合で示す(図2. 2. 3-17)。



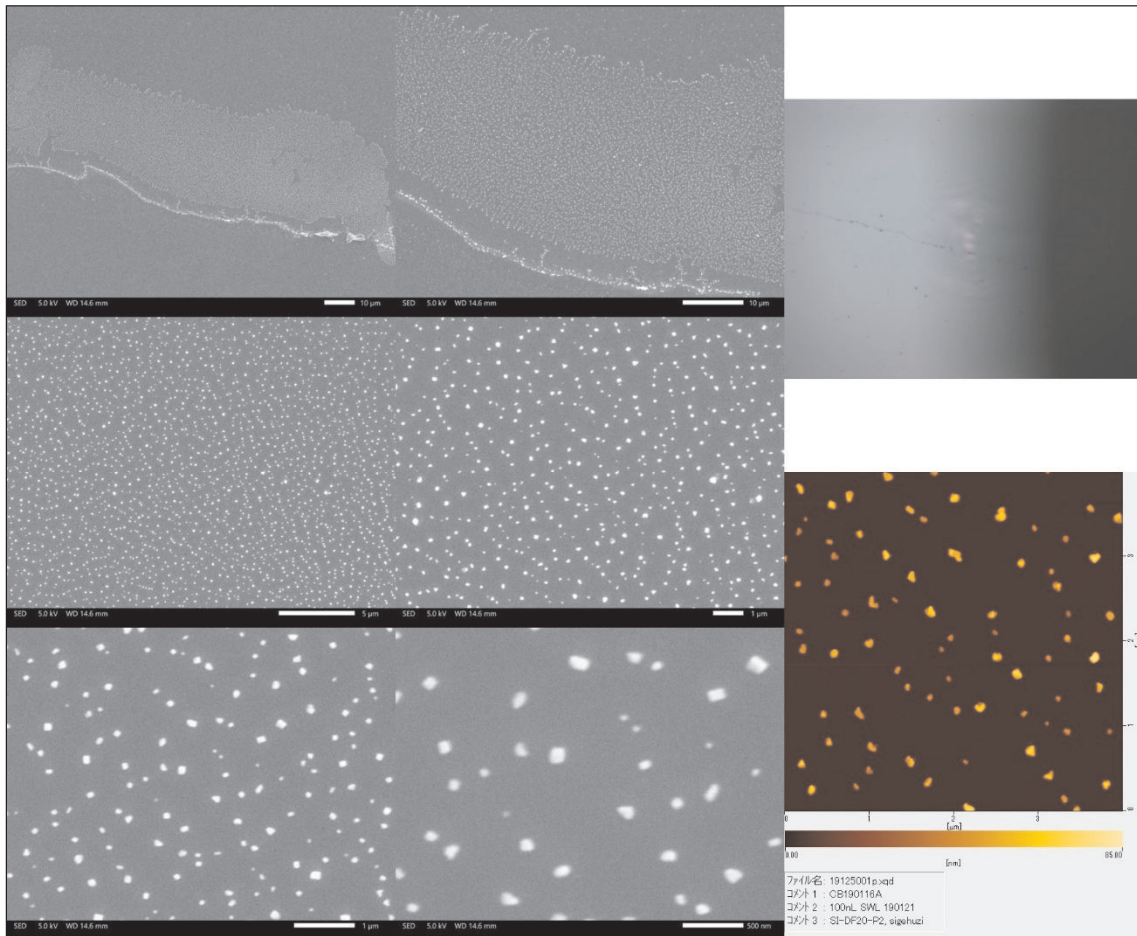


図2. 2. 3-17 カーボンブラック190116A分散液100 nLをサンドイッチ凍結乾燥法で展開した基板で、良好分散を白色光斜上照射顕微鏡法で推定した領域の各顕微鏡像  
 (左) 各種倍率SEM像、(右上) 反射光学顕微鏡像、  
 (右下) SEM観察で良好分散性を確認した地点のAFM形状像

白色光斜上照射暗視野顕微鏡法で良好分散が予想される領域をSEMで観察する。SEMは光学顕微鏡程度からAFMと同領域まで広い範囲の倍率で計測ができる。しかも、AFMに比べるとSEMの1視野あたりの撮像時間は数10分の1である。そのため、SEMは、光学顕微鏡とAFMの中間位置で試料評価を行うのに大変適している。その利用により、試料作製からその評価までのフィードバックを高速化でき、今後の基板展開法の改良と光学顕微鏡による評価方法の改善により、光学顕微鏡のみによるAFM用試料評価を実現するのに役立つと予想される。

SEMの採用により、良好分散の確証をもってAFM計測に臨めるようになった。①で液中分散したカーボンブラックの他の2種について同様の計測を行い、最終的に得られた各試料展開基板のAFM形状像を図2. 2. 3-18に示す。

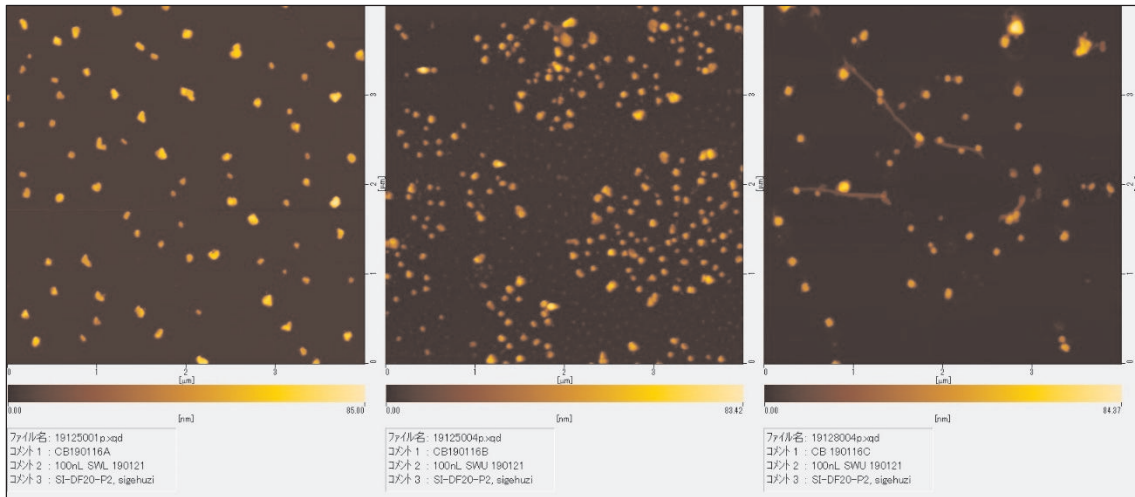


図2. 2. 3-18 カーボンブラック試料3種の4  $\mu\text{m}$ 角AFM形状像 (左)190116A、(中)190116B、(右)190116C

## 2)-5 FBD から見た本研究の概観

図2. 2. 3-13の「ナノ粒子をAFM計測用に基板展開する際の試料品質のFBD」に戻って、本研究を概観しておく

本研究で明らかになったのは、品質を左右する条件の中での「散布方法」の重要性である。滴下法による試料展開を採用する限り、他の条件をどれほどいじっても、サンドイッチ凍結乾燥法による展開試料の品質に到達することはできない。

また、試料品質を実用的に一定以上に保つには、試料展開の品質評価法の「迅速性」が重要であった。本研究で採用した手順では、光学顕微鏡とSEMが迅速な計測法として品質保証に貢献することとなった。さらにSEMは「空間分解能」も高いため、光学顕微鏡のみでは難しい粒子の孤立性の直接評価が可能であった。一方で、SEMの利用は、光学顕微鏡による評価法の改良にも役立ち、将来的にはそれで代替できるようになることが期待される。

## (4) まとめ

### ① ナノ材料の液体中への均質分散法・評価法の確立

主観的・客観的評価に基づくナノ材料の液体中への分散に寄与する要素群を抽出し、その相関性をFBDとして整理した。まとめられたFBDについて、カーボンブラックを例とした各要素間の強弱評価を実施し、カーボンブラック分散における重要因子を確定した。①-1)では2014-2018年度に発表されている文献100報程度の調査を実施し、液中ナノ材料分散に対する影響因子を抽出した。技術的観点からも、その他の関係しうる因子を選定し、FBDとして、各影響因子の相関を整理した。①-2)では作成されたFBDに基づき、カーボンブラックを対象とした因子間の相関影響評価を実施し、特にウェットニング・分散剤の種類・ナノ材料と分散剤の相対濃度・ゼータ電位・照射方式・周波数・照射位置・仕事量・濃度分布・粒子径分布・安定性を中心とした実評価を実施し、カーボンブラックの液中分散試料作製に係る重要な影響因子を特定した。さらに液中分散試料作製において重要な試料の分散性・均質性評価手法として、ナノ材料関連企業が利用している評価法を調査し、国際共通的に評価すべき物理化学パラメータを整理し、調製されたナノ材料分散液を対象とした分散性・均質性の評価手法に関する評価方針の確定を完了し、さらに実例として均質性の要素である濃度分布のその意義についての実施例について示した。得られたFBDならびに評価指針は今後実試料評価がさらになされることで、その意義が明確化されていくと期待される。

## ② 顕微鏡用試料の均質試料調製法とその評価法の開発

1)では電子顕微鏡用試料の均質調製方法とその評価法の開発を行った。1)-1にて電子顕微鏡用調整試料の粒子面密度均一性について、二段階の指標の設定と、自然乾燥法によるコーヒーリング形成を検証した。1)-2では乾燥痕のコーヒーリング形成を判定する迅速かつ簡易な評価法を検証した。1)-3では前項で見いだしたカーボンブラック試料の調製条件を用いて試料調製を行いTEM観察を実施して、コーヒーリングがないこと、微粒子が基板上に均一に展開されていることを確認した。以上の結果をもとに1)-4では均質試料展開の品質に影響を与える因子をFBDにまとめた。

2)では電子顕微鏡用試料の均質調製方法とその評価法を開発を行った。2)-1で試料品質のFBDを確定、それを参考に、高密度な基板展開をシリコン基板上で行う展開法としてサンドイッチ凍結乾燥法を採用した。2)-2で光学顕微鏡による白色光斜上照射暗視野顕微法とSEM計測を組み合わせた高速な試料評価法を開発し、2)-3でそれを活用した良好領域探索のprotocolsを確定した。2)-4でカーボンブラック試料の計測により同protocolsを検証し、2)-5でFBDとの関連を概観することにより開発の方向性の適切性を示した。上記二種類の測定法に対して得られたFBDや評価指針は、実試料による検証と評価がさらになされることで、その意義が明確化されると期待される。

## 2. 3 AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発(研究課題3)

### 2. 3. 1 測定データの信頼性向上技術の開発(研究課題3-1)

#### (1) 目標

ビッグデータ解析に基づく材料特性評価の確度を高めるには、解析に用いる定量値の信頼性の数値化、すなわち同定量値がどれだけ不確実性をもつ値なのかの評価されていることが極めて重要である。定量値の信頼性を数値として取り扱いたい場合、計測手法毎に主たる不確かさ因子を同定し、測定値に紐づけをすることが極めて有効な手段となる。

本研究課題では先導プログラムにおいて試行した、複合計測分析システムを構成する個別計測法ごと不確かさ因子のFBDによるとりまとめ法を踏襲し、GC-FID、LC-UV、GC-MS、LC-MS、XRFに関して、標準液ないし純金属ベースでの試験により、不確かさ要因の関係整理を行い、FBDの基本骨格をまとめる。さらにSEM、SEM-EDSの測定によるグレイン境界判定に関して、モデル試料等を用いて、判定に影響を及ぼす要因を抽出し、FBDの基本骨格をまとめる。

#### (2) 実施体制

本研究は、産業技術総合研究所(計量標準総合センター)が実施した。

#### (3) 成果

##### 1. 各計測装置における不確かさ要因の関係整理

##### 1-1 水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ(GC-FID)

GC-FIDはタイヤ材料中のカップリング剤の評価に用いられている。本研究では、GC-FIDによるカップリング剤由来成分の定量値の信頼性を評価するために、不確かさ要因の関係整理を行い、主たる不確かさ因子を選定し、それらをFBDの基本骨格としてまとめた(図2. 3. 1-1)。

まずは標準液を用いた試験に基づく評価を実施し、不確かさ要因を、検量線に起因する因子(共通因子)とそれ以外の試料調製に起因する特殊因子に大別した。さらに共通因子を、試料の不確かさ、検量線の不確かさ、GC-FID測定の不確かさに分類した。

- ① 試料の不確かさ(共通因子)
- ② 検量線の不確かさ(共通因子)
- ③ GC-FID測定の不確かさ(共通因子)
- ④ 試料調製に起因する不確かさ(特殊因子)

①は試料調製における汚染や試料の秤量に起因する不確かさである。汚染に起因する不確かさは、試料調製前の操作のみを対象とし、④に含まれる調製時の汚染と切り離して評価することとした。

②は測定に用いる検量線に起因する不確かさである。この項目において想定される主たる不確かさ因子は、標準液の不確かさ(標準液の濃度、調製精度、安定性を含む)と、検量線の直線性および再現性(検量線の傾き、併行精度)である。

③はGC-FID測定の繰り返し性や安定性に起因する不確かさである。

④は測定溶液をGC-FID測定に供するために行う試料前処理に起因する不確かさである。試料前処理においては、タイヤ材料からのカップリング剤抽出が主たる不確かさ因子である。一方で、タイヤ材料の均質性やカップリング剤の反応性なども因子として大きく寄与することが想定されるが、それら個別因子の明確な切り分けは困難である。したがって、今回のFBD基本骨格には項目としては組み込むが、評価は試料前処理全体を評価することとし、結果の算出式でのファクターである「試料中のカップリング剤由来のピーク面積値」および「カップリング剤の配合量」に起因するばらつきを試料調製に起因する不確かさとして評価することとした。

以上の不確かさ要因の関係整理、不確かさ因子の寄与率評価を目的として、住友ゴム工業株式会社提供の実際の試験データを用いて寄与率を算出した。



①に関しては、実験室環境にカップリング剤の汚染源がなかったこと、供試料量に対して適切な天秤を用いて秤量していたことから、定量値に大きな影響を及ぼさない不確かさ因子であることが確認された(寄与率1%以下)。

②に関しては、標準液の調製濃度範囲設定が適切で、かつ調製方法も確立されていたため、標準液の濃度、調製精度、検量線の併行精度は、定量値に大きな影響を及ぼさないことを明らかにした。カップリング剤は反応性が高いため、ケーススタディとして「標準液の安定性」評価も別途実施したが、検量線の傾きと同程度の寄与で、調製精度や検量線の併行精度と比較すると5倍程度大きかったものの、定量値全体への寄与率は①同様に小さかった(寄与率1%以下)。

③に関しては、GC-FIDは頑健な測定装置であったため、上述因子と同様、定量値に大きな影響を及ぼさないことを明らかにした(寄与率1%以下)。

④に関しては、個別因子の明確な切り分けが困難で、どの特定因子が大きな影響を与えているかは判別できなかったが、「試料中のカップリング剤由来のピーク面積値に起因する不確かさ」は94%以上の寄与率であった。また、「カップリング剤の配合量に起因する不確かさ」は4%以上の寄与率であった。

以上の結果から、GC-FIDはタイヤ材料中のカップリング剤の定量においては、特殊因子である④試料調製の不確かさが支配的であることが明らかとなった。

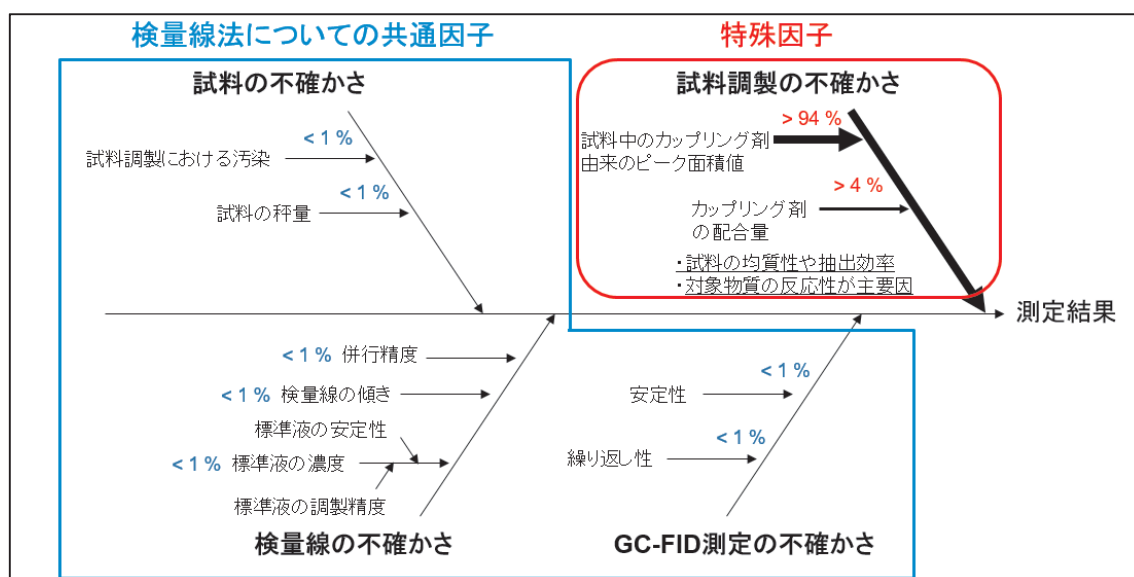


図2.3.1-1 FBD基本骨格(GC-FIDカップリング剤の定量)

### 1-2 紫外吸光光度検出器付液体クロマトグラフ(LC-UV)

LC-UVは、タイヤ材料中老化防止剤の評価に用いられている。本研究では、GC-FID測定と同様、LC-UVによるタイヤ材料中老化防止剤分析の不確かさ要因の関係整理を行い、主たる不確かさ因子を選定し、FBDの基本骨格としてまとめた(図2.3.1-2)。

標準液ベースでの試験に基づく評価を実施し、不確かさ要因を共通因子と特殊因子に大別した。さらに共通因子を、試料の不確かさ、検量線の不確かさ、LC-UV測定の不確かさに分類した。

- ① 試料の不確かさ(共通因子)
- ② 検量線の不確かさ(共通因子)
- ③ LC-UV測定の不確かさ(共通因子)
- ④ 試料調製に起因する不確かさ(特殊因子)

①は試料調製における汚染や試料の秤量に起因する不確かさである。GC-FID測定と同様、汚染に起因する不確かさは、試料調製前の操作のみを対象とし、④に含まれる調製時の汚染と切り離して評価することとした。



②は測定に用いる検量線に起因する不確かさである。この項目で想定される主たる不確かさ因子は、標準液の不確かさ(標準液の濃度、調製精度など)、検量線の併行精度である。カップリング剤と比較すると、老化防止剤は安定な化合物であるため、標準液の安定性は主たる不確かさ要因とはならないこと、GC-FID測定 of 多点検量線とは異なり、住友ゴム工業株式会社における試験においては一点検量線を用いていることから、検量線の傾きは主たる不確かさ因子とならないため評価対象から除外した。

③はLC-UV測定 of 繰り返し性や安定性に起因する不確かさである。

④は測定溶液をLC-UV測定に供するために行う試料前処理に起因する不確かさである。試料前処理では、タイヤ材料からの老化防止剤抽出が主たる不確かさ因子である。一方で、タイヤ材料の均質性なども因子として大きく寄与することが想定されるが、それら個別因子の明確な切り分けは困難である。したがって、今回のFBD基本骨格には項目としては組み込むが、評価は試料前処理全体を評価することとし、結果の算出式でのファクターである「試料中の老化防止剤由来のピーク面積値」および「検量線溶液中の老化防止剤由来のピーク面積値」に起因するばらつきを試料調製に起因する不確かさとして評価することとした。

以上の不確かさ要因の関係整理、不確かさ因子の寄与率評価を目的として、住友ゴム工業株式会社提供 of 実際の試験データを用いて寄与率を算出した。

①に関して、実験室環境に老化防止剤の汚染源がなかったこと、供試料量に対して適切な天秤を用いて秤量していたことから、定量値に大きな影響を及ぼさない不確かさ因子であることが確認された(寄与率1%以下)。

②に関しては、標準液の調製方法が確立されていたため、標準液の濃度、調製精度は定量値に大きな影響を及ぼさないことを明らかにした。一方、一点検量線を用いたため、試料中の老化防止剤のピーク面積値(数値)の差が測定試料によっては大きくなるため、多点検量線での併行精度と比較すると大きな寄与率となった(寄与率6%以上)。したがって、定量値の信頼性向上(不確かさを小さくする)には、GC-FID測定同様、多点検量線を適用することが望ましいことが判った。

③に関しては、GC-FID同様、LC-UVも頑健な測定装置ため、繰り返し性や安定性の因子は定量値に大きな影響を及ぼさないことを明らかにした(寄与率1%以下)。

④に関しては、個別因子の明確な切り分けが困難であり、どの特定因子が大きな影響を与えているかは判別できなかったが、「試料中および検量線溶液中 of 老化防止剤のピーク面積値に起因する不確かさ」が93%以上の寄与率であった。つまり、GC-FID測定同様、特殊因子である試料調製の不確かさが支配的であることが明らかとなった。

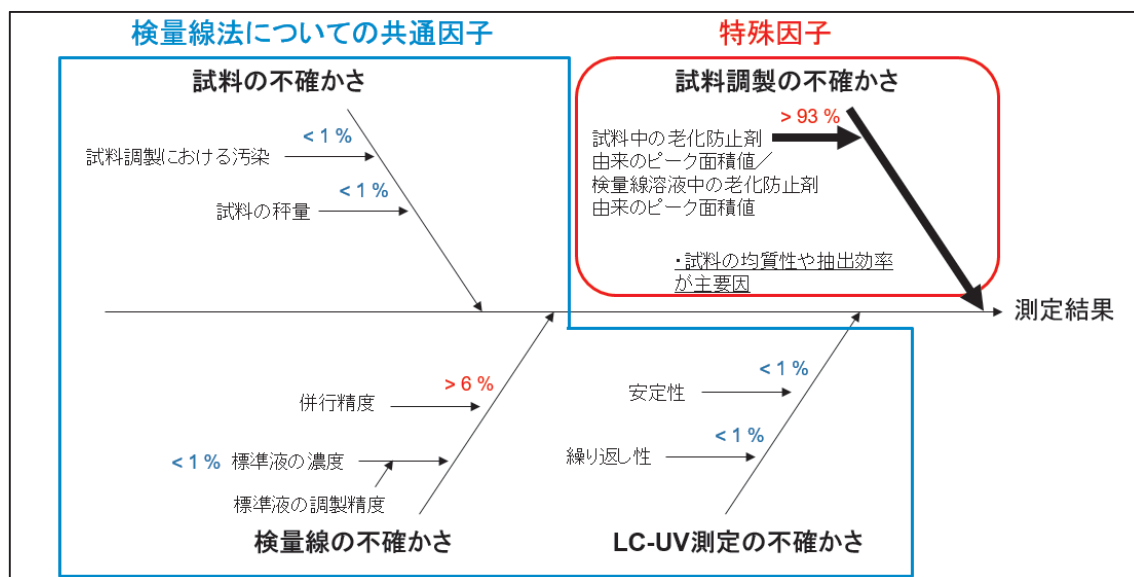


図2.3.1-2 FBD基本骨格(LC-UVタイヤ老化防止剤の定量)

### 1-3 熱分解—水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ(Py-GC-FID)および熱分解—ガスクロマトグラフ質量分析計(Py-GC-MS)

Py-GC-FIDおよびPy-GC-MSは、タイヤ材料を構成するポリマタイプの評価に用いられている。ただし、得られる結果は定量値ではなく、熱分解物3種(イソプレン・スチレン・ブタジエン)の比率であり、住友ゴム工業株式会社では、特殊な検量線をベースにした内作ソフトウェアにて比率を算出しているため、算出式そのものの不確かさ評価は困難であった。また、検量線から導き出される結果(ポリマブレンド比)よりも、得られたフラグメントパターン(ピーク組成比)の方が、より重要な結果であることから、数値化困難な算出式(検量線)の不確かさを除く、他の不確かさ要因(試料調製の不確かさ(Py機種間差、試料の供試量や形状などの差異))を特殊因子として分類し、それらの影響を評価するFBDの基本骨格を作成した(図2. 3. 1-3)。

- ① 試料の不確かさ
- ② 検量線の不確かさ
- ③ GC測定の不確かさ(特殊因子)
- ④ 試料調製に起因する不確かさ(特殊因子)

①は試料調製における汚染に起因する不確かさである。GC-FID測定と同様、汚染に起因する不確かさは、試料調製前の操作のみを対象とし、④に含まれる調製時の汚染と切り離して評価することとした。なお、試料の秤量に起因する不確かさは、供試料量の差異として④として評価することとした。

②は前述のとおり数値化が困難なため、項目としては組み込むが、評価対象としては除外することとした。

③はGC測定に起因する不確かさである。本因子としてはPy-GC-FIDおよびPy-GC-MSの比率評価結果の差異によって評価することとした。

④は測定試料をPy-GC-FID測定に供するために行う試料前処理に起因する不確かさである。操作は測定試料を秤量し、熱分解装置にセットするだけであるので、Py機種間差(熱分解方式の違いで、一つはキュリーポイント方式、もう一つはマルチショット方式)が大きな不確かさ因子として想定される。それ以外に、供試料量や試料形状などの差異も主たる不確かさ因子として想定されるので、同じく評価することとした。

以上の不確かさ要因の関係整理、不確かさ因子の寄与率評価を目的として、キュリーポイント方式においては住友ゴム工業株式会社提供の実際の試験データを用いて寄与率を算出した。マルチショット方式においては住友ゴム工業株式会社提供の標準試料を用いて寄与率算出を別途実施した。

①に関しては、実験室環境にフラグメントパターン(ピーク組成比)に影響を与える汚染源がなかったため、比率の結果の信頼性に影響を及ぼさないことを明らかにした。

③に関しては、検出方法の差異が大きな不確かさ因子であることが明らかとなった。Py-GC-MSではイオン化(通常は電子イオン化(EI)法)された熱分解物3種が検出されるため、熱分解物3種を燃焼して検出するPy-GC-FIDとは検出原理が大きく異なっている。EI法では芳香環が高感度で検出されるため、熱分解物のなかでもスチレンの比率が大きく増加した(Py-GC-FIDと比較すると2倍)。そのため、熱分解物3種のピーク組成比として比較した場合、スチレンの比率が10 %程度高い結果が得られ、検出原理の差異が無視できない不確かさ因子であることが明らかとなった。

④に関しては、Py機種間差を評価した。ピーク組成比としてキュリーポイント方式を基準とした場合、マルチショット方式ではスチレンの比率が約2 %増加し、ブタジエンの比率が約2 %減少した。供試料量の比較では、マルチショット方式の場合、質量増加(200  $\mu\text{g}$ →2000  $\mu\text{g}$ )に伴いイソプレンの比率が減少し、スチレンの比率が増加していた(1 %~3 %程度)。また試料形状の比較では、マルチショット方式の場合、供試料量ほど明確な傾向は観測できなかった。以上の結果から、Py機種間差はあまり大きくはないものの、組成比評価には異なる熱分解方式の装置から得られた結果の比較においては数%の不確かさが生じることが明らかとなった。

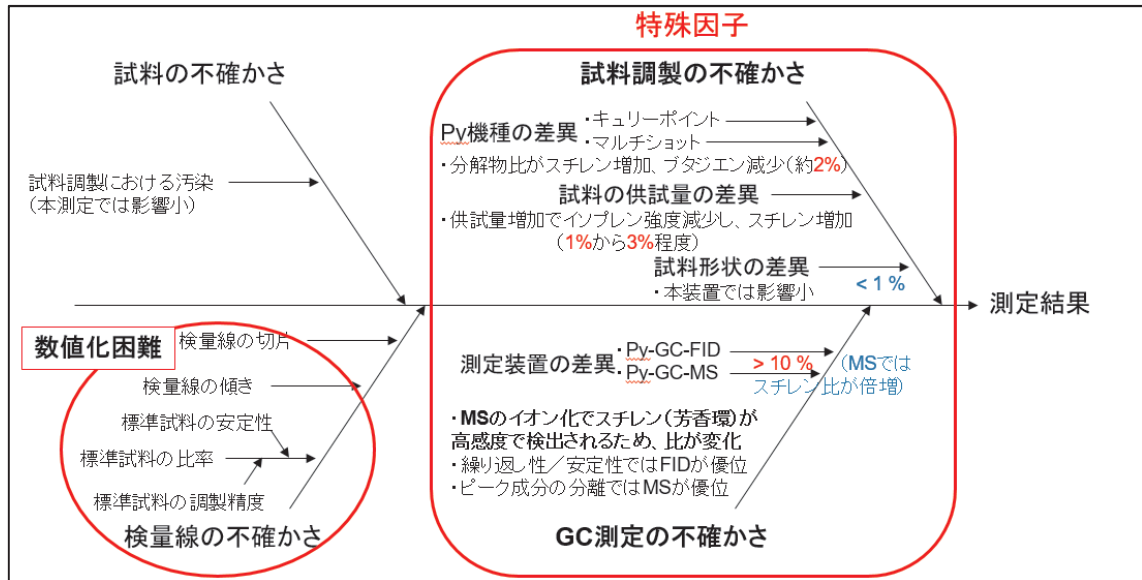


図2. 3. 1-3 FBD基本骨格(ポリマータイプ分析)

#### 1-4 液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)

LC-MSはタイヤ材料を構成するゴム添加剤の定性分析に用いられている。定性分析自体は、GC-MSやPy-GC-MSの測定結果と合わせて行われる。そこで、定性分析の結果に影響を与える不確かさ要因の関係整理を行い、主たる不確かさ因子を選定し、FBDの基本骨格としてまとめた(図2. 3. 1-4)。

定性分析の不確かさを因子として分類し、それらの影響を評価するFBDの基本骨格を作成した。

- ① 試料の不確かさ
- ② LC-MS/GC-MS/Py-GC-MS測定の不確かさ
- ③ 試料調製に起因する不確かさ

①は試料調製における汚染や試料の秤量に起因する不確かさである。試料調製前の操作のみを因子としてFBDに組み込むこととした。

②は質量分析計を用いた測定に起因する不確かさである。本研究では、イオン化法、繰り返し性、安定性、質量数、定性用データベース(DB)を組み込んだ。

③は測定溶液を、質量分析計を用いた測定に供するために行う試料前処理に起因する不確かさである。因子として溶媒による抽出を組み込んだ。

以上の不確かさ要因の関係整理、不確かさ因子の選定に続き、上記因子の評価を目的とし、影響評価を実施した。ただし、定性分析であるので個々の因子の寄与率算出ができないため、因子の関係整理にとどめた。

①に関しては、実験室環境にゴム添加剤の定性分析に影響を与える汚染源があるかないか、十分な供試料量を天秤で秤量しているかを因子として評価する必要がある。

②に関しては定性につながる測定対象物質をイオン化する方法の適切性、装置状態の管理、得られた結果の質量数値の取扱い、およびその値から検索するDB結果の取扱いの適切性を不確かさ因子として評価する必要がある。

③に関しては、試料前処理として3段階抽出を行うため、各抽出工程での抽出効率が主な不確かさ因子として評価する必要がある。

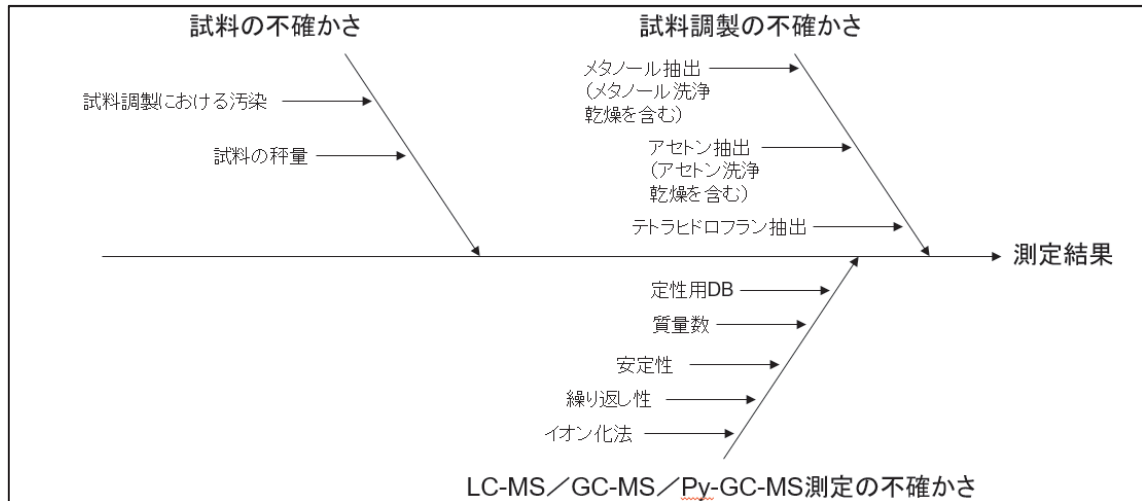


図2.3.1-4 FBD基本骨格(ゴム添加剤の定性分析)

## 2. 結晶粒材料のグレイン境界判定と磁石モデル試料による検討

微細な結晶粒(グレイン)の集積体である多結晶材料は実用工業材料として幅広く用いられている。その材料は同じ仕様の製造を発注しても材料特性がロット間や製造企業間で異なる場合があることが知られている。その原因として、製法や製造条件の違いにより、結晶粒のマイクロ構造に何らかの差異が生じていることが可能性として挙げられている。そこでマクロな特質である材料性能と、結晶粒のマイクロ構造を現すマイクロ特質の相関を明らかにすることが望まれる。これらのマクロ・マイクロの因果関係を明らかにし、複数のマイクロ特質のうち材料性能に影響を及ぼす順位を明らかにすることで、材料の性能向上、品質管理コストの低減、新材料の開発に結びつけることが期待される。

マイクロな特質を現す項目は複数存在し、各々を測定によって明らかにする必要がある。それらの測定量は、材料によっては一つの測定手法で網羅することが困難であり、各測定量に適した測定手法の選定が必要となる。とくにマイクロ構造のサイズが小さくなるにつれ、測定方法が限定される一方で多面的な測定情報による総合的な判断が求められる。

多結晶材料の測定量のうち、とくにグレインサイズはマイクロ構造をあらわす代表的な測定量である。グレインはその境界の判定によってはじめて個別に識別されるので、グレイン境界判定が可能な測定方法が必要である。測定アプローチとして①グレインの面方位の違いに起因する信号量の差で識別する方法②グレイン粒界に着目して、粒界に偏析する元素の検出や、結晶粒との組成の差の検出、により境界を識別する方法がある。分析手法としては①ではSEM-EBSD(後方散乱電子回折)、SEM-BSE(反射電子像)、 $\mu$ -XRDがある。②では、SEM-EDS、 $\mu$ -XRFがある。



## 2-1 鉄鋼材料

鉄鋼材料の標準物質の表面をSEM-BSEで測定した例を右図に示す。この材料ではグレインサイズは100  $\mu\text{m}$  ~ 500  $\mu\text{m}$ である。グレインのコントラストの違いで隣接するグレインと識別ができる(前記①の方法)。

本試料は、表面を鏡面に研磨しており、また面内の場所による組成のばらつきは小さいためSEMではコントラストが付きにくい。一方、SEM-BSEでは結果のようにコントラストが確認された。

SEM-BSEは、試料から放出される二次電子のうち、エネルギーの高い反射電子を検出している。検出器は、照射電子線によって試料面の結晶方位に応じて生成される電子回折像(菊池パターン)から、検出器の設置方向に一致する部分を切り出して検出している。そのためコントラストは測定しているグレインの結晶方位に応じて異なる。また菊池パターンは電子線のエネルギーによっても変化する。これはプローブのエネルギーを変えたときのグレイン毎のコントラストの明暗変化として観測されている。

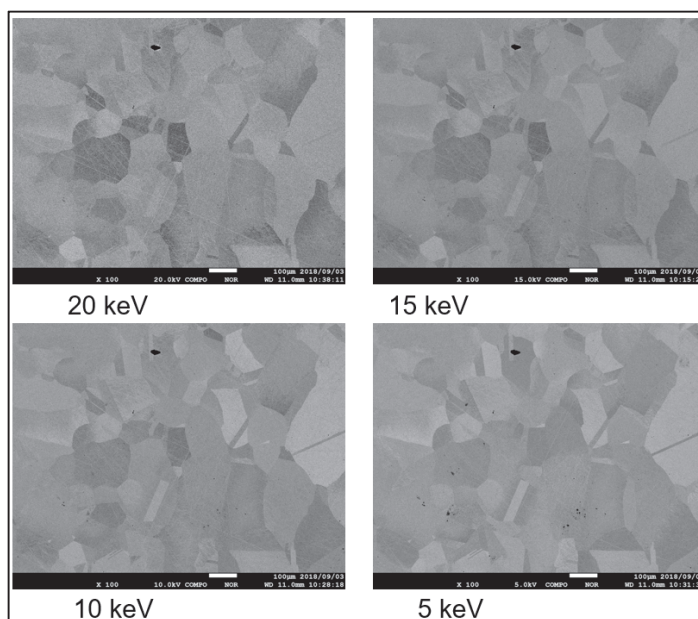


図2. 3. 1-5 鉄鋼材料(NMIJ CRM-1018a Ni(36%)-Fe)のSEM-BSE (COMPO)像。倍率100倍

## 2-2 磁石材料

磁石モデル試料を用いてグレイン境界の識別方法の検討を行った。この材料は前述の鉄鋼材料よりもグレインサイズは小さく約5  $\mu\text{m}$ である。グレイン境界の幅は数 nm、グレインの組成はNd-richである。磁石試料はTDKより提供を受けた。

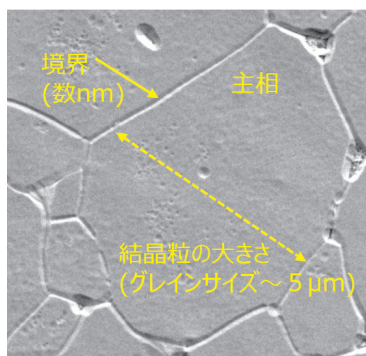


図2. 3. 1-6 磁石材料の結晶粒(グレイン)とグレイン境界のSEM像

磁石材料での重要な材料性能は保磁力である。保磁力との相関を調べたいマイクロな特質について、それらを測定量として示した項目を下図に示す。測定量を大別すると、形状寸法と組成分布となり、それぞれに属する測定量、および測定手法を列挙した。なお、測定量の項目はTDKのヒアリングをもとに設定した。



今回はこれら測定量の中から結晶粒径を測定量と定め、また空間分解能数 nm~10 nmのSEMを用いた。なおグレイン境界は、幅が数 nmでTEM測定が必要なため対象外とした。

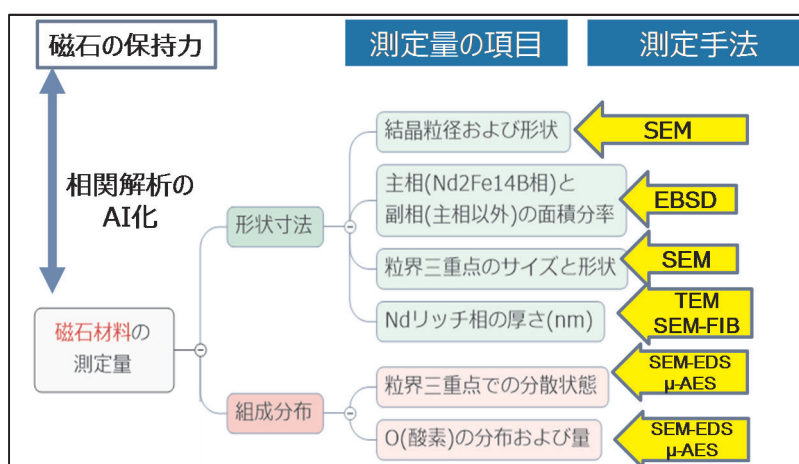


図2. 3. 1-7 磁石材料の測定量とその測定手法

### 2-3 試料前処理の検討

平滑な磁石材料表面を得るための試料研磨について検討を行った。未研磨の試料は表面凹凸による形状コントラストの寄与が大きく、グレイン観察は困難である。研磨紙を用いた手研磨やハンディラップによる加工によりこの凹凸は低減するが、試料表面には線状の研磨痕が観察され、加工が十分とはいえない。研磨盤を用いた前処理では金属材料研磨と同様の高荷重条件ではグレインの引き抜きや剥がれ、研磨剤の埋め込みが見られた。この問題は研磨時の荷重を小さくすることである程度の改善が見られ、平滑な表面が得られた。若干の引き抜きが見られるものの、粒径の観察・評価に耐える仕上がりととなった。さらに、アルゴンイオンミリングを用いた試料調製も行った。

以上の検討から、試料表面の平滑さの点では、イオンミリングが最適な手法である。しかし、研磨盤による加工では試料全面を研磨可能であるのに対して、アルゴンイオンミリングは一度に加工できる面積が400 μm角程度と狭いことから、グレインの大きさや、解析すべきグレイン数などを考慮して前処理法を検討することが重要である。

### 2-4 SEM観察条件の検討

SEM観察によりグレインの形状を識別する方法は複数あり、試料に応じて適切な観察条件を選択することで、SEM像にグレイン形状の情報を持つコントラストを与えることができる。本研究で取り扱ったモデル試料はグレイン粒界に主相を取り囲むようにNdリッチな副相が析出していることがわかっている。したがって副相を可視化することで主相の輪郭線が得られる。ここでは主相と副相の平均原子番号の差を利用し、反射電子(BSE)組成像に現れる原子番号コントラストにより副相を識別することとした。

右図にBSE組成像の加速電圧依存性を示す。25 kVから3 kVの加速電圧範囲で副相は主相に対して明コントラストで観察された。加速電圧25 kVでは副相のコントラストは高いが、一次電子の拡散の影響を受け輪郭線が滲んだような像となっている。加速電圧が下がるにつれ、副相のにじみが少なくなり、グレインの形状が明瞭になる。3 kVでは副相のコントラストが低下し、主相と副相区別するのが難しい。

以上の検討から、加速電圧4~5 kVを選択することにより、主相の輪郭線として、にじみを抑制し副相を観察できることがわかった。

### 2-5 モンタージュSEM観察による広視野・高解像度観察

前項までの検討により、解析に適した画像を得る条件を見出した。グレイン粒径分布についての

情報を得るためには、十分な数のグレインを評価する必要がある。そこで、SEMのモニタージュ撮影(連続視野撮影)により、広範囲を高分解能で撮影した解析用画像の取得を行った。表面研磨したモデル試料のモニタージュ撮影例を下図に示す。本画像は11x11枚のSEM像をつなぎ合わせたものであり、画像全体の視野は約300  $\mu\text{m}$  x 220  $\mu\text{m}$ である。予備解析では3000個弱のグレインが視野内に存在している。個々の画像は倍率4000倍で撮影され、グレインサイズが5  $\mu\text{m}$ 程度であることを考えると十分な空間分解能である。

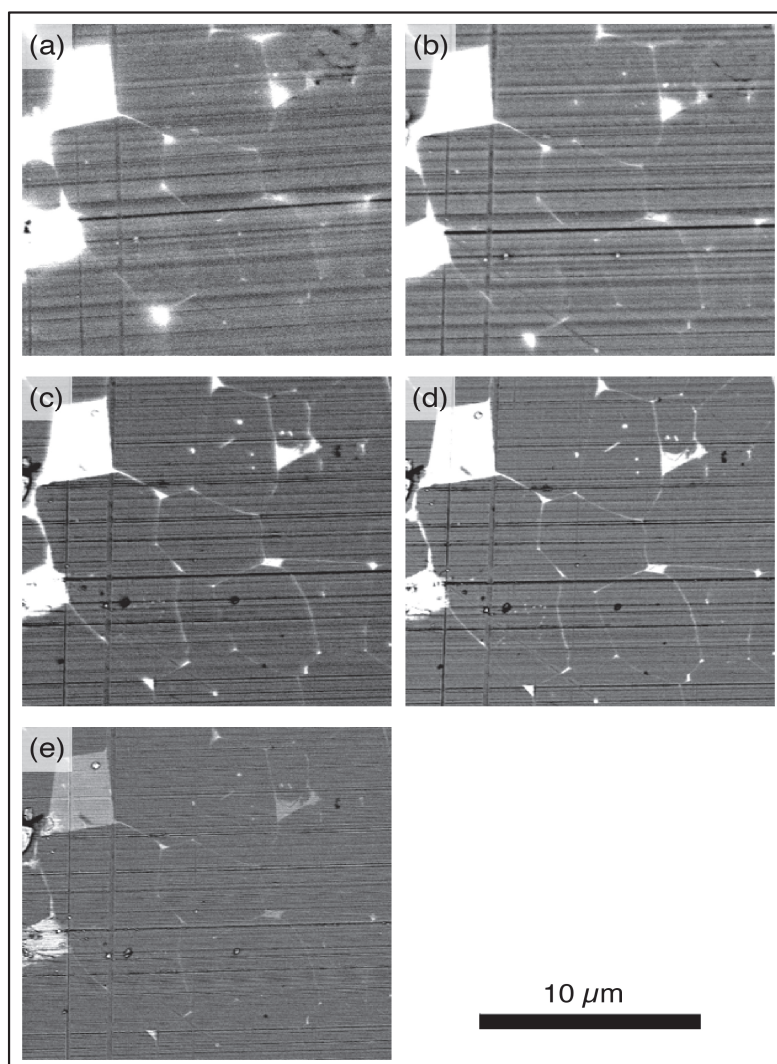


図2.3.1-8 BSE組成像の加速電圧依存性.

(a)25 kV, (b) 15 kV, (c) 5 kV, (d) 4 kV, (e) 3 kV (リターディング使用)



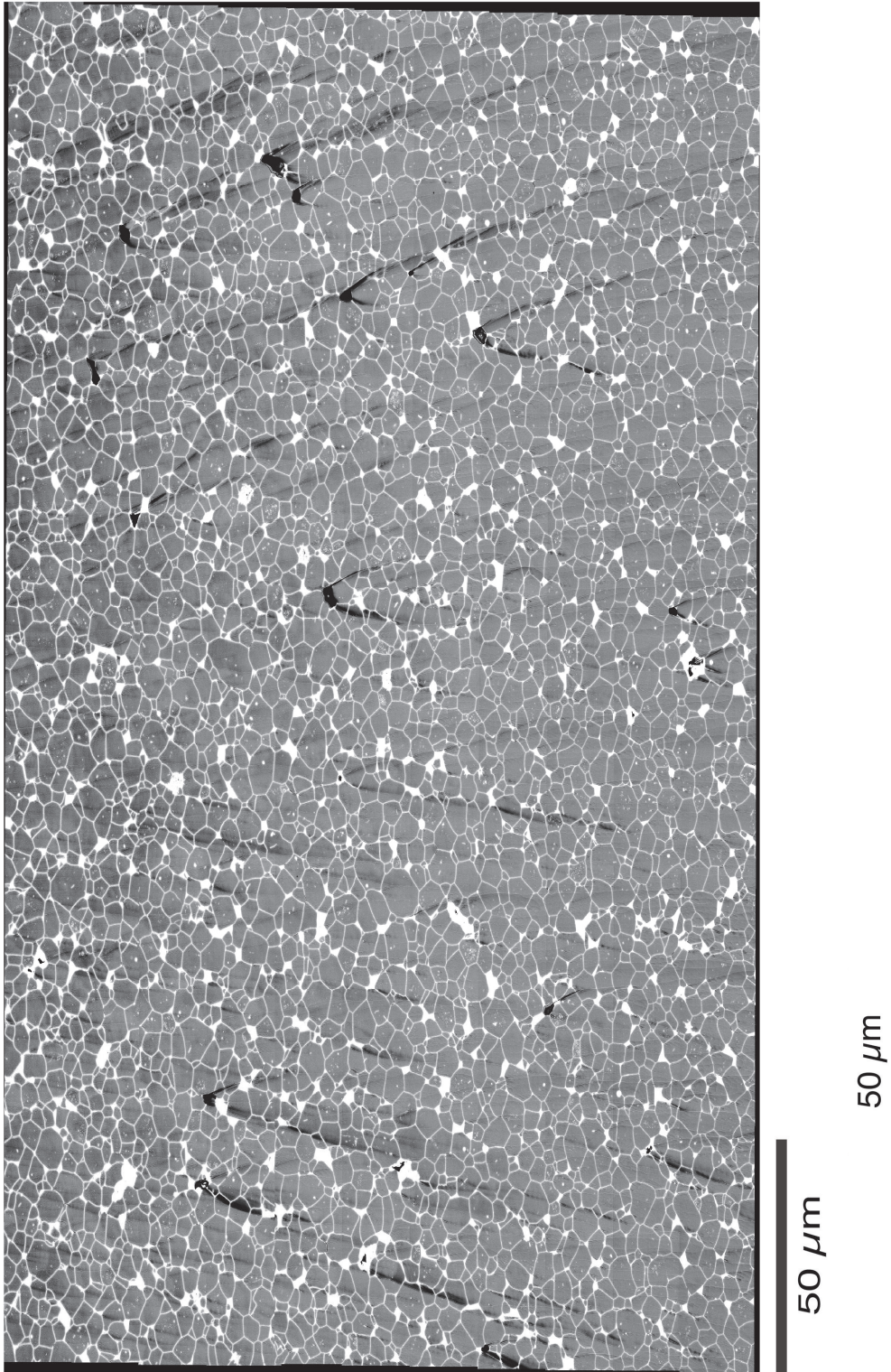


図2. 3. 1-9 磁石材料のモンタージュ撮影法による広視野・高解像度の画像データ

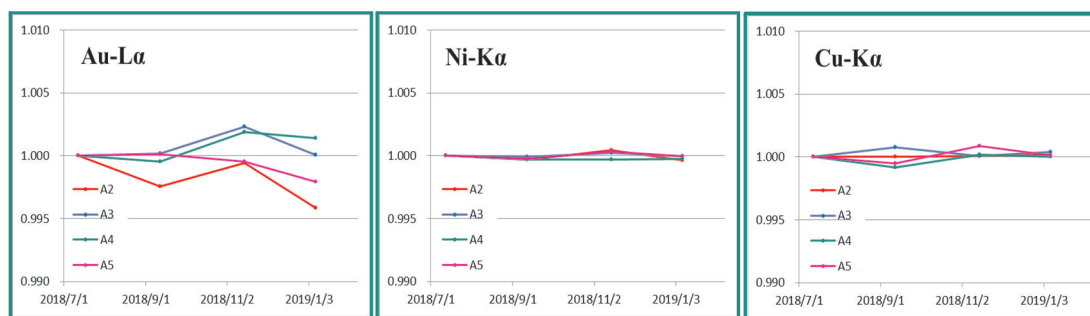
## 2-6 蛍光X線分析(XRF)

XRFは表面の組成分析を行う手法である。一方SEMコントラストがグレイン間で異なる理由は、グレイン間の結晶方位の違い、表面凹凸形状、グレイン間の組成の違い、が挙げられる。そこでXRFを用いることで上記3要因のうちの一つを調べることができる。

XRFによる測定について、組成分析値の再現性を確認するために、信号強度の安定性を調べた。測定条件は下記である。

- 純金属3種類(Au、Ni、Cu、およびAu 0.1 μm厚/Ni 1 μm厚/Cu 1 μm厚の多層膜試料)
- WD-XRF (X線源50 kV 60 mA、分析領域3 mm径)
- 測定中の試料回転を6 rpmとして結晶粒径無限大を再現
- 測定順序 (Au→Ni→Cu→多層膜試料) × 5巡の測定
- 測定期間 2018年7月から2019年1月の間で4回
- 多層膜試料の信号強度を純金属試料の信号強度で規格化した値(k値)を比較

測定結果を下図に示す。k値の変動量は6ヶ月の間でAuが2 %、NiとCuは0.1～0.2 %であった。結晶粒のサイズがXRFの分析領域よりも十分大きければ、結晶粒の個別組成が測定でき、粒間の組成比較を高精度で行うことができると期待される。しかしながら今回のモデル試料の結晶粒は小さくXRF測定では識別は不可能であった。



※2018/7/5のk-値を基準に規格化

図2. 3. 1-10 磁石材料の測定量とその測定手法

## 2-7 二次元測定法における画素の位置情報の校正

グレインの形状の測定には、SEM、SEM-EDS、μ-XRF、EBSD、EPMAなどがある。いずれも画像として測定結果が現われる。画像は、二次元配置された画素のXY座標と信号強度をセットとする情報の集合体である。そのため、画像上の2点間の寸法測定や、形状測定には、画素の位置情報が正確であることが必要である。以下SEMを例に検討を行った。

SEMによるグレイン形状の評価における不確かさ要因の一つに像歪みが増えられる。SEM像は電子ビームで試料表面を走査することにより得られるが、走査速度や倍率により像が歪むことが知られている。とくに、ビームの振り出しでは歪みが大きくリーディングエッジティステーションなどと呼ばれている。グレイン形状の精密な解析を実現するためには定量的な像歪みの評価が必要となる。本研究では格子状にドットが配列した認証標準物質を用いることで、SITレーサブルな像の歪み評価・校正法を開発した。

SEM像の歪みを評価するために認証標準物質NMIJ CRM 5207-aを用いた。このCRMは図2. 3. 1-11に示すようにシリコン基板上にタングステンドットが正方格子状に配列した構造をもち、平均ドット間隔がSITレーサブルな認証値として与えられている。CRMは1つの基板状にA、B、Cとドット間隔の異なる3つのドットアレイをもち、観察倍率によってドットアレイを選択することができる。ドットアレイCはピッチ597.7 nm、その拡張不確かさは7.3 nmである。

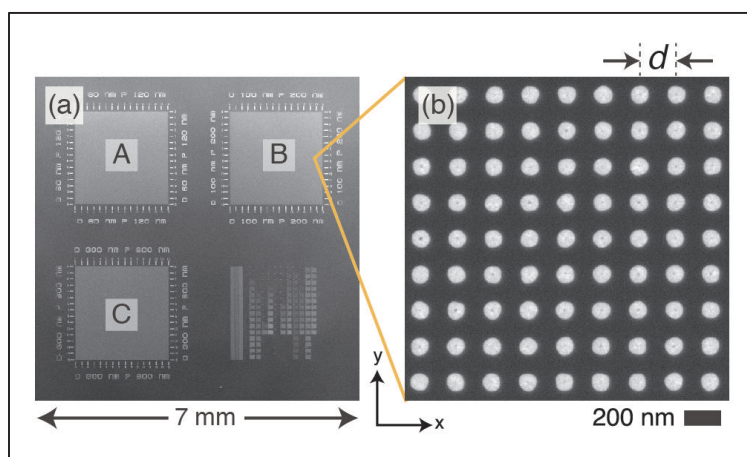


図2. 3. 1-11 NMIJ CRM 5207-aのSEM像

SEM観察条件を変化させながらこのCRMを撮影することで、観察条件が像歪みに与える影響を評価することができる。ここではSEM像の像歪みに大きな寄与を持つ走査速度(撮像時間)を変化させた時の例を示す。

走査条件を下表のように変化させた時(条件1が高速、8が低速)のドットアレイCのSEM像を比較した。加速電圧は15 kV、倍率は4000倍で共通である。積算処理は行わず、1回のスキャンで画像を取得した。走査速度が早い条件では、画像左端部でドット形状が変化しており、歪みが生じた。

表2. 3. 1-1 電子ビーム走査条件

条件	撮像時間(s/frame)
1	0.82
2	1.64
3	3.28
4	6.55
5	13.1
6	26.2
7	76.8
8	153.6



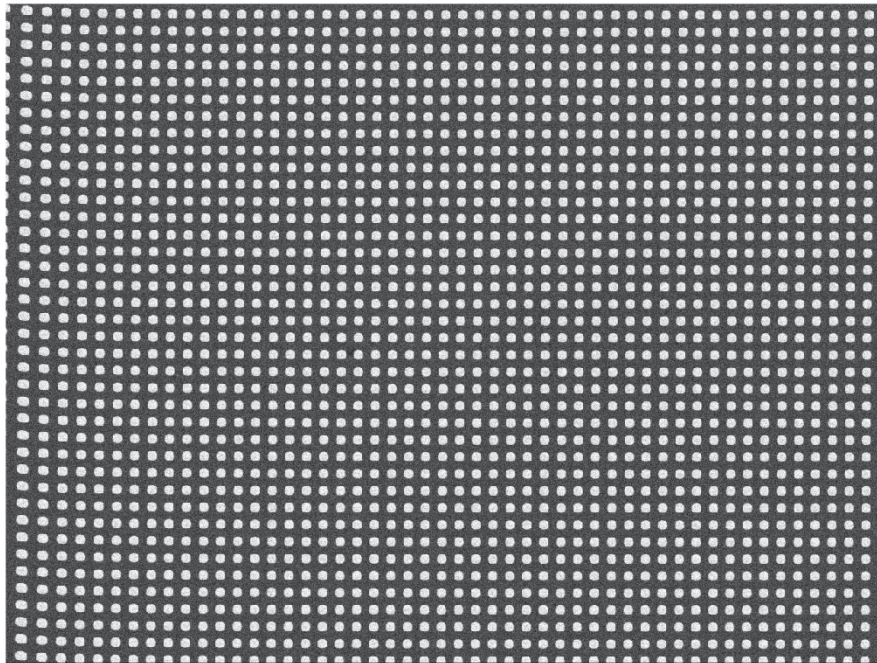


図2. 3. 1-12 CRMのSEM像。表3-1)-2-1での走査条件3

画像解析により得られた画像内の隣接ドット間距離を測定することで、画像の歪みを評価することができる。画像解析によりSEM像端部にかかるドットを除いたSEM像内のドット(50個×38個)を検出し、各ドットの重心位置をもとめ、隣接ドットの重心間距離を決定した。

X方向のドットピッチ分布を図2. 3. 1-13に示す。高速走査条件では画像左側でドット間隔が大きく、ドットピッチの分布幅も広い。走査速度が遅くなるにつれて、ドット間隔は収束し、条件8における平均ドット間距離は $49.2(\text{pixel}) \pm 0.14(\text{pixel})(1\text{SD})$ であった。CRMの認証値よりこの時のピクセルサイズは $12.1(\text{nm}/\text{pixel})$ である。一方、CRMの拡張不確かさ( $k=2$ )は $7.3\text{ nm}$ であり、これは $0.6\text{ pixel}$ に相当する。したがって、隣接ドット間距離が平均ドット間距離に対して $0.6\text{ pixel}$ 以上離れている場合には有意な像歪みがあると考えられる。

以上、本事業ではCRMを用いた簡便かつSIトレーサブルな画像の歪み評価法を開発した。定量的な像の歪みの評価は、計測の不確かさ評価はもちろんのこと、観察条件検討、解析を行う画像の範囲を選択、あるいは解析前に歪み補正などの前処理検討など、より信頼性の高いグレイン形状評価へ向け取るべきアクションの指標となるものである。

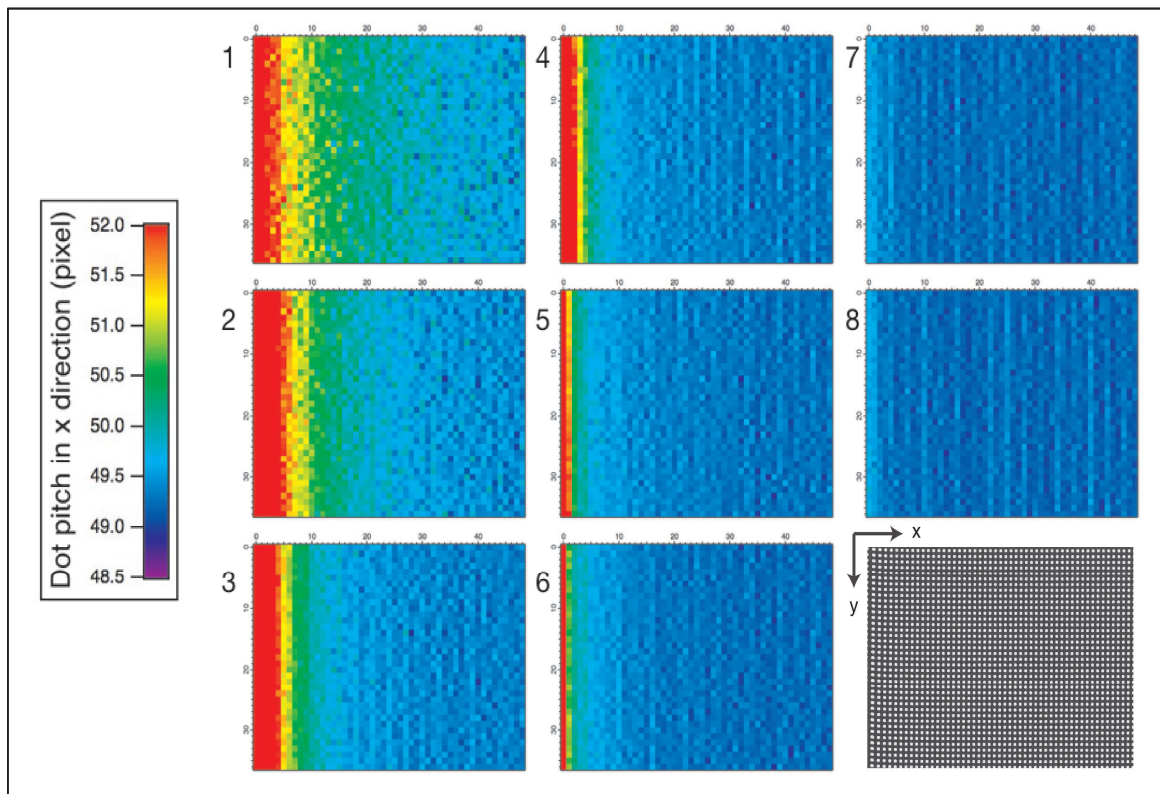


図2. 3. 1-13 走査速度を変化させた時のドットピッチの分布

## 2-8 粒界構造画像取得に関するFBD

測定結果をもとに、粒界構造の画像測定に影響する要因について、図2. 3. 1-14のFBDにまとめた。要因は二つのグループに大別される。

一つ目はグレイン境界の識別性に影響する要因群であり、画像データの取得に関係する。この中には不確かさの評価が困難な要因が含まれている。試料の前処理は、SEMによるグレイン境界の識別の難易度を左右する重要な要因である。モデル試料では粒界の幅と結晶粒の大きさの比は1:1000以上になる。そのため、単純には、一つの画像上で多数の結晶粒のサイズ測定と結晶粒を囲むグレイン境界の幅測定を同時に測定することは、SEM像の縦横画素数からみて難しい。しかしながら前処理の条件、SEM観察の条件を最適化することによって、測定を行うことは可能である。図2. 3. 1-9はそれを示す結果である。

もう一つのグループは画素の幾何情報に関する因子群である。これは得られた二次元画像データの解析精度に影響を与える因子である。画像データから粒子サイズを求める際に、画素の持つXY座標の精度に影響を与える効果に関係する。

なお、SEM-EDS、XRFの測定方法も同じ要因でFBDを構成すると考えられる。ただし本磁石モデル試料に対しては、FBDの要因のうちの空間分解能の影響が大きく、Labの測定装置では粒界構造画像を得ることはできない。

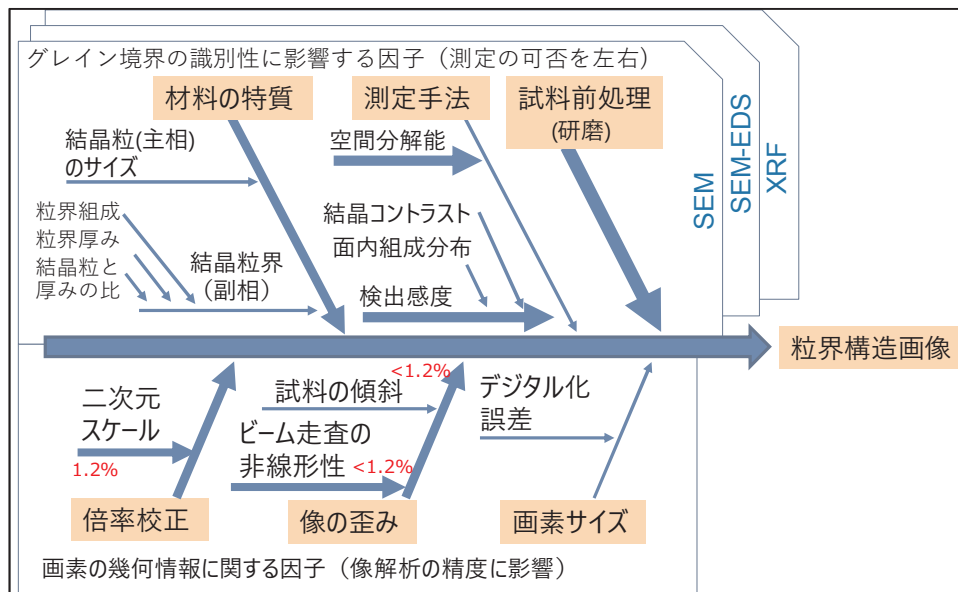


図2. 3. 1-14 SEM, SEM-EDS, XRF測定法による粒界構造画像取得に関するFBD

(4) まとめ

GC-FID、LC-UV、Py-GC-FID(-MS)、LC-MSに関しては、標準液ベースでの試験に基づく評価を実施し、不確かさ要因を検量線に起因する因子(共通因子)とそれ以外の試料調製に起因する特殊因子に大別した。そして不確かさ要因の関係整理を行い、主たる不確かさ因子を選定し、それぞれFBDにまとめた。

成果1-1では、GC-FIDを用いたカップリング剤の定量に関するFBDの基本骨格を作成した。測定データに基づくそれぞれの不確かさの寄与率を算出したところ、主な不確かさ因子は特殊因子(試料調製の不確かさ)であることが明らかとなった。

成果1-2ではLC-UVを用いた老化防止剤の定量に関するFBDの基本骨格を作成し、測定データに基づく寄与率算出を行った。結果として、分析法全体としては特殊因子(試料調製の不確かさ)の寄与率が高いことを明らかにした。また検量線の不確かさの中でも、一点検量線の不確かさ寄与率が多点検量線よりも大きいことも明らかとなった。

成果1-3では、Py-GC-FIDを用いたポリマタイプ分析に関するFBDの基本骨格を作成した。特殊な検量線をベースにした内作ソフトウェアにて測定結果の判定をしていること、その検量線から導き出される結果(ポリマブレンド比)よりも、得られたフラグメントパターン(ピーク組成)の方がより重要な結果であることから、数値化困難な検量線の不確かさを除く、他の不確かさ要因(試料調製の不確かさ(Py機種間差、試料の供試量や形状など))測定データに基づいて評価した。結果として、Py機種間差が若干だが観測されたこと、マルチショット方式では形状の違いによる結果の差異はほとんどなく、供試料量の違いが結果に影響することが明らかとなった。またPy-GC-MSとの比較では、分解物であるスチレン由来のピーク面積値が顕著に大きくなったため、Py-GC-FIDとは明らかな差異を生じることも判明した。

成果1-4では、LC-MSを含む質量分析計を用いたゴム添加剤の定性分析に関するFBDの基本骨格を作成した。この測定は検量線を用いず、定性分析であったため、測定結果の信頼性を評価するための数値化は困難であったことから、定性分析の結果に影響を与える不確かさ要因の関係整理を行い、主たる不確かさ因子を選定した。

グレイン境界判定に関してSEM、SEM-EDS測定に影響を及ぼす要因をモデル試料の測定を行って抽出しFBDの基本骨格をまとめた。XRF測定では純金属を用いた試験により検証した。

成果2-1にてグレインサイズの大きな鉄鋼材料を用いて、SEM測定による結晶粒材料のグレイン境界の識別性について結晶粒のコントラスト変化をもとに検証した。



磁石モデル試料を用いた検討では成果2-2にてグレイン境界の識別方法の検討を行った。測定量の項目として結晶粒径を選択し、測定法にSEMを選択することとした。SEM測定のための試料前処理方法の検討を成果2-3で行い、成果2-4ではSEM観察条件として加速電圧 4~5 kVが適することを見出した。成果2-5にてモデル試料の結晶粒径の解析には広視野・高解像度観察が必要であり、モンタージュSEM観察法でそれが実施できることを示した。

成果2-6にて結晶粒材料の蛍光X線分析(XRF)について、純金属を基準とした信号強度のk値の安定性を6ヵ月間測定し、sub%の精度の測定値の安定性があることを示した。

成果2-7にて二次元測定法における画素の位置情報の校正方法と、SEM像の歪みの検証方法を示した。

以上をとりまとめて、成果2-8にて粒界構造画像の測定取得に影響を与える要因のFBDを示した。グレインサイズが約5 μmのモデル試料では、SEM測定では試料前処理が結果に大きく影響すること、XRFやSEM-EDSではラゴ装置では空間分解能が不足して粒径サイズ測定には不適であることを示した。

#### 目的に照らした達成状況

研究開発項目	目的	達成状況
3-1)測定データの信頼性向上技術の開発	測定結果の信頼性を向上させるため、計測手法毎に主たる不確かさ因子を同定し、測定値に紐づけをする研究開発を行う	<p>測定結果の信頼性を向上させるため、GC-FID、LC-UV、Py-GC-FID(-MS)、LC-MSを用いた測定での主たる不確かさ因子を明らかにし、FBDにまとめるとともに、実データに基づいて主たる因子の寄与を評価した。GC-FIDやLC-UVでは主たる不確かさ因子が試料調製の不確かさであること、Py-GC-FIDではPy機種間差や供試料量による差異が結果に影響を及ぼすことをそれぞれ明らかにした。LC-MSでは定性分析に影響を与える主たる因子を選定した。</p> <p>結晶粒とそれを囲む境界からなる材料についてグレイン境界判定方法を調査した。磁石材料のモデル試料のSEM、SEM-EDS、XRF測定について、結晶粒境界を判定して結晶粒の面積や形状を測定するときに判定精度に影響を与える因子について検討し、SEM測定に関する因子を抽出してFBDの基本骨格を完成した。またSEM法によるグレイン境界判定を容易にする試料の前処理方法を開発し、広範な領域の結晶粒境界判定を可能とした。結晶粒の面積や形状測定の精度評価に必要な二次元画像の歪みの評価方法を開発した。以上のように目標は十分に達成した。</p>

## 2. 3. 2 相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発(研究課題3-2)

### (1) 目標

本研究課題においては、研究課題1で開発された共通データフォーマットと各種計測分析装置用に作製されたデータコンバータをもとに、CPS型複合計測分析システムを構成する個々の計測分析装置の測定結果を共通的にハンドリングし、相関解析に向けて解析結果を視覚化する、統合ビューアの研究開発を行う。研究課題3-3で遂行するモデル実証への展開を想定して、複合階層構造解析用統合ビューア、粒界構造解析用統合ビューアの2種類を試作し、統合ビューア技術を開発することを目標とする。

複合階層構造解析用統合ビューアは、タイヤ材料の研究開発に活用されるマクロ-マイクロ分析の相関解析に向けて、解析結果やその特徴量を視覚化する統合ビューアとする。

粒界構造解析用統合ビューアは、磁石材料の研究開発に活用されるマイクロ-マイクロ分析結果の相関解析に向けて、分析・観察結果の活用の際の課題や問題点を抽出し、観察画像の表示方法および画像による解析のための機能を盛り込むとともに、統合解析のための出力と解析後の結果の入力機能を備えるものとする。

また、統合ビューアで活用される画像を中心とするデータ群に対して、計測・分析条件の違いなどを補償して比較検討が可能なデータを提供するデータ補償ツール、また計測・分析方法や試料作成フローの可視化と追加修正が可能な可視化ツールを試作することを目標とする。

上記の目標遂行に向けて、次の3つのサブ課題に分けて推進する。

- A. 複合階層構造解析用統合ビューアの開発
- B. 粒界構造解析用統合ビューアの開発
- C. データ補償ツール、可視化ツールの開発

### (2) 実施体制

相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発では、計測分析機器メーカー4社と九州工大が協力して統合ビューアの仕様策定や機能評価を実施した。

複合階層構造解析用統合ビューアでは、島津製作所がとりまとめ責任を果たし、住友ゴム工業は、取得したデータから得られる特徴量抽出方法を議論し、抽出した特徴量を用いて物性等との相関解析を行い、実証検証を行った。粒界構造解析用統合ビューアの開発では、日立ハイテクは解析結果を視覚化するとりまとめ責任を果たし、TDKは磁石材料の提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出方法を議論し、粒界構造解析用統合ビューアの実証検証・有用性の確認を行った。

複合階層構造解析用統合ビューアと粒界構造解析用統合ビューアの開発体制を図2.3.21(a)、(b)に示す。堀場製作所は、ラマン分光分析装置、蛍光X線分析装置を用いて磁石材料のモデルデータを取得し、相関解析に向けた特徴量抽出と課題抽出を行い、統合ビューア表示に必要なソフトウェアの改良を行った。日本電子は、統合ビューア仕様検討に際して、測定データの共通データフォーマット(XMAIL形式)とそのファイル構成(画像、スペクトル、座標部分など)に関する資料を提供した。

データ補償ツール、可視化ツールは九州工業大学が開発した。



### 複合階層構造解析用統合ビューア技術の開発

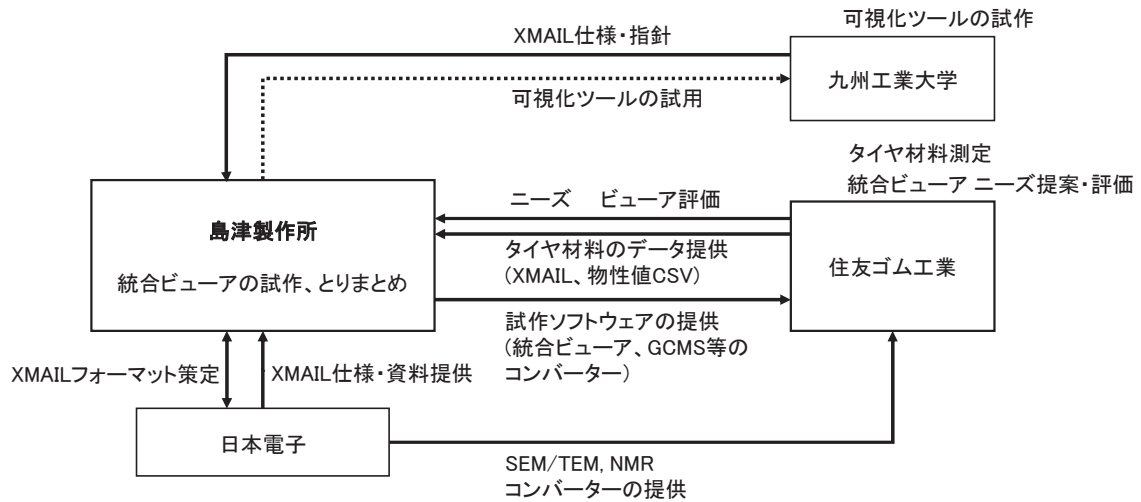


図2. 3. 2-1(a) 複合階層構造解析用統合ビューアの開発体制図

### 粒界構造解析用統合ビューア技術の開発

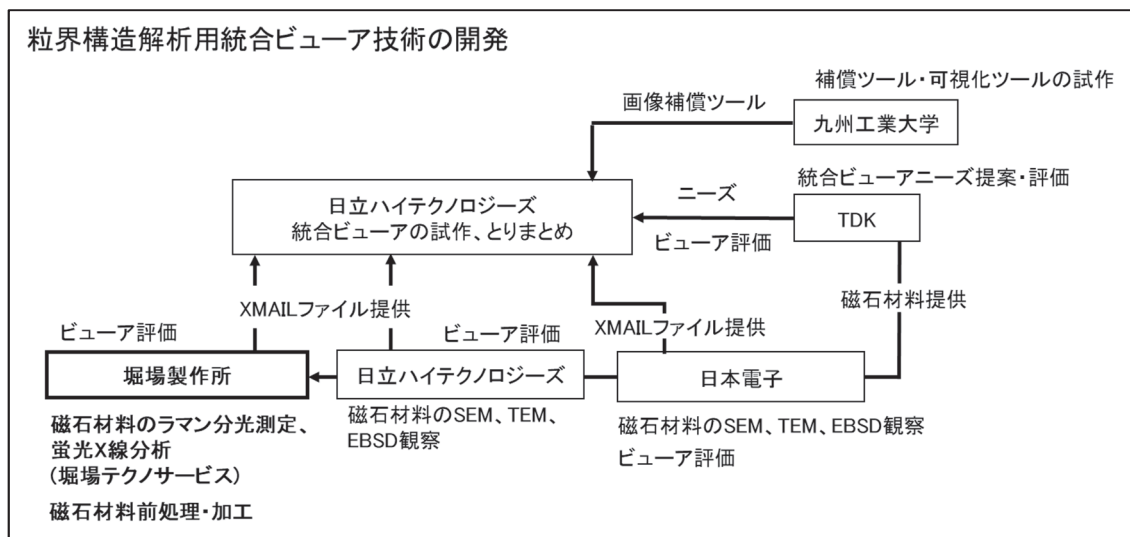


図2. 3. 21(b) 粒界構造解析用統合ビューアの開発体制図

### (3) 成果

#### A) 複合階層構造解析用統合ビューアの開発

複合階層構造解析用統合ビューアは、表2. 3. 2-1に示す個別計測分析装置の出力結果を統合解析する用途に用いるものとして開発した。

表 2. 3. 2-1 複合階層構造解析用統合ビューアで対応する機種

液体クロマトグラフ(LC)
ガスクロマトグラフ(GC)
液体クロマトグラフ質量分析計(LCMS)
ガスクロマトグラフ質量分析計(GCMS)
赤外分光光度計(FTIR)
走査電子顕微鏡(SEM)
透過電子顕微鏡(TEM)
核磁気共鳴装置(NMR)

合わせて複合階層構造解析用統合ビューアへの要求項目と要求仕様を表 2. 3. 2-2 のように決定した。また表 2. 3. 2-2 の要求仕様を満たす統合ビューアとして、図 2. 3. 2-2 のような画面構成の Web アプリケーション(一般的な Web ブラウザ上で動作可能なソフトウェア)を開発した。

表2. 3. 2-2 複合階層構造解析用統合ビューアへの要求項目および要求仕様

要求	要求の詳細	要求仕様
【要求項目I】 複数の計測分析装置の測定結果を統合的に扱いたい	住友ゴム工業で使用される表2. 3. 2-1の装置のデータを管理したい	表2. 3. 2-1の装置のコンバータが出力したXMAILファイルを読み込み、データとして扱えること。 読み込んだXMAILを一覧表示できること。
	異なる装置で測定されたデータを連携させたい	個々の測定データが散逸しないように、プロダクト(試作サンプル)ごとに各データをぶら下げて管理できること。
【要求項目II】 相関解析に向けてデータを視覚化したい	生データのままで扱にくいので特徴量を抽出したい	登録されたXMAILデータ内や付帯するcsvに含まれる結果情報を抽出できること
	個々のデータがどのようなものかを確認したい	個々のデータを閲覧できること。 読み込んだXMAILを一覧表示できること。
	相関解析に必要なデータを束ねたい	特徴量を列方向、プロダクトを行方向に並べたテーブルを表示・出力できること。
	マイクロ情報とマクロ情報を含めた解析をしたい	SEM/TEMデータ(マイクロ情報)とそれ以外のデータ(マクロ情報)からの特徴量を取り混ぜて解析できること。
	材料の配合情報、物性値を同時に扱いたい	材料の配合情報、物性値をインポートできること。 配合情報、物性値を特徴量と同列に扱えること。

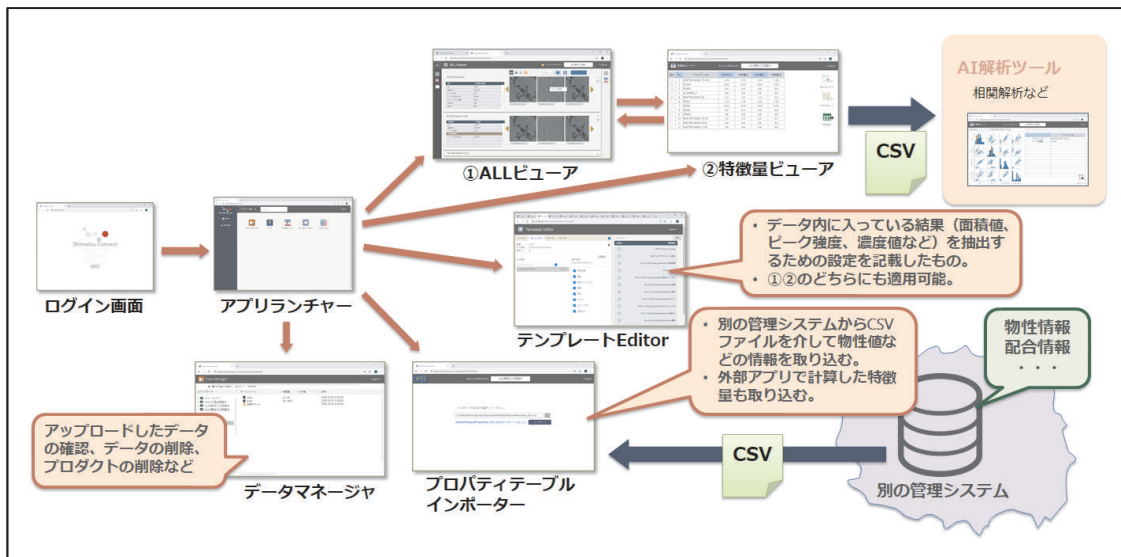


図2. 3. 2-2 統合ビューアの画面構成

Web ブラウザ上で URL を指定するとログイン画面になり、ユーザ認証を求められる。ログインするとアプリランチャ画面となり、そこから用途に応じた表 2. 3. 2-3 のようなアプリを起動できる。

表 2. 3. 2-3 統合ビューアが持つアプリ一覧

アプリ名	機能
データマネージャ	複数の XMAIL ファイルをプロダクト(試作サンプル)の単位で管理できるアプリ。アップロードしたデータの確認、プロダクトの削除などが行える。
All ビューア →図 2. 3. 24(a)、(b)	プロダクト単位で個々のデータを閲覧・比較可能なアプリ。最大4つまでのプロダクトを比較できる。
特微量ビューア →図 2. 3. 2-5、 図 2. 3. 2-6	複数プロダクトの特微量と物性値、あるいは配合情報を束ねることができるアプリ。束ねた情報を <b>特微量テーブル</b> と呼び、この画面から特微量テーブルを CSV ファイルに出力することで、外部の AI 解析ツールと連携が可能となる。
テンプレート Editor	データから特微量を抽出するためのデータ名の指定をテンプレートとして保存できるアプリ。All ビューアと特微量ビューアの両方で使用可能。
プロパティテーブル・インポーター	外部のデータベースから物性値、配合情報をインポートすることができる。インポート可能な形式は CSV ファイル。

また、この Web アプリ以外に、Web アプリ用データサーバにデータ(XMAIL ファイル)をアップロードするための**アップローダ**をデスクトップアプリとして開発した。このソフトウェアは XMAIL ファイルに変換されていれば他社のデータもサーバに登録できるソフトウェアである(図 2. 3. 2-3)。

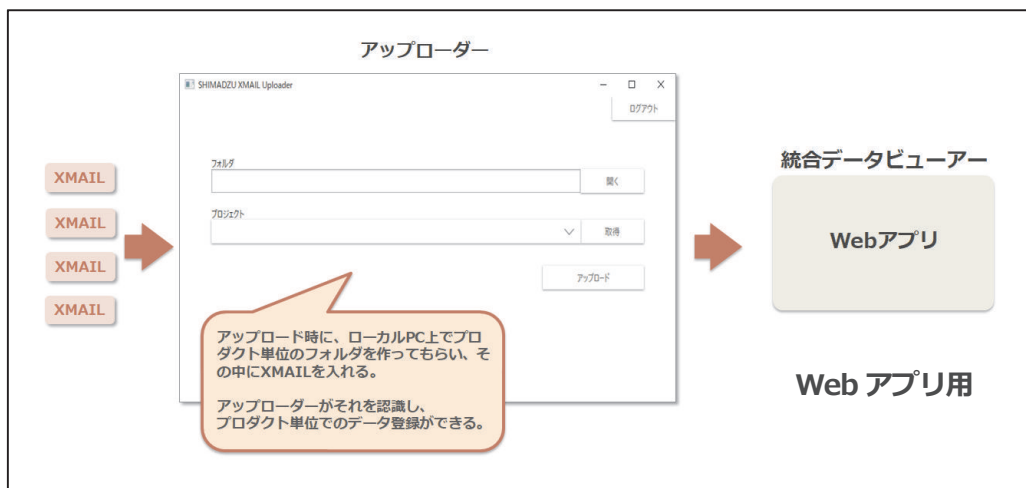


図 2. 3. 2-3 コンバートした分析データ(XMAIL)のアップロードの流れ

Allビューアの詳細について図 2. 3. 2-4(a)、(b)に記す。プロダクト単位で登録されたデータはAllビューアでは物性値、配合情報、特徴量とともに、クロマトグラムや画像などの生データを同時に閲覧することができる。プロダクトは4 つまで選択でき比較が可能。装置の切り替えアイコンにより、生データの種類を切り替えることができ、同じ装置データが複数個ある場合は、“<” “>” ボタンにより切り替えての表示が可能である。

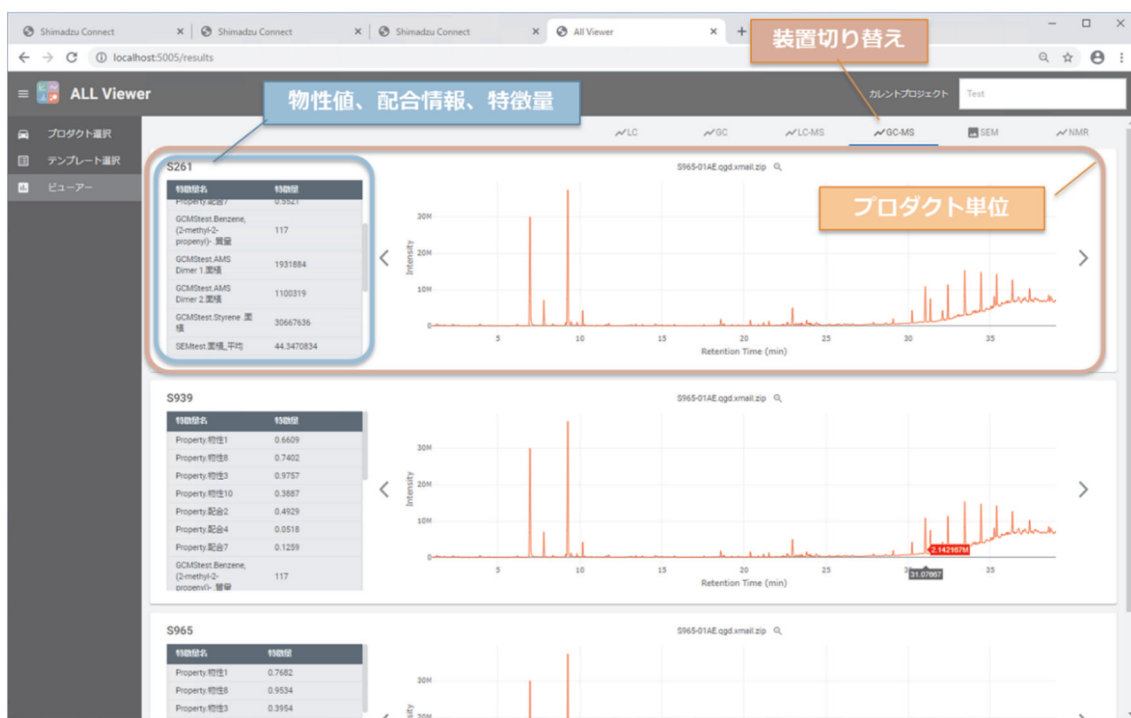


図 2. 3. 2-4(a) ALL ビューアによるデータ表示(GCMS データ)

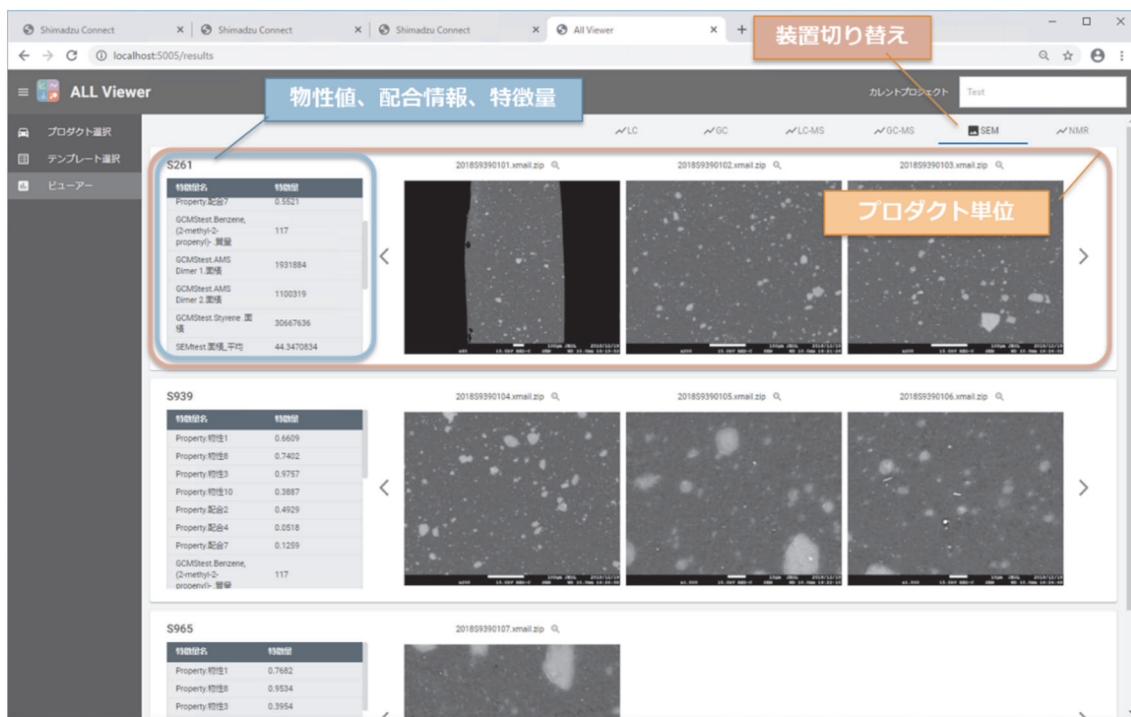


図 2.3.2-4(b) ALLビューアによるデータ表示(SEM 画像)

特徴量ビューアの詳細について図 2.3.2-5、図 2.3.2-6 に記す。プロダクト単位で登録された物性値、配合情報、特徴量は、特徴量ビューアで一覧表として表示することができる。行として表示できるプロダクト数に制限はなし。列情報として表示したい物性値や配合情報、特徴量は予めテンプレートで細かく設定でき、特徴量ビューアを表示する際にテンプレートを指定することで一覧表が作成可能となる。この一覧表を「特徴量テーブル」と呼ぶ。特徴量テーブルでは統計処理で言うところの目的変数となる「物性値」と、説明変数となる「配合情報」「(分析データからの)特徴量」を1つのテーブルに集められる。そのため、この表を CSV 出力したものを基にすれば、他のソフトウェアにて統計処理や機械学習が可能となる。

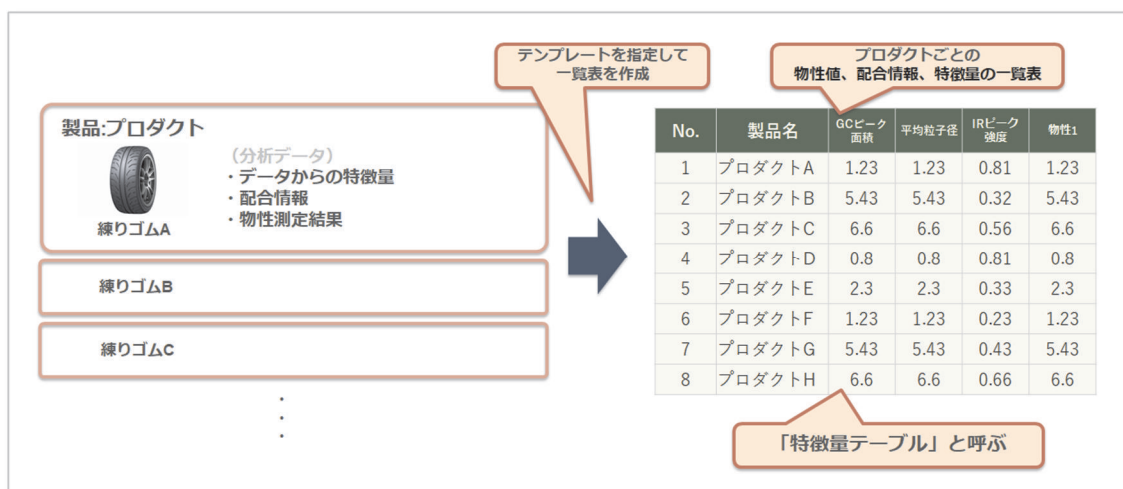


図 2.3.2-5 特徴量ビューアによる特徴量テーブル表示の概念



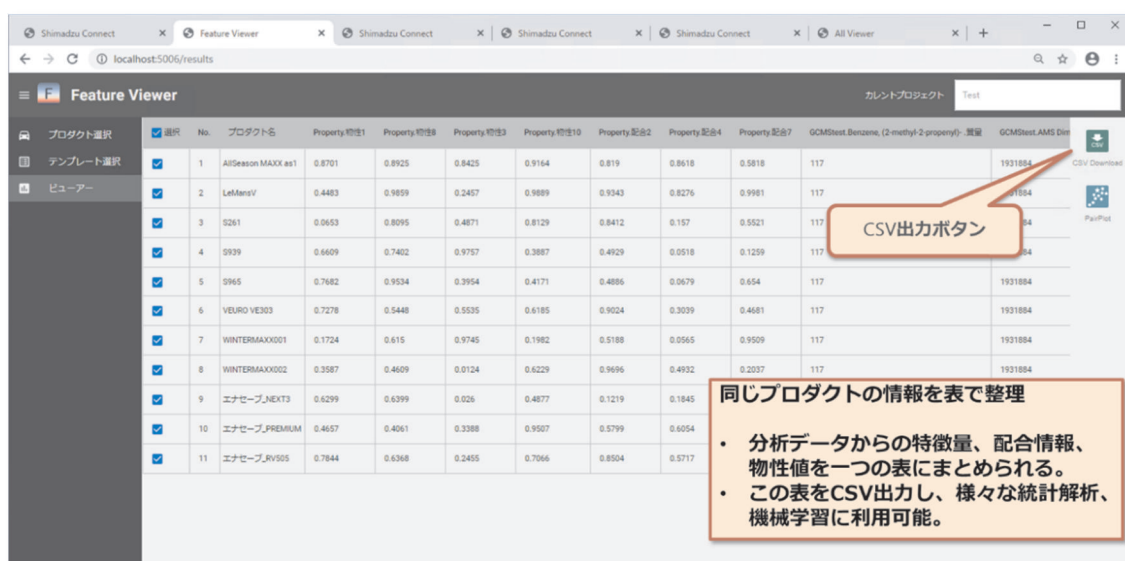


図 2.3.2-6 実際の特徴量ビューア画面と CSV 出力ボタン

以上を踏まえて、表 2.3.2-2 に示す要求項目 I への対応状況を次のように確認した。

①アップローダとWebアプリ用データサーバ

- 課題1で開発したコンバータにより XMAIL に変換されたデータファイルは、図 2.3.2-3 に示す「アップローダ」によりネットワークを介して「Web アプリ用データサーバ」に転送・登録(アップロード)することができる。
- Web アプリ用データサーバにデータが登録されると統合ビューアのいくつかのアプリ(表 2.3.2-3)でデータを閲覧したり、一部の値を抽出したり、それらの値を束ねたりが可能になる。

②データマネージャ

- 登録されたデータは、統合ビューアの「データマネージャ」により一覧表として閲覧可能になる。登録がうまくいったかの確認ができ、また不要なデータの削除が可能。
- データマネージャでは、複数の異なる装置で測定されたデータが、元になったプロダクト(試作サンプル)にぶら下がる形で、Windows のエクスプローラのようにツリー状に整理されて確認することができる。これにより、データの散逸を防ぐことができたり、未測定データが発見出来たりする。

また要求項目IIへの対応状況は次のように確認した。

③テンプレート

- 登録されたデータには、スペクトルやクロマトグラム、画像のような「生データ」と、それらを解析に掛けて得られた「結果情報」が含まれている。相関解析に掛けるのは主に結果情報である。そうすると、データから結果情報を効率よく抽出する手段が必要となり、「どの種類のデータからどの結果を抜き出す」という設定が行える「テンプレート」という機能を開発した。
- データに対して特定のテンプレートを適用すると、解析に必要な結果情報のいくつかを抽出できる。テンプレートは複数種類定義ができ、保存が可能である。テンプレートを定義するアプリを「テンプレート Editor」と呼ぶ。また、抽出した結果情報を「特徴量」と呼ぶ。

④Allビューア

- 図 2.3.2-4(a), (b) に示す「All ビューア」アプリでは、登録されたデータの生データに当たるスペクトルやクロマトグラム、画像の閲覧ができる。抽出された特徴量の値に疑問が出たときなど、生データに立ち返って調べることができる。
- All ビューアでは4つのプロダクトまで並べて閲覧・比較が可能で、プロダクトに複数装置のデータが属している場合は、画面上で容易に装置を切り替えることができ、複数装置の情報を取り混ぜての閲覧が可能である。クロマトデータから SEM 画像への切り替えも 1 クリックで行える。

⑤プロパティテーブル・インポータ

- ・ All ビューアでは、抽出した特徴量とともに、「配合情報」や「物性値」をテーブルとして閲覧できる(図 2. 3. 2-4(a)、(b))。それらの配合情報、物性値を外部ファイルから取り込むためのアプリが「プロパティテーブル・インポータ」である。取り込める形式は図 2. 3. 2-7 のような CSV ファイルである。

⑥特徴量ビューア

- ・ 特徴量ビューアでは、図 2. 3. 2-5 のようにデータから抽出した「特徴量」をテーブルの形で列方向に並べることができる。行方向はプロダクトである。その結果、図 2. 3. 2-6 のようなテーブルの表示が可能で、ここでは例えば SEM データからの結果(マイクロ情報)と GCMS の結果(マクロ情報)を取り混ぜて扱うことができるようになる。
- ・ また、特徴量ビューアには特徴量だけでなく、プロパティテーブル・インポータによって取り込んだ「配合情報」や「物性値」も同列に並べることができる。
- ・ 特徴量ビューアで列方向にならべる値も前述のテンプレートを用いて設定が可能である。
- ・ 特徴量ビューアは、図 2. 3. 2-6 のようなテーブルを CSV 形式で外部ファイルに出力することができる。チェックが入った行のみを出力する。この CSV ファイルを用いて、外部のソフトウェアで統計解析や AI 解析を行うことができる。

以上の記載をもって、要求 I、II は達成されていることを確認した。

	物性 1	物性 2 - 1	物性 2 - 2	物性 2 - 3	物性 2 - 4	物性 2 - 5	物性 3	物性 4	物性 5 - 1	物性 5 - 2	物性 6	物性 7 - 1	物性 7 - 2	物性 7 - 3	物性 7 - 4
2018-S853	0.791	0.56	0.69	0.413	0.693	0.951	0.615	0.604	0.5	0.307	0.367	0.574	0.569	0.59	0.104
2018-S854	0.766	0.52	0.65	0.397	0.657	0.907	0.605	0.604	0.74	0.207	0.395	0.448	0.444	0.564	0.082
2018-S855	0.765	0.54	0.68	0.413	0.553	0.78	0.61	0.604	0.715	0.215	0.435	0.467	0.461	0.596	0.09
2018-S856	0.778	0.5	0.63	0.387	0.673	0.94	0.608	0.605	0.77	0.199	0.49	0.531	0.524	0.61	0.102
2018-S857	0.778	0.52	0.65	0.397	0.693	0.931	0.598	0.604	0.77	0.199	0.453	0.515	0.51	0.582	0.094

図2. 3. 2-7 プロパティインポータで取り込めるCSVファイルの形式

上記のビューア構築に際して、日本電子は表 2. 3. 2-4 の計測分析装置群の共通データフォーマット(XMAIL 形式)とファイル構成を提供した。

表2. 3. 2-4 日本電子が担当した計測分析装置と出力ファイルリスト

装置種	機種型番	ファイル名
走査電子顕微鏡(SEM)	JSM-7200F	S1-5-5-1-C-分析x1500-06-2.xmail.zip
透過電子顕微鏡(TEM)	JEM-1400	JEM-1400-COMS-NANO.xmail.zip
エネルギー分散型X線分析装置(EDS)	JED-2300	S1-5-5-1-C_0000014.xmail.zip
電子線プローブマイクロアナライザ(EPMA)	JXA-8500F	20191203_EPMAサンプル
核磁気共鳴装置(NMR)	JNM-ECA600	1%CHCL3_1h_lineshape-1. zmail. zip
蛍光X線分析装置(XRF)	JSX-1000S	QEA metal_1_12_16_35_58.xmail.zip
電子線後方散乱回折装置(EBSD)※	EDAX	1901023-1-20kV-70.0.xmail.zip、粒度分布

※TSL社製EBSD

住友ゴムにおいて、クロマトグラフ、NMR、顕微鏡の各装置のデータコンバートと共にXMAIL内に特微量を内包する手法を検討し、開発した複合階層構造解析用統合ビューアに実装した。特微量を含むXMAILを表示が可能となったビューアを活用することで、これまで複数の分析装置で取得したデータを解析のために装置に付属されているPCで行っていたが、これらの分析結果を1画面で確認することができるようになった。この改善により次のような効果が確認できた。

- ・ 単体の装置からのデータ解析では不可能であった統合的な解析がより簡単に行える
- ・ 誰もが統合ビューアに集約されたデータにアクセス可能で、分析装置間移動・解析用PCの占拠などの制約がなくなった(5時間/週の削減効果)
- ・ 常に同じデータを共有しているため、データ管理について担当者への問い合わせ回数を削減できた(2.5時間/週の削減効果)
- ・ 常に同じフォーマットで解析可能なため、後工程でもデータ管理が容易になった
- ・ データの有無で測定状況が判断可能になり、プロジェクト進捗管理が容易になった

#### B) 粒界構造解析用統合ビューアの開発

粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアを開発するにあたり、日立ハイテクがビューア試作の責任企業となり分析機器メーカーである日本電子、堀場製作所とユーザ企業であるTDKとの間で、仕様の検討と評価をおこなった。

初年度はTDKからの要求仕様に基づき、ビューアの骨格をつくりXMAIL非対応のプロトタイプを試作した。この試作ビューアは基本的に日立ハイテクのSEM(走査型電子顕微鏡)のデータを読み込ませることができる仕様として、ユーザインターフェースや表示機能、解析機能と使用感、および解析データを表示する機能の確認を各社と行った。特にTDKにおいては、要求仕様が満足されているかとその到達水準の面での評価を行い、改良のためのリストアップを図った。また分析機器メーカー間では、最終要求仕様であるXMAILファイルのフォーマット構造や記述内容、ファイル構成(XMAILファイルの中にすべてを記述するのか、またはXMAILファイルと同じフォルダの中に外部参照ファイルとして格納し、そのURIをXMAILに記述するのか)などそれぞれについて情報の交換と検討を行った。

図2. 3. 2-8に粒界構造解析用統合ビューアVer1.0(UIおよび基本解析動作確認用)の動作確認結果を、図2. 3. 2-9に課題1で開発されたデータコンバータのXMAIL\_zipファイル内部構造の例を示す。

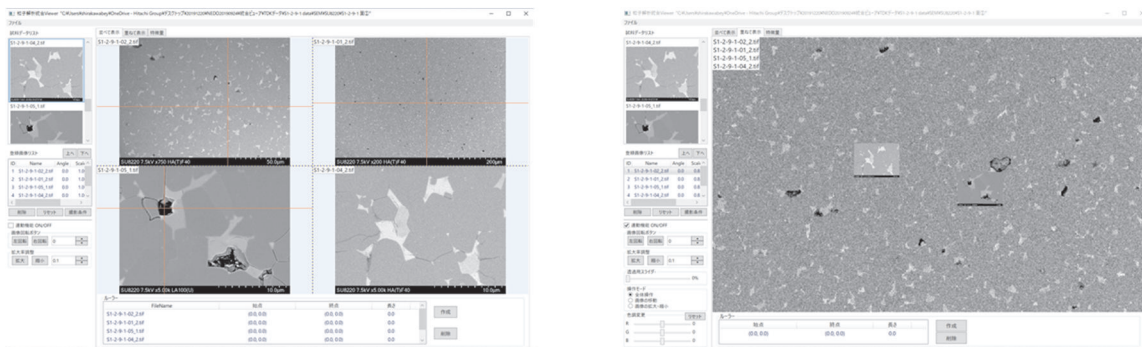


図2. 3. 2-8 粒界構造解析用統合ビューアVer1.0(UIおよび基本解析動作確認用)。SEM画像はTDKの磁石材料で検証

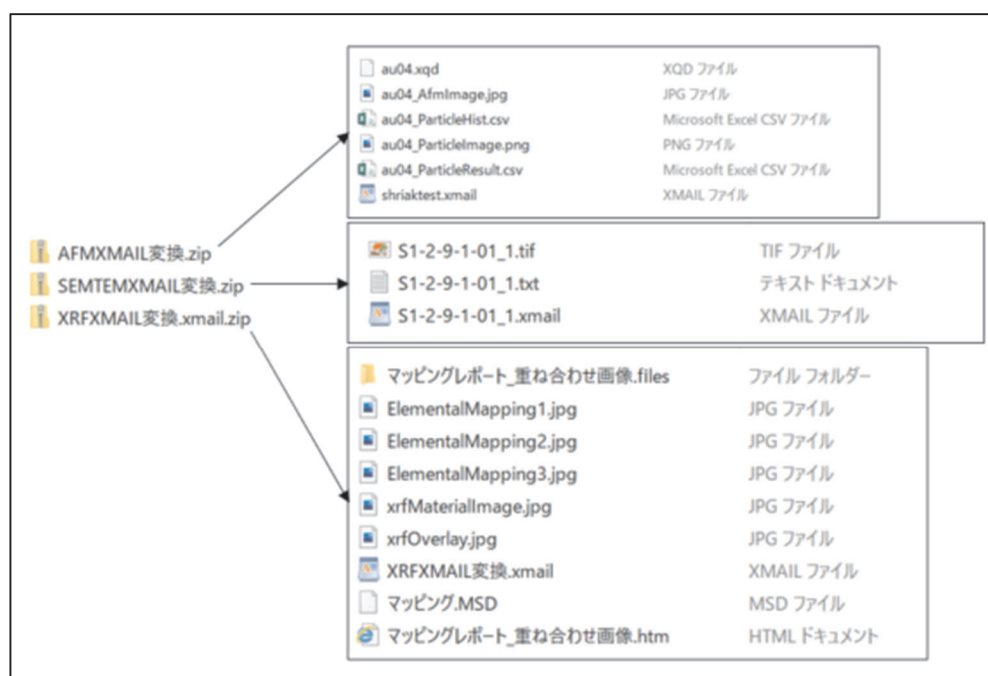


図2. 3. 2-9 データコンバータのXMAIL\_zipファイル内部構造(日立ハイテクのAFM、SEMおよびXRF装置からのXMAILファイルとURIで関係づけられた外部フィルの例)

合わせてXMAILを開発した九州工業大学や複合階層構造解析用統合ビューアを開発した島津製作所と共に、XMAILファイル内の構造や記述方法、リンケージ構造や方法などを相互に確認し、最終的なすべてのXMAILフォーマットを読むための課題の抽出を行った。これは課題1で開発された各社のXMAILコンバータはZIPファイル内の構造まで指定しておらず、XMAILファイルを粒界構造解析用統合ビューアで読み込む際に、これらの構造の違いがデータ読み込み時のエラーを起こす原因になることが懸念されたためである。図2. 3. 2-10にXMAILファイルの記述に不一致がある場合に生じたエラーの一例を示す。

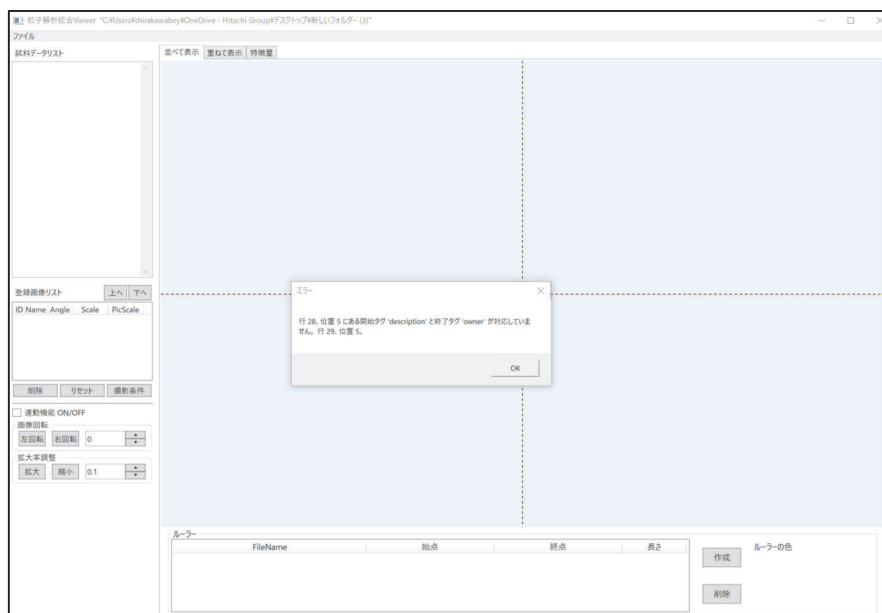


図2. 3. 2-10 XMAILファイルの記述に不一致がある場合のエラー例(ファイルを開くことができず、エラーの行数と理由がBOXに表示される)

粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアの開発は、次の3つの段階、1)日立ハイテクのフォーマットによるUIと要求仕様と動作確認、2)ユーザの要望を組み込んだ機能追加、3)その完成形をXMAIL対応にする、を設定して進めた。第二段階での開発においては、ユーザ企業であるTDKからの使い勝手の改善要求である、重ね合わせ時の各画像のRGB変調機能、透過度可変機能、ルーラーの追加、スクリーンショット保存、作業履歴の保存と結果の読み出しなどが要望され、必要な機能を追加した。これらの段階を設定して開発した理由は、前述のとおり各社各装置のXMAILファイルの記述が完全に一致しておらず、粒界構造解析用統合ビューアがそれらのファイルを読み込むことができない懸念があったためである。図2. 3. 2-11(a), (b), (c)にエンドユーザTDKの要望を反映した粒界構造解析用統合ビューアVer2.0の画面表示例を示す。



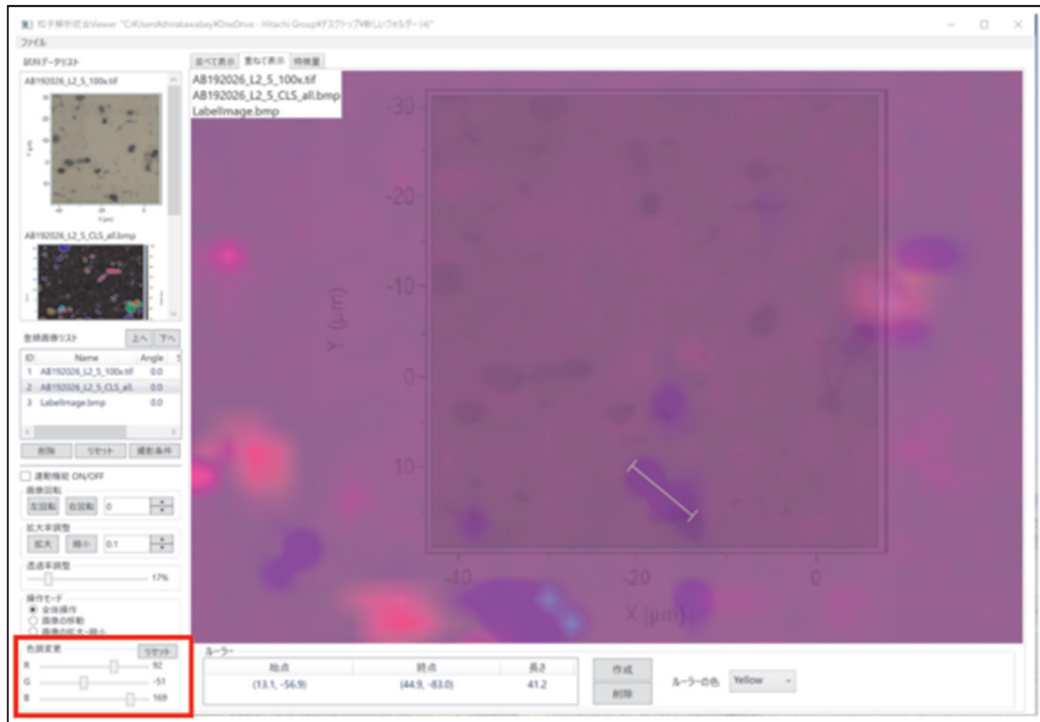


図2. 3. 2-11(a) エンドユーザTDKの要望を反映した粒界構造解析用統合ビューアVer2.0(1)  
赤枠は画像ごとにRGB色調を可変できるスライダー調整部

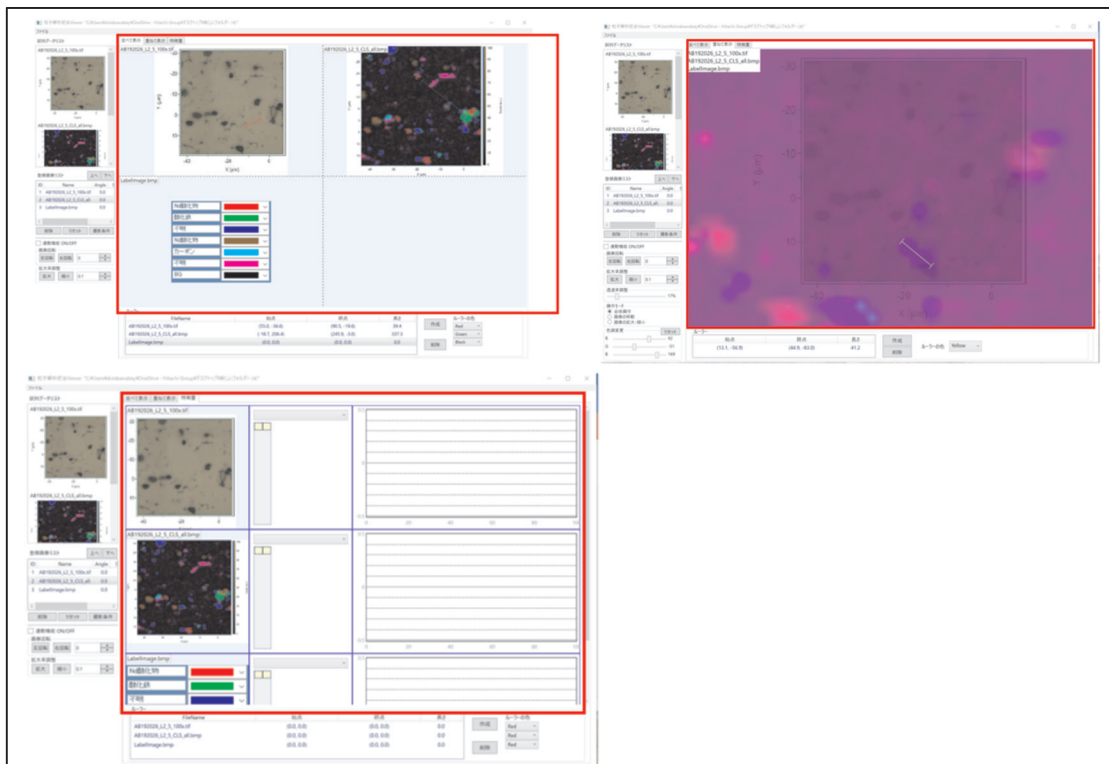


図2. 3. 2-11(b) エンドユーザTDKの要望を反映した粒界構造解析用統合ビューアVer2.0(2)  
赤枠はキャプチャ可能な領域。画像ファイル名は左上に記載される。

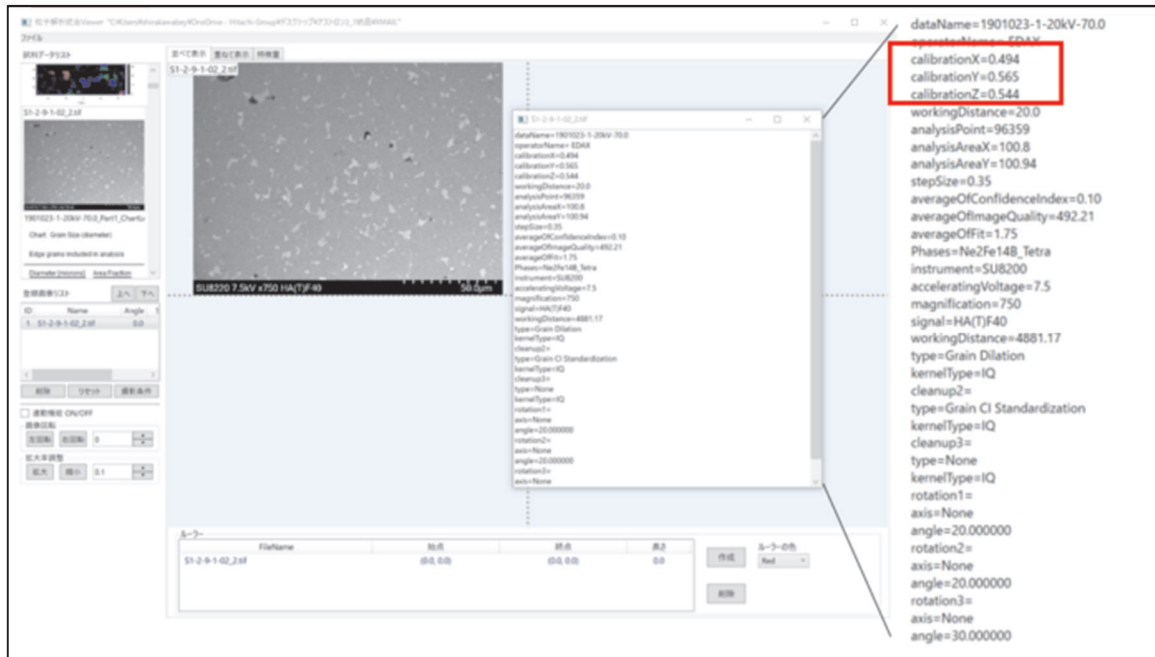


図2. 3. 2-11(c) エンドユーザTDKの要望を反映した粒界構造解析用統合ビューアVer2.0 SEM画像に付随した測定条件などの詳細情報。赤枠は観察時のステージ位置情報を示している。他にはWD(焦点距離)や各種条件が格納され、必要に応じてポップアップで表示可能な機能を有する。

XMAILの記述内容は研究課題1の成果と密接に関係している。粒界構造解析用統合ビューアは、もともと研究課題1におけるXMAILコンバート時の記述の各社・各装置の記述内容の整合性完了を待って、XMAIL対応開発を行う計画であった。しかしながら本プロジェクトは中間評価までの3か年を待たず2か年で終了となることが明らかになった。このため日立ハイテックでは本プロジェクトにおける粒界構造解析用統合ビューアの作製(相関解析に向けて解析結果を視覚化する統合ビューアの研究開発)を優先させ、XMAILファイルの読み込み機能について、最終的に各社の装置を限定することで実装を完了させた。

開発された粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアは、圧縮されたXMAILを読み込み可能であり、読み込まれた複数のデータは画像データとして一覧に表示される。ユーザは表示された画像から所望の画像を選択し最大4画像をビューアに表示させることができる。ビューアは3つのタブ(ページ)にて構成されており、表紙は選択した画像のタイリングによる閲覧、2ページ目にはそれぞれの画像の重ね合わせ表示機能を有し、3ページ目には特徴量表示の試作版を具備している。

1ページと2ページでの機能は以下のとおりである。

- 画像の拡大、縮小は単独でも最大4枚までの連動も可能であり、同一視野の取得イメージであればステージ位置情報も一致するため、より細密な解析を実現できている。
- 画像の回転は単独でも最大4枚までの連動でも可能であり、回転角度は数値入力によって、最小角度での微調整と大きく回転させる粗調整が可能になっている。
- 各画像ともRGBレベルが任意に変更できるため、重ね合わせの際の特徴点の強調のために、これらの設定を使うことができる。
- 各画像とも透過度の変更が個別に設定できる。また重ね合わせ順位が自由に設定できる。この機能によって特徴点を様々な角度から解析することができる。例えば透過度の変更によって通常のコントラストでは埋もれてしまう特徴点を抽出することができる。
- XMAIL フォーマットには画像の座標情報の記述があるため、座標情報によってそれぞれの画像の位置関係(同一試料の場合には部位)がわかる為、形状や偏析などの違いによる比較解析が容易になる。

- ・ XMAIL フォーマットには画像の座標情報の記述があるため、研究課題 2-2 で提案された測定位置精密位置合わせ技術を用いて各装置間、各社間の異なる手法、異なる装置によって獲得された同一部位の解析が可能となり、特徴点の複合解析を容易にする。

3ページ目の機能として、解析結果とその時の画像の表示機能を試作し組み込んだ。なお現状ではこの機能を特徴量の表示機能としているが、表示すべき情報はユーザによって多様であることが今回の研究で明らかになったため、将来アドオン表示などWEB-APIを用いた機能化などが必要であることを把握した。

ユーザ企業であるTDKが磁石材料の材料提供および各種測定を行い、相関解析に向けた特徴量抽出の議論・提案を行い、特徴量をもとに物性との回帰解析などを行い、磁石材料のマイクロ・マイクロ統合ビューアの実証検証・有用性の確認を行うために、日立ハイテックはSEM(走査型電子顕微鏡)、日本電子はSEM(走査型電子顕微鏡)およびEBSD(電子線後方散乱回折法)、堀場製作所はラマン分光顕微鏡のデータをそれぞれ読み込むことを可能にする、変換テーブルを付与した形でそれぞれのXMAILファイルを読みこむことが可能な粒界構造解析用(マイクロ・マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアを完成させた。図2. 3. 212に粒界構造解析用統合ビューアVer3.0 XMAIL対応版の操作画面例を示す。

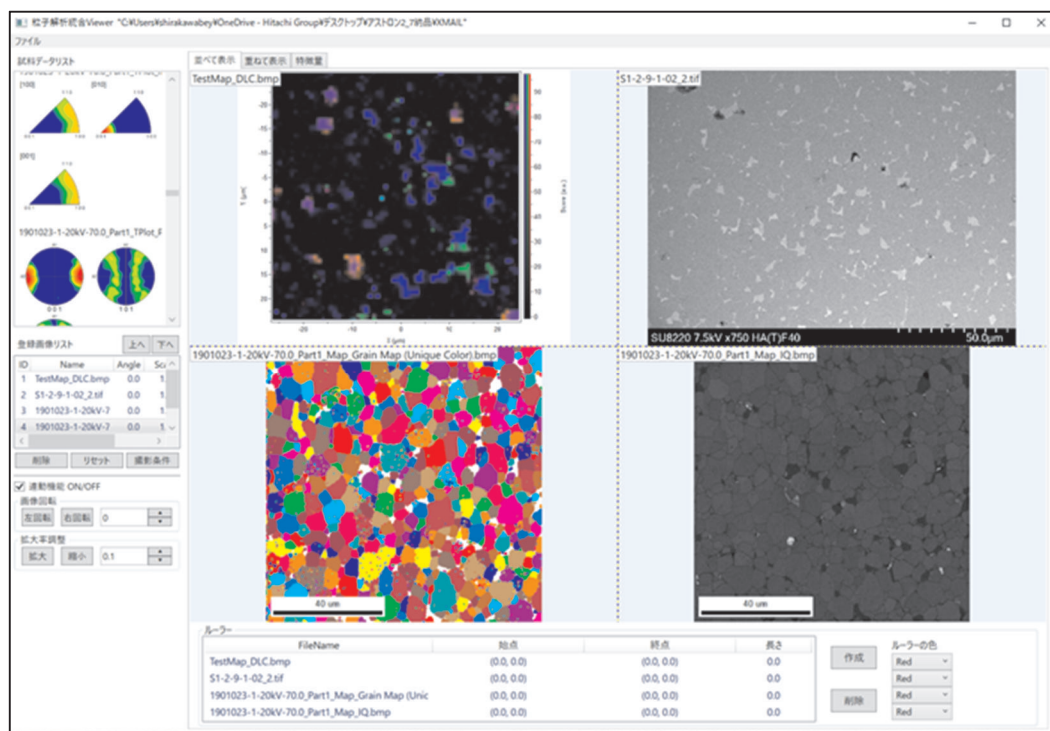


図2. 3. 2-12 粒界構造解析用統合ビューアVer3.0 XMAIL対応版。日立のSEM、日本電子のEBSD、SEMおよび堀場製作所のラマン顕微鏡の観察像が取り込まれている

本研究開発は、ビッグデータ解析時代の到来を見据えて、複数の計測分析装置をサイバー空間で結合することを特徴とするCPS(Cyber-Physical-System)型複合計測分析の基盤を構築し、個別の計測分析装置の測定対象情報を統合解析して、機能解析や故障解析を実現することを目指すものである。日立ハイテックはこの課題に対して、各社がXMAILに変換した結果をセキュアな環境でやり取りできる仕組みのとしてExTOPE(IoTサービスポータル)を提案し運用した。ExTOPEは各社からの共通フォーマットであるXMAILファイルを格納するデータ管理層をもち、共通ライブラリ層にはユーザの管理、装置の管理、セキュリティなどの機能を持つ。さらにアプリケーションインターフェースを介して、アプリケーション層にあ

る各種サービスアプリやビューアやAI解析機能などの機能へのデータ移送を認証の上で行い、安全性を確保する構造を持つ。またログイン時のIDとパスワード管理によってログの記録が管理者によって行われ、ユーザのダウンロード記録なども把握する安全性を担保している。なお、アクセス権は管理者によって自由に設定できるため、ユーザとメーカーのグループ区分やメーカー・メーカー、ユーザ・ユーザ間の情報のコンタミネーションも防止することが考慮されている。

本研究において、日立ハイテクは実際にアプリ部にWEB-APIを活用して粒界構造解析用統合ビューアを組み込むことによって、データをローカル環境に置かずCPS環境から引き出し、結果をCPS環境に戻す構造を構築した。これによってCPSの安全性を確保しつつユーザがストレスなくデータのアップデートと解析が可能になる環境を提供する仕組みを開発した。これらの構造を図2. 3. 2-13(a)~(e)に示す。

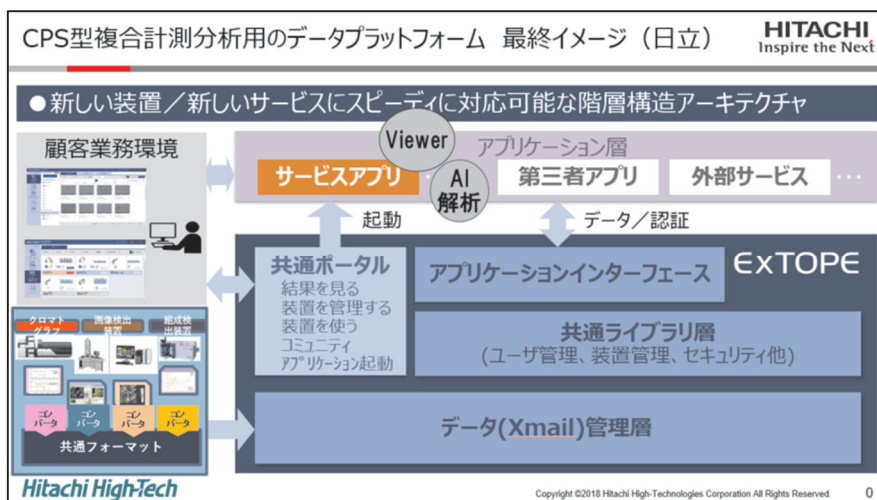


図2. 3. 2-13(a) ExTOPE(IoTサービスポータル)の構造と機能



図2. 3. 2-13(b) ExTOPEのログイン画面(IDとパスワードにより管理され、管理者はログインやダウンロード履歴を監視できる)



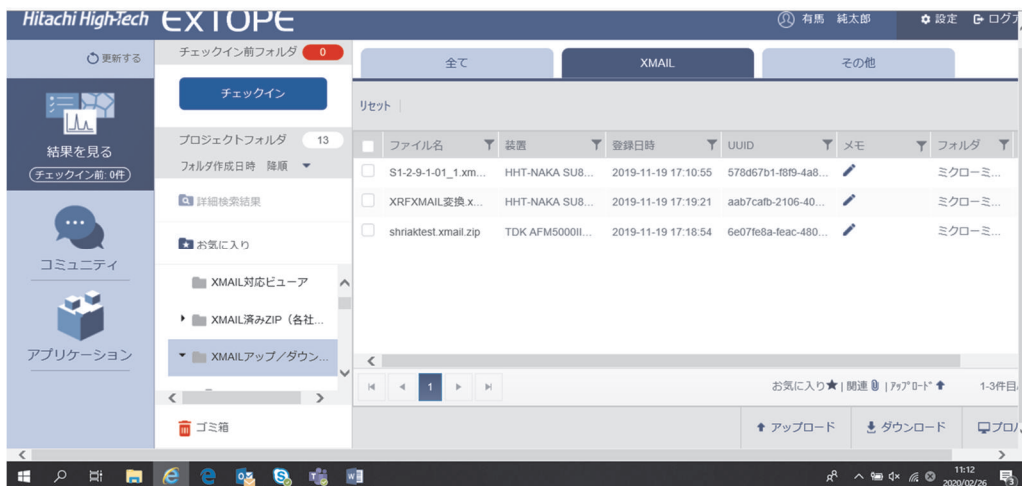


図2. 3. 2-13(c) ExTOPEのXMAIL仕分け画面

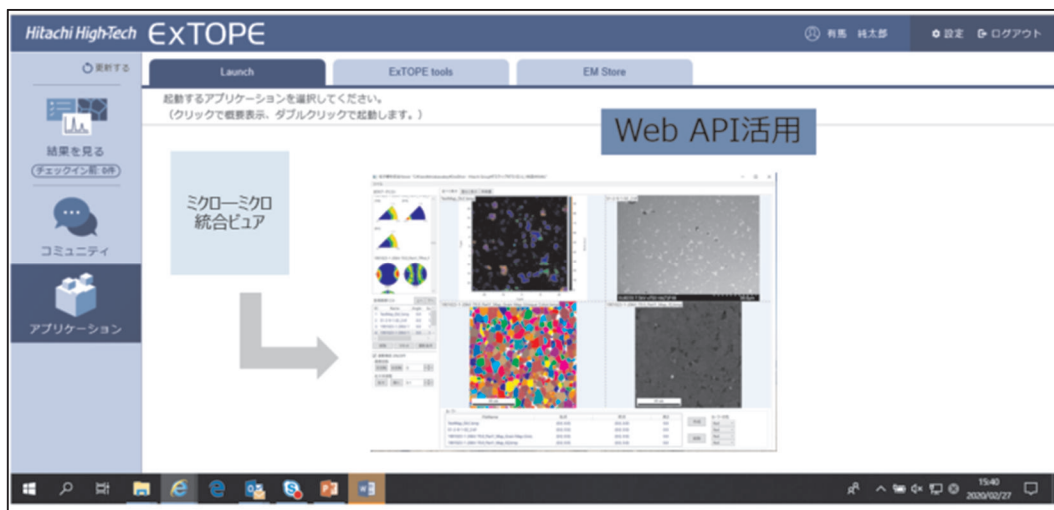


図2. 3. 2-13(d) ExTOPEのアプリ起動画面(粒界構造解析用統合ビューアをLaunchから起動するイメージ)

・ExTOPEではファイルが保存されるフォルダごとに、予め定義するユーザGrを割り当てることで、割り当てられたユーザGrに属するユーザのみフォルダが可視化される。  
 割り当てられていないユーザGrに属するユーザはフォルダそのものが表示されない。  
 ・1フォルダに対して複数のユーザGrを割り当てる事ができる。  
 ・サブフォルダは親フォルダのユーザGrを継承する。(サブフォルダは親フォルダのユーザGrを継承するため、個別設定は不可)

ユーザGr

課題 1 Gr	課題 2 Gr	リーダー Gr
XX様	〇〇様	A様
...	△△様	B様
	□□様	...

課題 1 フォルダ	課題 1 フォルダ	課題 1 フォルダ
課題 2 フォルダ	課題 2 フォルダ	課題 2 フォルダ

○ 参照可    ⊘ 参照不可(表示されない)

図2. 3. 2-13(e) ExTOPEによるファイル共有イメージ



粒界構造解析用統合ビューアの開発に際し、堀場製作所は、ラマン分光測定装置および蛍光X線分析装置の統合ビューア表示項目について検討した。次項の研究課題3-3において詳細に述べるが、これらの装置で計測できる項目のうち、磁石材料の磁気特性に影響を与える計測項目としては、材料中に含まれる添加元素組成比、結晶粒界に存在する化合物相が主な項目として挙げられる。TDKの解析のニーズを勘案し、以下を統合ビューアに表示させる項目として選定した。

〈ラマン分光測定装置〉

- ・測定条件、・光学顕微鏡像1、・ラマンマッピング像1(化合物相)、
- ・マッピングラベル1(化合物相)、・ラマンスペクトル1(任意)

〈蛍光X線分析装置〉

- ・測定条件、・CCDカメラ画像1(試料画像)、・定量結果1(元素組成比表)、
- ・X線スペクトル1

次に研究課題1で製作したラマン分光測定装置と蛍光X線分析装置用のコンバータによって出力されたXAILファイルおよび元データファイル群を圧縮したzipファイルを日立ハイテクに提供した。開発効率を考慮してラマン分光測定装置(堀場LabRAM HR Evolution)のみが粒界構造解析用統合ビューアの構成装置となったため、他の構成装置である走査電子顕微鏡(日本電子JSM-7200、日立ハイテクSEM)、EBSD(TSL社製:日本電子がコンバータ開発担当)の測定データ(測定条件、画像など)と合わせてデータ表示状況を確認し、ユーザのニーズに基づく表示形態、XMAILファイルの記述形式、コンバータ仕様などに関する課題を抽出した。

図2. 3. 2-14(a)にマイクロ解析用統合ビューアでラマン分光測定装置の計測データを表示させた画像を示す。磁石材料の材料組織の観察画像、酸化物相のマッピング画像、マッピングのラベル画像が表示されている。また撮影条件ボタンで測定条件が表示される仕様となっている。図2. 3. 2-14(b)にはラマン分光測定装置で測定したデータのマッピング画像と光学顕微鏡像の重ね合わせによる比較例を示す。統合ビューアは画像を重ね合わせしやすく画像を半透明にできる機能を有しており、光学顕微鏡で観察された材料組織像のどの部位がマッピング像のどの構成物に該当するか可視化できるようになっている。研究課題2で開発した共通ホルダによる位置合わせの技術を適用すれば、この機能は異なる測定装置間でも可能であり、たとえば電子顕微鏡の元素マッピング像とラマン分光測定装置のマッピング像を重ね合わせることで何の化合物相であるかの判定が可能となるなど、複合解析にあつては非常に有効なツールとなりうる。

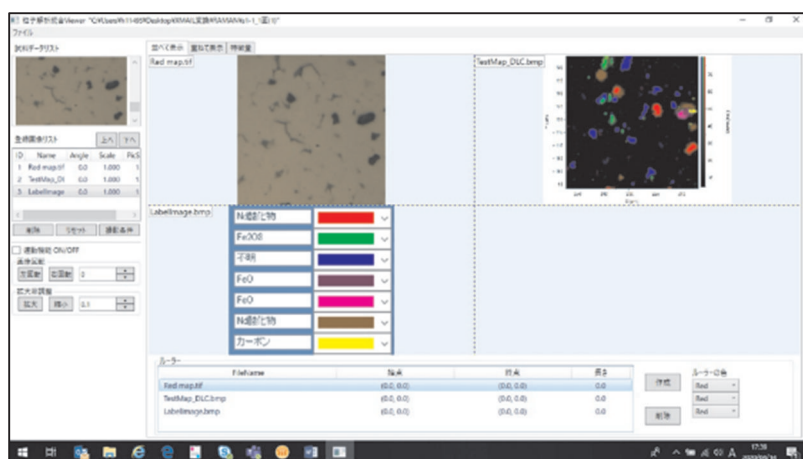


図2. 3. 2-14(a) 統合ビューア ラマン分光測定結果の表示画面

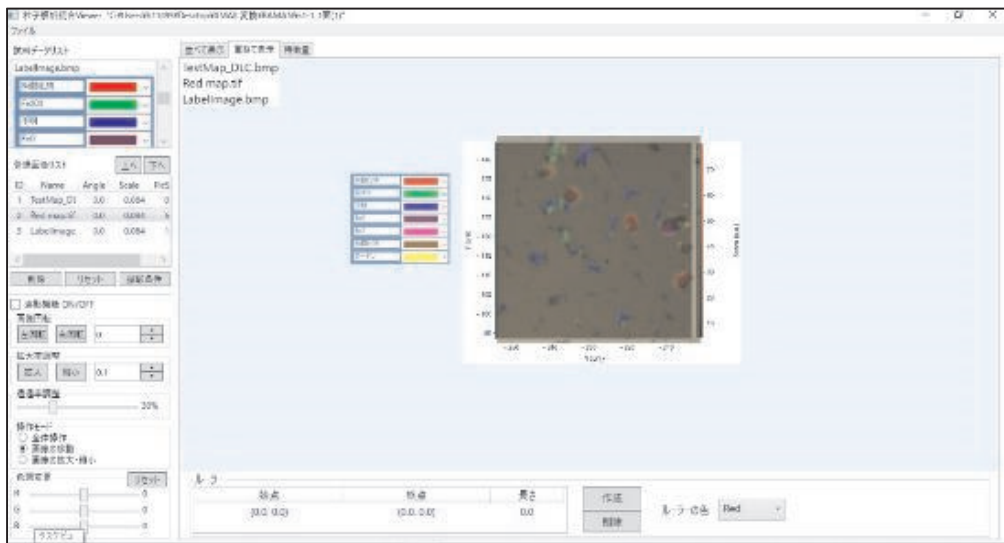


図2. 3. 2-14(b) ラマン分光測定装置画像の重ね合わせ

上記統合ビューアを試用して抽出された課題を以下にまとめる。

1) XMAIL に記載される分析装置の呼称

各装置から出力されたXMAILファイル内にはどんな分析装置で計測されたデータであるかが記載されているが、これらは装置メーカー各社で呼び方が異なっており、例えば電子顕微鏡(SEM)においては、ある装置では”SEM”とXMAILファイルに記載されているが、他の装置では”EM”と記載されていたりする。統合ビューアではこれらを走査電子顕微鏡(SEM)データと認識するために、記載を統一する必要がある。具体的にはXMAILファイル内の”instrument”の<name>の値を同一にする必要がある。堀場製作所のラマン分光測定装置においてもXMAILファイルには”LabRAM HR Evol”と記載されており、ラマン分光測定装置と認識できる一般的な表記とは言い難く、”instrument”の<name>は”RAMAN”とすることとした。

このように装置から出力される装置名や計測条件の単位など、個々のデータはメーカーごとに表記のされ方が異なっているため、統合ビューアでXMAILファイルデータを読み込む際には、それに応じた変換が必要となる。今回試作したビューアでは、”テンプレート”と呼ばれるファイルを装置毎に作成し、装置ごとの差異を埋め合わせるアルゴリズムが組みこんである。

2) 同観察位置表示のための座標データの記載、読み込み

統合ビューアで複数の装置データを複合的に解析する上で、異なる装置で観察した同一場所の画像を重ねて表示したいというユーザーニーズが大きい。研究課題2で開発した位置合わせ技術を使うことで可能となるが、どのように共通試料ホルダの座標データをXMAILファイルに記載し、統合ビューアでどのように読み込んで、ビューア上で重ねて表示させるアルゴリズムとするかは詳細に決められていない。今回試作した統合ビューアには各観察画像に座標データが付与されて読み込めるようになっており、SEMから出力されるステージのポジションデータをXMAILファイルに記載するようになっている。堀場製作所のラマン分光測定装置では観察位置座標(ステージ位置座標)の装置画面での表示はできるが、データファイルに付与して出力できるようになっていないので、手入力による対応しかできないため、現状はXMAILファイルへの記載およびコンバータの仕様にも未適用である。

今後、ビューア上で重ねて表示させるためのアルゴリズムが詳細に決められれば、XMAILファイルに記載できるよう装置側での対応を決定することができる。

### 3) 特徴量の XMAIL ファイルへの記載

後述の研究課題3-3の項で詳細に述べるが、磁石材料の磁気特性との相関解析の結果から選定されたNd酸化物相の面積率や粒径を特徴量候補として、統合ビューアに表示させるには、XMAILファイルに記載することになるが、解析の対象が異なれば着目すべき特徴量も変わるので、XMAILファイルにどの様に記載すべきか検討が必要である。今回の磁石材料のラマン分光測定モデルケースではZipファイル中にエクセルデータとして添付したが、さらにデータコンバートして特徴量のみをXMAILファイル化し、元XMAILファイルとのリンクのさせ方が検討すべき課題と考えられる。

### 4) XMAIL ファイル読み込み時の文字化け

XMAILファイルはその仕様の定義において、文字コードはutf-8テキストを使用することになっているが、統合ビューア読み取り時に文字化けを起こすケースがあった。これは使用しているパソコンの環境(設定)によって、自動でテキストファイルの文字コードを判定することによるものと考えられる。例えば今回、ラマン分光測定装置で出力したXMAILファイルはsift-JISコードで読み込むと文字化けが起こる。具体的には温度の表記で“°C”が単位として使用されているが、sift-JISコードで読み込むことにより文字化けが生じてしまっていた。統合ビューアソフトが、パソコンの環境に応じて自動で判別し文字化けが発生しているものと推定され、ビューア側に文字コードの読み込み指定をする必要があると考えられる。

### 5) XMAILファイル誤記の対応

ラマン分光測定装置から出力されたXMAILファイルの誤記が現時点でも残存しており、修正が必要である。XMAILファイルのバージョン表示や計測条件のパラメータの単位(s)に誤記がある。今回の試用ではXMAILファイルを手入力で修正し、統合ビューアの評価で使用した。

### 6) 蛍光X線分析装置の統合ビューア表示

今回の統合ビューア評価には組み込まれていないので課題は未抽出であるが、カメラ画像(bmp)、スペクトル表示(bmp)と定量元素構成比(表形式)の表示であり、ラマン分光測定装置と表示の形態は大きく変わらないので課題としてはラマン分光測定装置と同様と考えている。

上記1)-3)、5)についてはコンバータ仕様へ、4)については統合ビューア仕様への反映事項であり、概略の修正項目は明確にできており、各仕様に対してフィードバックすることができた。

またTDKは、日立ハイテクとマイクロ・マイクロ統合ビューアのGUIに関して要望し、プロト版をデモ検証して表2.3.2-5の改良点を提案した。図2.3.215(a)は並べて表示した場合の事例である。拡大率、縮小率を4画面個別に表示することが可能となり、それぞれの画像の倍率を変えても赤の十字が連動して動き、同じ座標を示すようになった。また拡大縮小のステップサイズ、線を引いた距離を測る測長機能、ファイル名表示の「削除」と「リセット」、テキスト情報(XMAILメタデータなど)のポップアップ、画像の回転について、提案通りに改善されていることを確認した。図2.3.2-15(b)は日立ハイテク(HITACHI)と日本電子(JEOL)のSEM像を並べて表示した結果をプリントスクリーンで保存したものである。XMAILに変換した日本電子のデータも読み込むことが可能となり、装置、観察条件の違いで見え方が異なることが明らかである。

表2. 3. 2-5 TDKでのデモ検証に基づく改良点

表示モード	提案した改良点
並べて表示	縦横のラインの交点が、4画面で同期して動くようにする
	マウスのスクロールでの拡大縮小で、0.01ステップで入力可能にする
	拡大率、縮小率を4画面個別に表示する
	線を引いた距離を測る測長機能を付ける
	始点、終点をそれぞれ拡大して決める(2点打ち)方法で測長する
	ファイル名表示のwindowに「削除」と「リセット」ボタンを設ける
	画像上で右クリックするとテキスト情報(XMAILメタデータなど)がポップアップし、測定条件など確認できるようにする
	回転の方向(LとR)を逆にする。角度ステップは1度
	結果をプリントスクリーンできるようにする
重ねて表示	色を付けた諧調に変換できるようにする(赤、青、黄色など)
	「ノーマル」の表示を「全体連動」に変更する
特徴量表示	今回はヒストグラム表示(特徴量抽出項目が決まった段階で再考)
	結果を出力(印刷)できるようにする

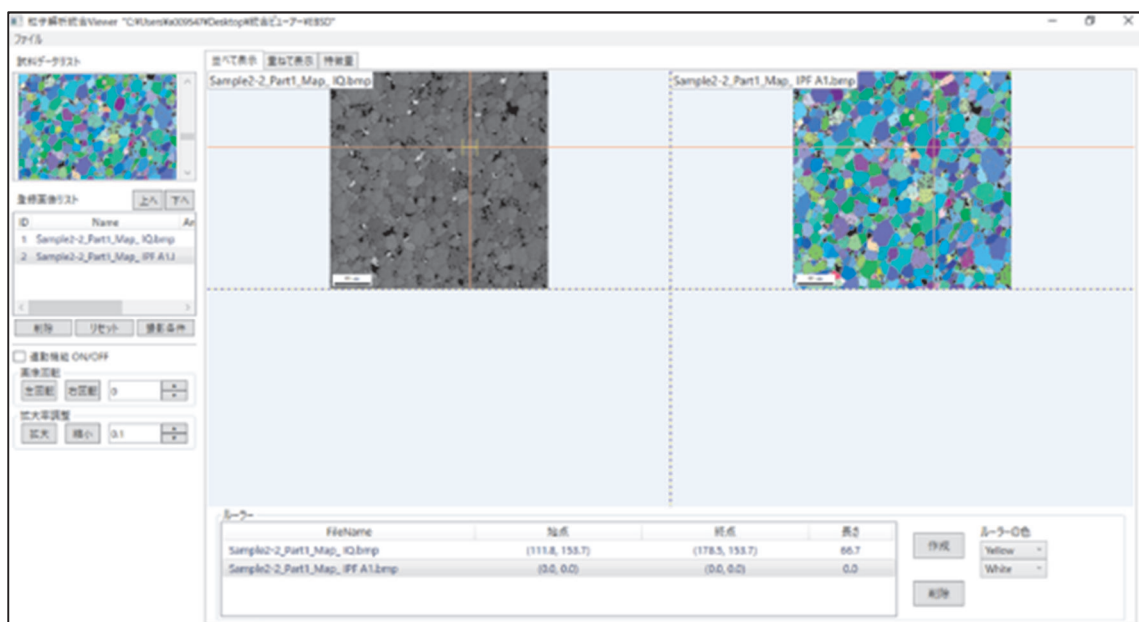


図2. 3. 2-15(a) EBSDのイメージオリティマップ(IQ map)と方位マップ(IPF Map)を並べて表示した例



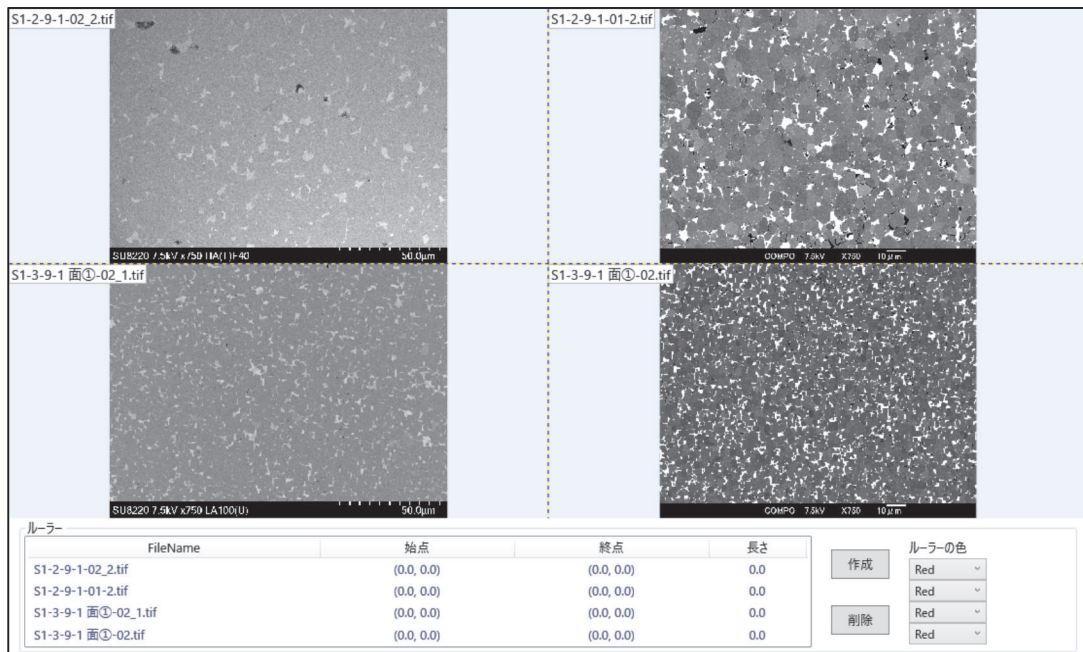


図2. 3. 2-15(b) 異なるメーカーSEM画像を並べて表示した例(左:HITACHI、右:JEOL)

図2. 3. 2-16は重ねて表示した場合の事例である。RGBIに色を付けた諧調に変換できるように改善された。また透過率調整で割合を変えることで重ねた画像の下の像も透かして見ることができるようになった。これにより、細かい構造を比較できるようになった最終版の動作を確認した。

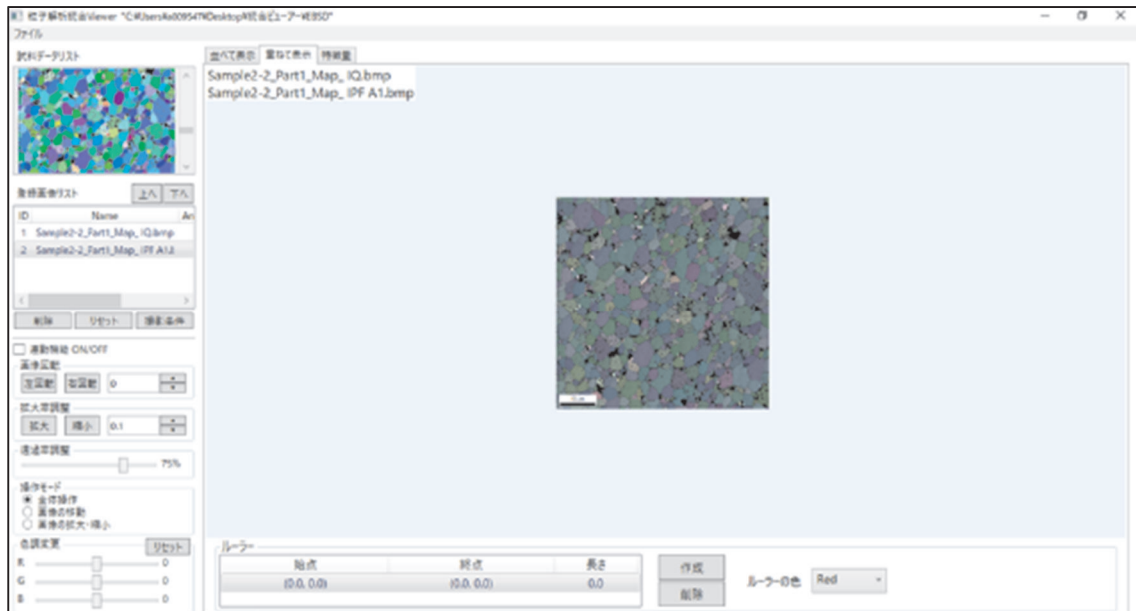


図2. 3. 2-16 EBSDのイメージクオリティマップ(IQ map)と方位マップ(IPF Map)を重ねて表示した例



### C) データ補償ツールおよび可視化ツール開発

#### ① データ補償ツール

今回、2年間の事業の中で、透過型電子顕微鏡画像のみに絞って、ある条件、ある電子顕微鏡で撮影した画像のデータ補償を行い、異なる条件、異なる電子顕微鏡で撮影された画像と比較できるようにするためのデータ補償ツールを開発した。フローの概要を図2.3.2-17に示した。

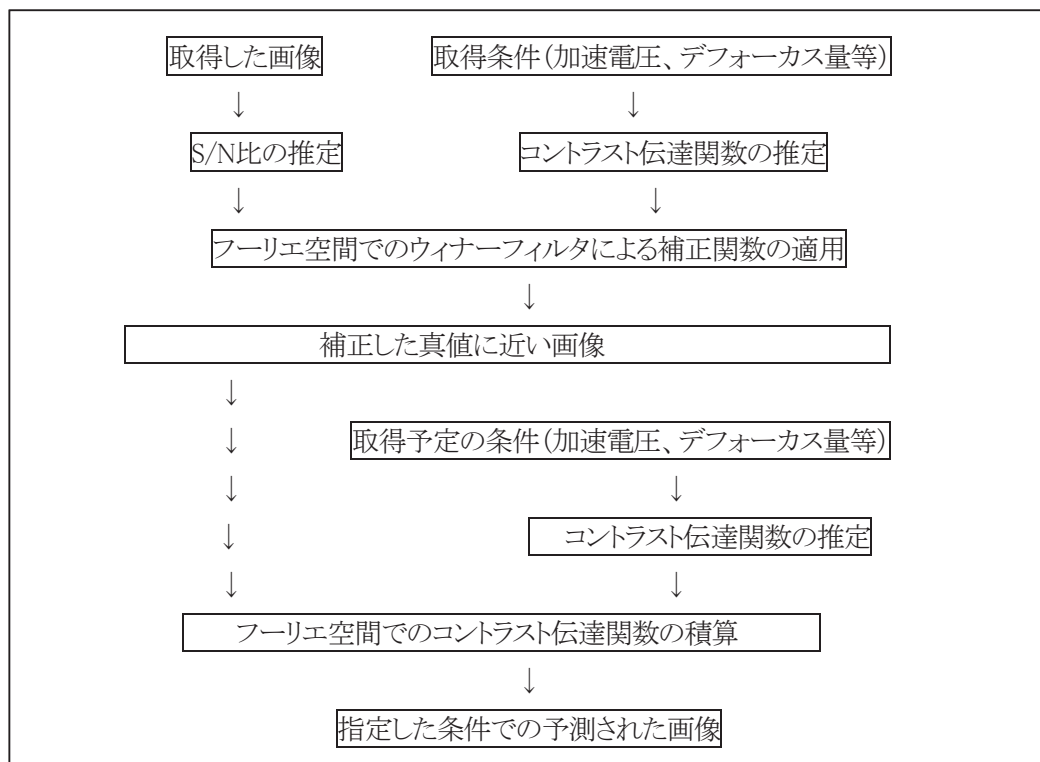


図2.3.2-17 データ補償ツール(透過型電子顕微鏡に対応)のフロー

これらはC言語を用いて開発され、大量のデータを一気に補償するためのCUI型のツール(command名: mrclmgaeCTFCompetition)である。しかし、これまで九州工業大学において開発されてきた pione/pione-client や zephyr と呼ばれるツールを使うことでネットワークを介して、CUI型のコマンドを実行することが出来る。これらのツールは、github/OSDN上に公開されている。

次に、実際に補正したものを図2.3.2-18示す。

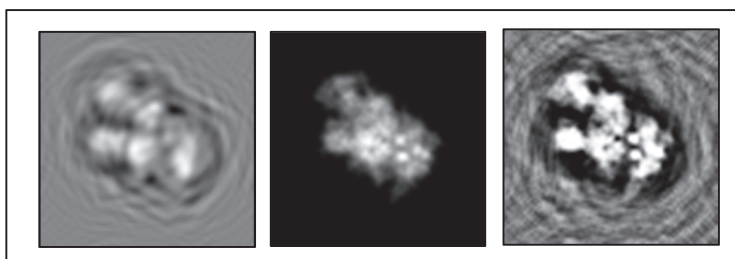


図2.3.2-18 モデルで示した電子顕微鏡補償ツールの実際  
左: 電子顕微鏡画像、中央: 真値の画像、右: 補償画像

図2. 3. 2-18からわかる様に補償画像は真値の画像のコントラストに近く、白黒の関係が正しく補正されていることが分かる。左の像は、200 kVの加速電圧で、デフォーカス量が2 μmの測定条件で計測される場合の電子顕微鏡写真のモデル図である。真値像は、対象とする物体からシミュレーションされた密度マップを示したものである。右は、左図のデフォーカス量によるボケ(変調)を見積もり、左図のフーリエ変換像を求め、その位相情報を補正した後、実像に戻すことで、画像のボケ(変調)を補正した図である。左図でボケ、また、場所によって白黒が反転しているものが、中央の図と同様の白黒パターンを持っている。ただし、現時点では、まだ、高周波が強調された画像となっており、さらなるアルゴリズムの改善は必要で超解像法による空間補正を加える予定である。また、厚み方向の情報を考慮するために、2D画像からの3次元画像構築のアルゴリズムを提案した。角度方向の決定のために、特に工夫を凝らしたものである。

## ②フロー可視化ツールの実装

本フロー可視化ツールは、2つの点を考慮して作成されたものである。第一は、複数のXMAIL内に記述された計測・分析のフローを可視化し、その後接続等が誤っている場合に修正する、また、最終的にはXMAILの作成の際の補助を行う事である。本事業では、可視化し、接続がおかしい部分を明確にすることで修正できるツールを試作した。修正は現時点では、XMAILの対応部分を直接変更する必要があり、ユーザフレンドリなツールとしては不十分である。

第二は、この可視化ツールが本事業等で作成される統合ビューア等から利用できる方法を提供することである。これはRESTful APIを備えたものとして開発する事で、ブラウザ等から呼び出せるものとした。

第一の観点に関しては、XMAILで記述されたデータの中には、<protocol>タグで示された領域に、計測・分析のフローがPNML形式と対応する形で記述されている。また、<eventLog>タグの中には、このフローが実施された時刻、<data>には、その結果得られた計測分析結果が示されている。<protocol>タグ内に示されたPNML形式は、ペトリネットと呼ばれる離散分散システムを数学的に表現するための記法である。XMAIL内では、ペトリネット形式を利用して、実際の計測、分析で実施された条件、材料と計測・分析方法、そしてその出力が条件とともに記述されている。本フロー可視化ツールでは、そのフローを可視化した。

その具体的な開発は、Graph DB(Neo4j)をプラットフォームとして活用し、XMAIL-Viewer(仮名)として試作した。そのシステムの全体像を図2. 3. 2-19に示した。

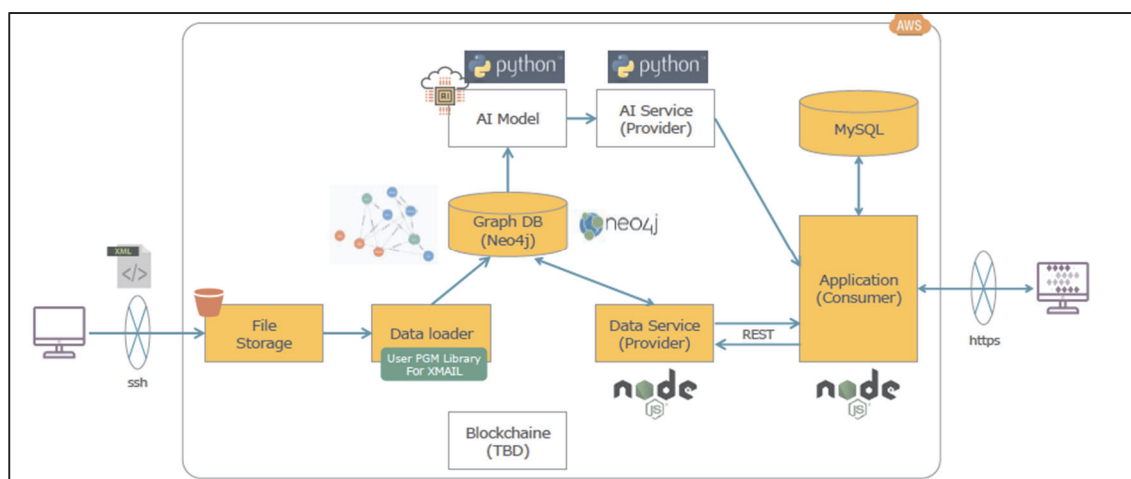


図2. 3. 2-19 XMAIL-Viewer(仮名)の概要。Graph DB(neo4j)を中心に、データローダとデータプロバイダを設計。アプリケーションからRESTful APIを通して取り出せる。

このシステムの中心をなすものは、ペトリネット等のネットワーク型の情報を効率良く探索するためのグ

ラフ型データベースである。本事業では、試作の中で、当該データベース等が本事業の目的とするXMAILによる表現の可視化に実用的であるかどうかを示すことも目的であった。結果として、ネットワーク型DBは、計測・分析のフローをデータとして取り扱うのに適していることがわかった。

実際に、Web Browserを介して、XMAILのデータをGraph DB上に取り込み、Cypher言語(Neo4j上の検索言語)を用いて、PNMLのリンク関係を示したビューアの実例を図2. 3. 2-20(a)に示した。青丸が計測分析そのものを、白丸がその際の条件、材料および結果を表現したものであり、接続している矢印がそのフローの流れを示している。

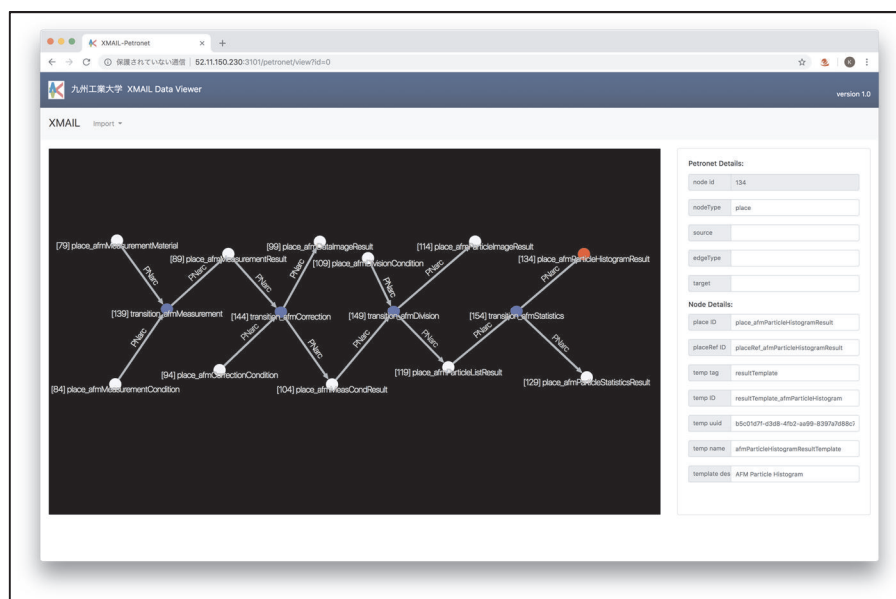


図2. 3. 2-20(a) 試作したXMAIL Viewerの実例1：AFMデータを用いたプロトコルのフローの表示。(青丸が計測分析に対応するtransition、白丸は条件、材料、結果に対応するplaceを示す。右は選択したplace(赤丸)の記述情報を示している。)

ここで示したものは、AFM等で撮影後、その画像から粒径等を取り出してくる画像解析を行う流れを示したものである。<protocol>に記述されたフローとそのフローのそれぞれが示す条件を表示できる。これにより、当該計測結果がどのような過程を経て得られたものか、また、その条件や試料がどのようなものであったかを可視化することに成功した。このことから、当初の目的を達した。また、これらは全てブラウザにおいて表示されており、RESTful型APIによる読み出しのみで表示可能である。ブラウザ依存でないこともSafari/Chrome/IEにて表示できることをもって確認した。したがって、他の統合ビューアからも呼び出すことが出来る。

図の中では、赤丸で表示されているノードが存在するが、これは選択したものである。その内容が右のメニューで表示できている。現在は<protocol>に記述された内容のみを表現しているが、今後、<ref>で関係している<eventLog>(計測分析時刻等の情報)および<data>(実際に獲得されたデータの情報)等に記述された内容を取り込むこととすることで更に有用性をあげることが出来る。

図2. 3. 2-20(b)はXMAILで表現されたSEMデータを用いたものである。これは、その前の計測段階で得られた2つの結果を次のステップ(transition:遷移)で利用していることを表現した事例である。計測/分析においては、複数の結果を利用する様な事例は多いが、図に示した形での可視化に成功した。

図2. 3. 2-20(c)は、ICPM法による計測分析の場合のフローを示している。図2. 3. 2-20(a)~(c)は、異なる計測装置から出力されたXMAIL型フォーマットの情報である。そのいずれも本システムを使ってその計

測フローが条件とともに記述されている。この事は、当該XMAIL-Viewer(仮名)が、複数の異なる計測分析機器を表示できることを示しており、共通プラットフォームとしての役割を果たしている。また、XMAILの表記自身が計測分析フローを表現できることを証明したともいえる。

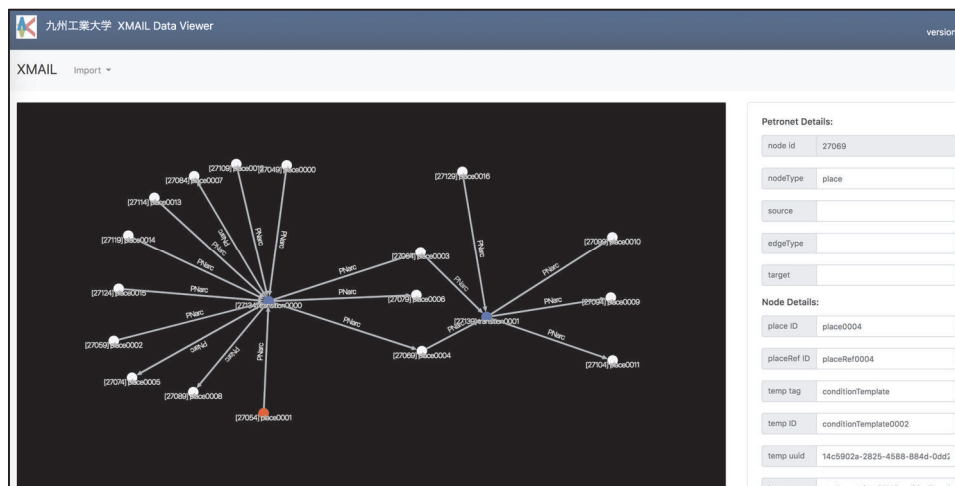


図2. 3. 2-20(b) 試作したXMAIL Viewerの実例2:SEMデータを用いたプロトコルのフローの表示。(表示方法は図③-20(a)と同様。Transitionとplaceの位置は自由に設定でき、かつ選択できる)

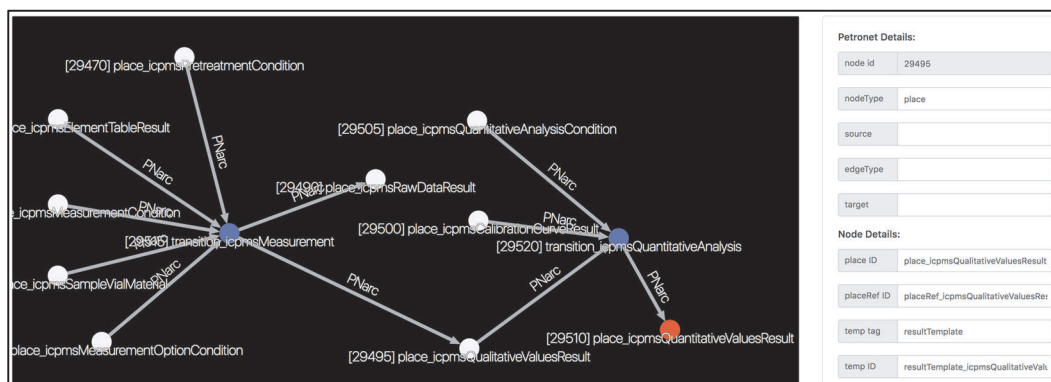


図2. 3. 2-20(c) 試作したXMAIL Data Viewerの実例3:ICPSMデータを用いたプロトコルのフローの表示。(表示方法は図③-20(a)と同様)

図2. 3. 2-21にはユーザの作業フローを示した。XMAILファイルが複数入力されると、そのuuidに応じて、条件、試料、結果等を整理し、同一のものは結合する。その後、入力されたXMAILを選択することで、選択したXMAILが表示できることとしている。TBDの点線で示された“素の追加、削除”等は今後の作成課題である。このシステムはWebをとおして実行可能であり、イメージ図等の出力も可能となることを目指している。上述の図で可視化されたネットワーク図が意図したものでないときには、XMAILの当該部位を直接修正することで、修正できる。

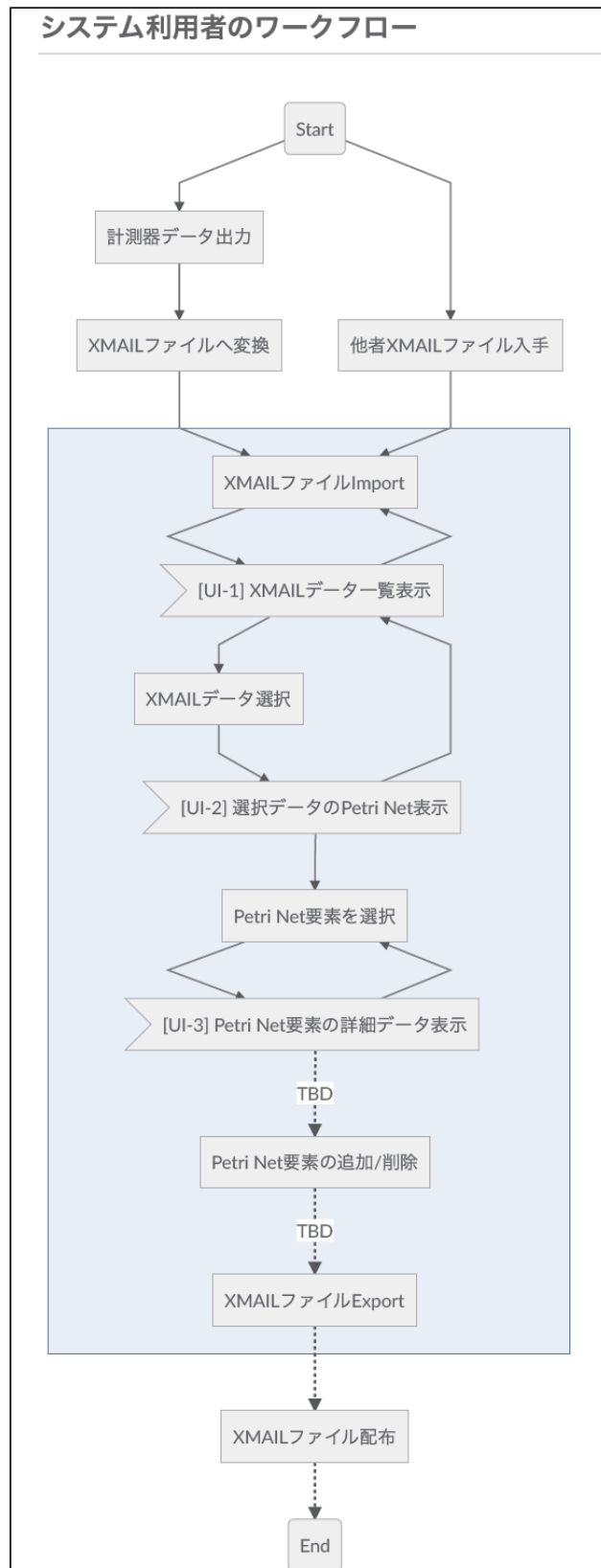


図2. 3. 2-21 XMAIL Viewerの利用者のフロー。複数のXMAILの間で、同一UUIDをもつ材料や結果を結びつけることが可能。



図2. 3. 2-22には、複数XMAILを読み込んだ際の表示テーブルを示した。ここでは、内部情報もあり、nullの形で表示しているが、実際のデータではその値が表示される。個々のファイルがどのような計測方法で、また、誰によって、どの機器で計測されたかを知ることが出来る。

NID	File Name	XMAIL uuid	XMAIL name	XMAIL description	Creatir uuid	Creatir name	Creatir description	Vendor uuid	Vendor name
0	.XMAIL/Hitachi/20171031173821.xmail	41805eae-7d56-46dd-a557-55ba87e9d592	afmDataFile	AFM DataFile	0e8b10d0-1938-4fab-a772-170a3307dfc4	Creator	Atomic Force Microscopy	bcccd90f-4535-4e89-9abb-879d75379e3e	HHS
704	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0082.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
1680	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0083.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
2660	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0084.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
3640	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0085.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
4620	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0088.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
4612	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0089.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
3632	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0090.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null
6564	.XMAIL/Horiba/SIO2-FracA_0091.xmail	null	null	null	null	null	null	null	null

図2. 3. 2-22 XMAIL Viewerで複数ファイルを読み込んだ際のテーブル表示

#### (4) まとめ

実施計画に記載した課題3-2に関する最終達成目標は、次の2項目である。

- ・ 複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアと、粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアの2種類を試作し統合ビューア技術を開発する。
- ・ 統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し、修正するための可視化ツールを試作する。

研究開期間が2年に短縮され、研究課題1で開発するデータコンバータの完成(作製)時期との調整で困難な面はあったものの、上記③の研究開発の成果に詳しく記載したように、この目標のいずれも達成した。

今後の課題を含めた特記事項は下記の通りである。

A. 粒界構造解析用統合ビューアは、現在のところ、XMAILファイルで読み込み可能な装置を限定している。これはXMAILフォーマットの仕様が各社・各装置間で一部異なるためであり、テンプレートファイルを作成してこの差異を吸収して読み込みを実現している。フォーマットの違いの実例として、日時フォーマットがある。これを統一化する上で、以下のような検討と修正が求められる。

- ・ 作成日時は「必須項目」とし、スキーマ上一つの要素(Element)として昇格させる
- ・ 日付・データ型はXMLスキーマ(x3cのxsd:dateTime)およびISO8601で定義されているため、フォーマット文字列を指定しない

今後XMAILフォーマットの仕様が統一された際にはテンプレートファイルは不要となり、各社・各装置のXMAILフォーマットの読み込みが可能となる。

その他の検討課題として、文法(スキーマ)仕様(装置種類や使い方に拘わらない話)と運用仕様(装置種類等に特有のパラメータや構成各社間の規格化)の分離、必須およびオプション項目の整理がある。さらにデータの安全性に関する指針として、トレーサビリティ機能(UUIDの付与)が必要である。これには、コンソーシアム等で管理した方が良いもの(機関名、計測手法、装置種類等)と個々の機関で自由管理す

るもの(測定者、機種、XMAILの識別子等)を分けて考えること、それぞれの管理単位でトレース/検索できる機能を付与することが必要である。

このように、研究課題1と連動してこれらを整備することによって、XMAILに変換した結果をセキュアな環境で安全にやり取りでき、開発されたXMAIL対応の粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアの利用範囲が広がるものと考えられる。

B. 計測・分析条件の違い等を補償して比較検討が可能なデータを提供するデータ補償ツールの成果は、OSDN(<https://ja.osdn.net/projects/eos/>)を通して公開した。

## 2. 3. 3 相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価(研究課題3-3)

### (1) 目標

本研究課題においては、AI活用に必要な解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)の構築と、データの収集・蓄積(データベース化)およびデータ解析に向けた支援技術の開発を行うことを目標とする。このため、次3つのサブ研究課題に分けて推進する。

#### [1] 相関解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)の構築

タイヤ材料開発に特徴的なマクロ-マイクロ構造の相関と、磁石材料開発に特徴的なマイクロ-マイクロ構造の相関に着目して、相関解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)の構築を行う。それぞれ、研究課題3-2で試作した複合階層構造解析用統合ビューア(マクロ-マイクロ構造の相関解析用)と粒界構造解析用統合ビューア(マイクロ-マイクロ構造の相関解析用)の2種類を活用して遂行する。

#### [2] データの収集・蓄積とライブラリー化

様々な計測分析手法を活用してタイヤ材料、磁石材料の複合計測を行い、相関解析に向けたデータ収集・蓄積を遂行する。合わせて、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報をもとに、数100程度のデータを有する構造化ライブラリーを作製し、材料の性能予測を可能とする評価項目を選定する。ライブラリーの作製は、タイヤ用ゴム材料(マクロ-マイクロ構造用)、磁石材料(マイクロ-マイクロ構造用)を対象に行う。

#### [3] データ解析技術の開発とモデル実証

タイヤ材料、磁石材料を対象に、相関解析に向けた特徴量抽出・評価を試行する。タイヤ材料では、使用されるポリマ、添加剤(組合せ)のグリップ性能向上に資する特徴量抽出・評価とともに、原料フィラーの走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡観察画像から形態や分散状態の差異を特徴付け、ゴム特性との関係性を明らかにする。磁石材料では、走査電子顕微鏡画像情報(結晶粒組織のサイズや異方性など)を対象として、材料組織情報に変換するための自動セグメンテーション技術の開発を実施し、組成や結晶方位など抽出した特徴量と磁石特性に対する関係評価を行う。

### (2) 実施体制

相関解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)の構築は、計測分析機器メーカー4社が協力して行った。その際、複合階層構造解析用統合ビューアを活用したソフトウェア環境構築は島津製作所が、粒界構造解析用統合ビューアを活用したソフトウェア環境構築は日立ハイテクがとりまとめ責任を果たした。

データの収集・蓄積とライブラリー化では、TDKが磁石材料試料の選定と計測分析サービス会社を活用したデータ収集・蓄積を行い、日本電子、堀場製作所がデータ収集に参画した。名古屋大学は住友ゴム工業との連携の下に、マトリックス(ゴム材料)の分子量分布、フィラーの分散状態やパーコレーション構造、フィラーの空間的分布や配向、有機材料の結晶化度、異種成分間界面の状態などに着目して複合計測分析を実施し、マクロ-マイクロ構造パラメータの抽出・ライブラリー化を行った。またTDKとの連携の下に、磁石の結晶相、磁性粒子の界面構造などの粒界や欠陥などに着目した複合計測分析を実施

し、マイクロ-マイクロ構造パラメータの抽出・ライブラリ化を行った。

データ解析技術の開発とモデル実証は、産総研と早稲田大学(再委託先)が関係機関の協力の下に推進した。まず住友ゴム工業との連携の下に、タイヤ材料に使用されるゴム中分散フィラーの走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡観察画像から形態や分散状態の差異を特徴付け、ゴム特性との関係性を明らかにするとともに、フィラー、ポリマ、添加剤(組合せ)のグリップ性能向上に資する特徴量抽出・評価を行った。またTDKとの連携の下に、主として走査電子顕微鏡(SEM)画像情報(結晶粒組織のサイズや異方性など)を対象として、これまで手作業に頼る他なかった材料組織情報に変換するためのセグメンテーションを自動化し、組成や結晶方位など形態的特徴量として抽出することで磁石特性に対する関係評価が行えるようにした。

タイヤ材料、磁石材料の相関解析に向けたAI活用技術の開発体制を、図2.3.3-1(a),(b)に示す。

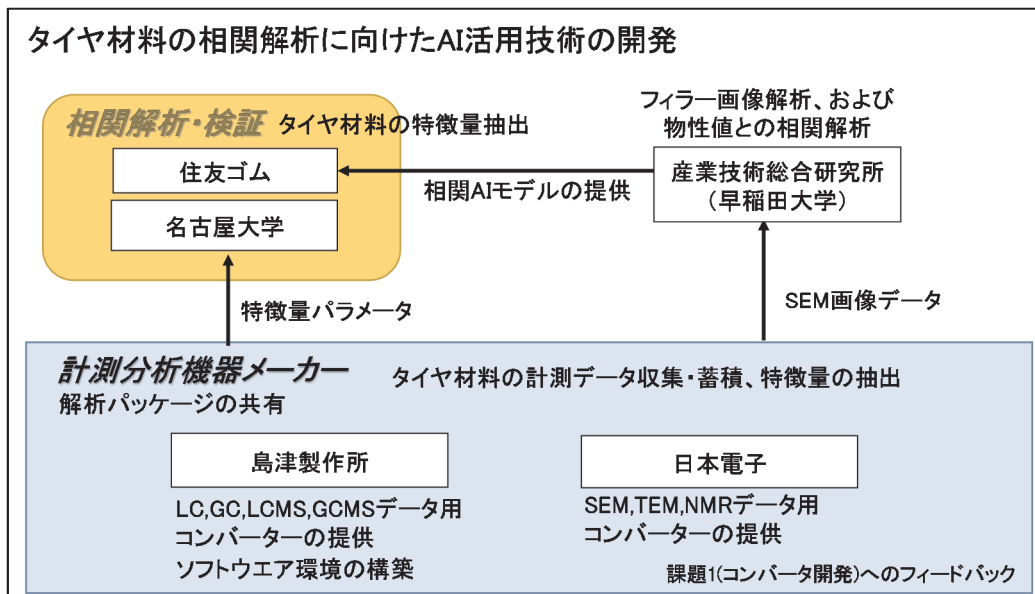


図2.3.3-1(a) タイヤ材料の相関解析に向けたAI活用技術の開発体制図

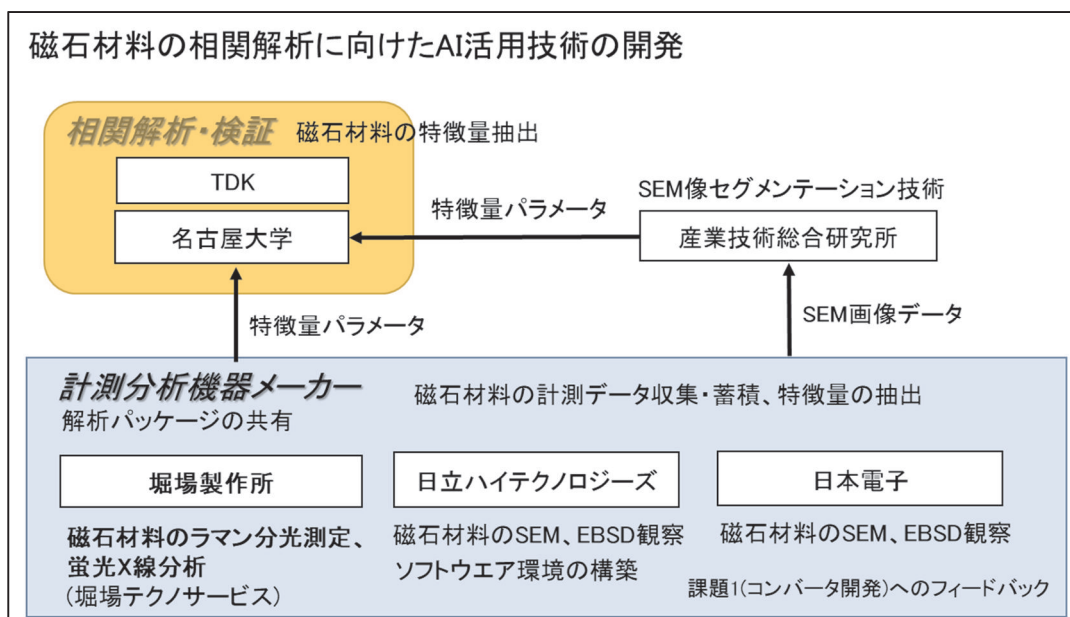


図2.3.3-1(b) 磁石材料の相関解析に向けたAI活用技術の開発体制図

(3) 成果

[1] 相関解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)構築の成果

A. ゴム材料開発に向けたソフトウェア環境構築

ゴム材料開発に向けたソフトウェア環境構築にあたり、CPS 型複合計測分析システムによる測定データ群から新たな相関関係やそこから導かれる知見(因果関係)を導きだすため、島津製作所は以下の要求事項を設定した。

[要求Ⅰ] ゴム材料開発に向けた統合ビューア、関連ソフトウェアパッケージ等が協調動作できるソフトウェア環境構築を行うこと

[要求Ⅱ] タイヤ材料の過去データをもとにビッグデータ・AI 活用のプラットフォームを構築するために 必要な項目を共有し、研究課題 1、研究課題 3-2 にフィードバックすること

[要求Ⅲ] タイヤ材料のビッグデータ・AI活用に向けたプラットフォームをモデル構築し、モデル計測 データや解析データの授受を通して研究課題 3-2 にフィードバックすること

[要求Ⅰ]への対応では、ユーザ企業の住友ゴム工業に対し、研究課題1で開発したコンバータおよび研究課題 3-2 で開発したソフトウェア一式(表 2. 3. 3-1 参照)を 1 台のデスクトップ PC にインストールし、動作確認を行って、住友ゴム工業にその PC を据えつけた。住友ゴム工業は、各社から提供のコンバータを用いて、主に GCMS、NMR、SEM データについて約 200 プロダクト分を統合ビューアに登録・使用した。

表 2. 3. 3-1 ゴム材料開発のためのソフトウェア

コンバータ(島津製)
LC、GC、LCMS、GCMS、FTIRに対応
アップローダ
統合ビューア
データマネージャ
Allビューア
特徴量ビューア
テンプレートEditor
プロパティテーブル・インポータ

[要求Ⅱ]への対応では、統合ビューアの仕様を策定するにあたっては、住友ゴム工業に以下のようなインタビューを行い、研究課題 1 や研究課題 3-2 へフィードバックした。

表 2. 3. 3-2 インタビュー項目と仕様への反映

インタビュー項目	仕様への反映
ゴム材料開発に用いている分析装置、ソフトウェアのバージョン	研究課題 1:XMAIL フォーマットの装置や Creator の表現、コンバータで対応するデータファイルのバージョン
データ管理で困っていること	研究課題 3-2:統合ビューアでのプロダクト(試作サンプル)に紐づいたデータ管理
複数装置データの閲覧で困っていること	研究課題 3-2:統合ビューア of Allビューア機能
分析データのうち、解析に用いている結果データ	研究課題 3-2:統合ビューアの特徴量抽出機能、テンプレート機能
解析に用いたい配合情報、物性値データの例	研究課題 3-2:統合ビューアの特徴量ビューア機能

[要求Ⅲ]への対応では、要求Ⅰへの対応で記載した統合ビューアを住友ゴム工業に使用してもらい、以下のような評価を得た。



- ▶ 統合ビューアを使用して複数の装置にまたがる分析結果を 1 画面で確認することができた。これにより、以下のような効果があった。
  - ・ 単体の装置からのデータ解析では不可能であった統合的な解析が簡単に行えるようになった。
  - ・ 誰もがデータにアクセス可能で、移動・解析 PC の占拠などの制約がなくなった。(5 時間/週の削減)
  - ・ 常に同じデータを共有しているため、データ管理について担当者への問い合わせ回数を削減できた。(2.5 時間/週の削減)
  - ・ 常に同じフォーマットで解析可能なため、後工程でもデータ管理が容易になった。
  - ・ データの有無で測定状況が判断可能になり、プロジェクト進捗管理が容易になった。
- ▶ 統合ビューアを使用する際の課題として、表 2.3.3-3 に示す改善要望が提示された。

表 2.3.3-3 統合ビューアへの改善要望

カテゴリ	改善要望
全般	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 測定データの拡大・移動の連動、on/off 切替したい。</li> <li>・ データマネージャで、測定データ毎の削除がしたい。(現状はプロダクトごと)</li> <li>・ テンプレート Editor で、特徴量の追加を記入方式から選択方式にしてほしい。</li> </ul>
クロマトグラム	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ MS ライブラリを使って検索したい。</li> <li>・ EIC および MS スペクトルを表示したい。</li> <li>・ リテンションタイム補正機能が欲しい。</li> </ul>
NMR	<p>基本的には、全般で記載した要望で問題ないが、さらなる利便性の向上を期待するのであれば、</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>① Chemical shift 補正機能</li> <li>② 積分計算機能</li> <li>③ 位相補正機能</li> <li>④ ベースライン補正機能などの一般的なデータ処理機能が欲しい。これらの機能があれば、一々解析 PC に立ち戻って、再度 XMAIL 化する必要がなくなり、さらなる工数削減が可能になる。</li> </ol>
電顕(SEM/TEM)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 表示時の拡大機能を充実させてほしい。</li> </ul>
特徴量の表示方法	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 相談して仕様を決定していきたい。</li> </ul>
その他	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ コンバート、アップロードに非常に手間がかかった。改善してほしい。</li> </ul>

## B. 磁石材料開発に向けたソフトウェア環境構築

磁石材料開発に向けたソフトウェア環境構築にあたり、ユーザ企業であるTDKでは、下記[2]項に記載のように5種類の磁石材料の画像データを各種装置で取得した。日立ハイテクは、それぞれの装置を用いた測定データを解析に使用するために、研究課題3-2で開発した粒界構造解析用統合ビューアを活用した。統合ビューアで任意に選択した画像を解析に用いることができるように、統合ビューアにデータの外部出力機能を追加した。また解析された各種のデータや相関図などを観察画像とともに表示することも可能にし、かつ解析結果を表示する機能も試作した。本研究において解析結果は様々な情報が想定されることから、今回の開発においては画像とパレート図を表示する構成とした。表示したい解析データの要望に応じてこのタブの機能は変更可能である。図2.3.3-2に粒界構造解析用統合ビューアの保存機能と保存されたファイル例を示す。



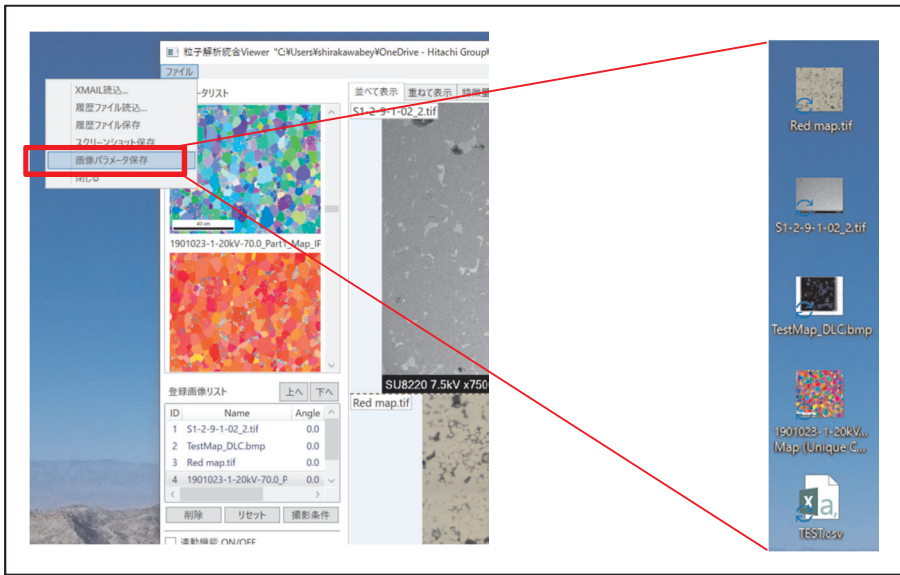


図2. 3. 3-2 粒界構造解析用統合ビューアから画像と倍率情報などを外部パラメータとして保存する機能と保存されたフィル一覧(画像とSCV)

## [2] データの収集・蓄積とライブラリ化の成果

### A. 磁石材料データの収集・蓄積

#### A-1 特性の異なるNd-Fe-B系磁石サンプルの準備

ネオジウム磁石は高純度の原料を成形・焼成して製造されており、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の微細な結晶粒子が多数集合した多結晶体となっている。ネオジウム磁石は性能を示す指標の一つである最大エネルギー積(BHmax)が量産レベルでも55MOeを超えるものが実現されており、高い材料技術と工法技術の融合によるものである。さらなる性能向上のためには主相の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の存在比を高めることと粒界に偏析する不純物の徹底的な排除が必要である。不純物の主なものは、製造工程におけるNdの酸化により形成されるNd酸化物( $\text{Nd}_2\text{O}_3$ )と言われている<sup>1),2)</sup>。さらに詳細に調査した結果<sup>2)</sup>では $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相粒界に存在するのは金属Ndリッチ相と、fcc-NdOx相とhcp-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>相と考えられている。またNdFeB以外に元素として添加されている、Cu、Co、Dy、Pr(プロセオジウム)などの化合物相も存在している。2粒子粒界に存在する化合物相は10 nm以下と非常に薄い、粒界の3重点に大きな相として存在している。これらの化合物相は磁石特性を決定づける磁区反転の核形成に大きく影響を与えており、添加元素化合物相やNd酸化物相の量、大きさや厚みが、磁石の特性を左右する重要な因子となっている<sup>3)</sup>。

本研究においてTDKは、モデル試料として特性の異なるネオジウム磁石(Nd-Fe-B系磁石)5種類の仕様を決定し、株式会社KRIに製作を依頼した。表2. 3. 3-4(a)に5種類のモデル試料(S1-1~S1-5)の特徴一覧を示す。モデル試料作製に際しては、2つの特性量(特性Aと特性B)をもとに示す要求仕様特性を設定した。要求特性は、特性Aを横軸に特性Bを縦軸にプロットし、第一象限から第四象限それぞれと中心に位置する特性の試料作製を依頼した。表2. 3. 3-4(b)に出来栄え特性と要求仕様特性の比較を、図2. 3. 3-3に出来栄え特性の位置付けを示す。S1-3を中心として、第一象限にS1-5、第二象限にS1-4、第三象限にS1-2、第四象限にS1-1が位置する狙い通りの特性を持つ試料が準備できた。

#### <参考文献>

- 1) 宝野和博, 大久保忠勝: "Nd-Fe-B 磁石の高保磁力化をめざした微細組織制御(総説)", 日本金属学会誌, Vol. 75(2011)
- 2) TDK企業HP TECK JOURNAL "ネオジウム磁石の高特性化HAL工法"
- 3) M. Sagawa, S. Hirose, H. Yamamoto, S. Fujimura and Y. Matsuura, Jpn J. Appl. Phys. 26(1987), p785

表2. 3. 3-4(a) Nd系磁石5種類のモデル試料の特徴一覧

	特性(A, B)	粒径	組成偏析	粒界偏析	粒界幅	硬さ	ヤング率
S1-1	第四象限	中	均質	Zr	小	中	中
S1-2	第三象限	大	B, Dy	Nd, Pr, Cu	中	大	中
S1-3	中心	小	Nd, Pr	Nd, Pr, Cu	大	小	中
S1-4	第二象限	中	Nd, Pr, Dy, O, C	Nd, Pr, O	小	小	小
S1-5	第一象限	中	Nd, Pr, Dy, O, C	Nd, Pr, O	小	大	大

表2. 3. 3-4(b) Nd-Fe-B系磁石の出来栄え特性と要求仕様特性

サンプル	出来栄え特性		要求仕様特性	
	特性A	特性B	特性A	特性B
S1-1	100	55	100	45
S1-2	86	57	87	50
S1-3	90	84	93	80
S1-4	87	105	87	99
S1-5	97	107	103	99

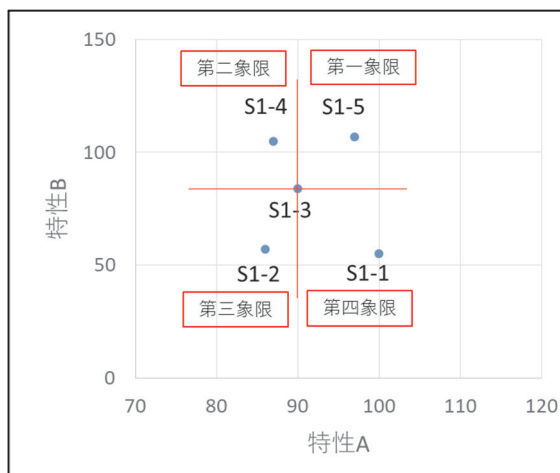


図2. 3. 3-3 5種類のNd系磁石出来栄え特性の位置付け

作製した試料は、名古屋大学、産総研、日本電子、堀場製作所に下記の取扱注意事項とともに提供した。

- ・ 観察前には表面を研磨すること
- ・ 研磨に決して水を使用してはならない(エタノール系の研磨液はOK)
- ・ 乾式研磨、イオン研磨(CP, FIB)を推奨
- ・ 研磨後、なるべく早く観察すること
- ・ 研磨後、真空デシケータあるいはグローブボックス内でArガスをパージしてパックすること。
- ・ 研磨して長時間経ったものあるいは表面が変質している場合は、再研磨すること
- ・ 磁石には近づけないこと(サンプルが磁化するとSEM観察等できなくなる)

- ・ インレンズタイプのSEMには入れないこと

図2. 3. 3-4に堀場製作所で観察したNeFeB磁石試料(7x7x7 mmの直方体)の外観、および圧延方向に垂直な断面と圧延方向に平行な2断面の計3断面を切り出した測定用試料の外観を示す。ネオジム磁石は成型時に磁場をかける工法で製造され、圧延方向に磁化異方性を持っている。圧延方向によるマイクロ構造などの違いがあるかどうかを観察するために断面を特定し、上記の注意事項に従って試料を準備した。C面と記載している面が圧延方向に垂直な方向の断面、L面①②は圧延方向に平行な断面となる。

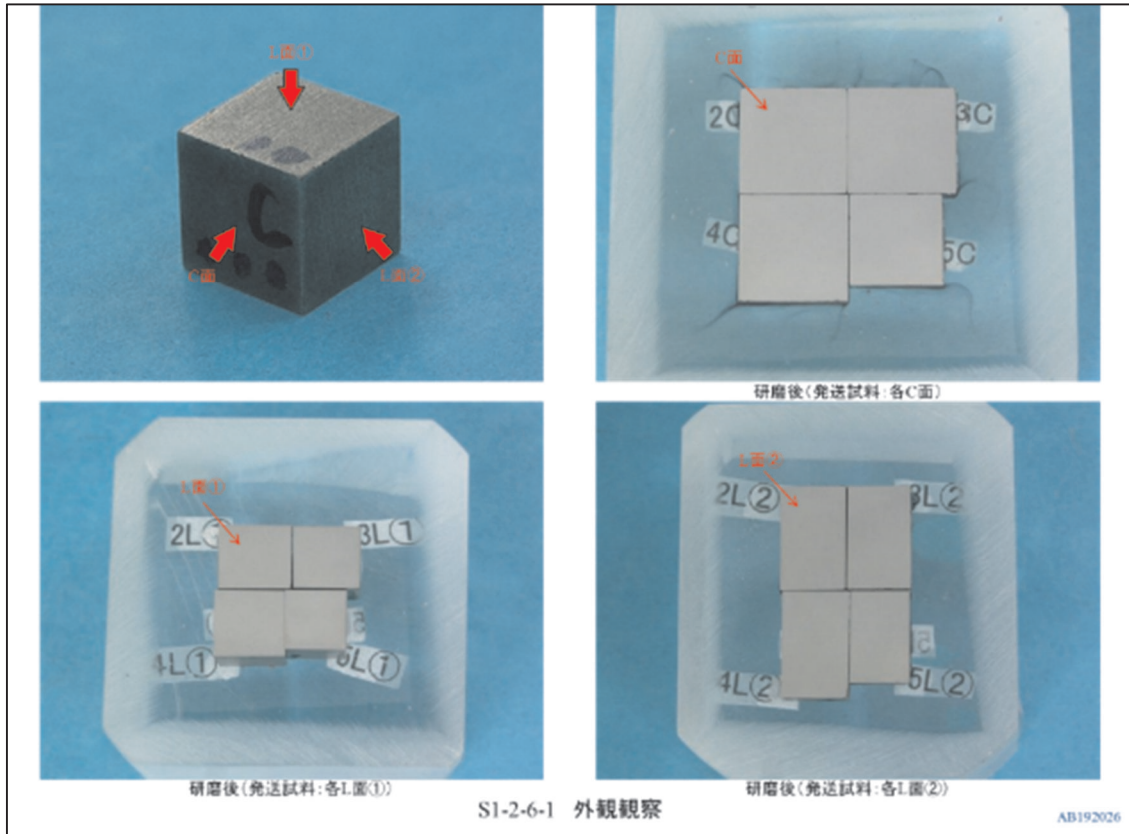


図2. 3. 3-4 ネオジム磁石から切出した断面試料外観

図2. 3. 3-5(a)-1～図2. 3. 3-5(e)-3に、5種類の材料(s1-1～s1-5)の3つの断面(CおよびL1、L2)のSEM観察像を示す。画像中明るいグレーに見える部分が化合物相(Ndリッチ相やNd酸化物相)と考えられ、粒界や粒界3重点に存在している。図からは圧延方向による化合物相の分布や占有面積に大きな違いは見られない。

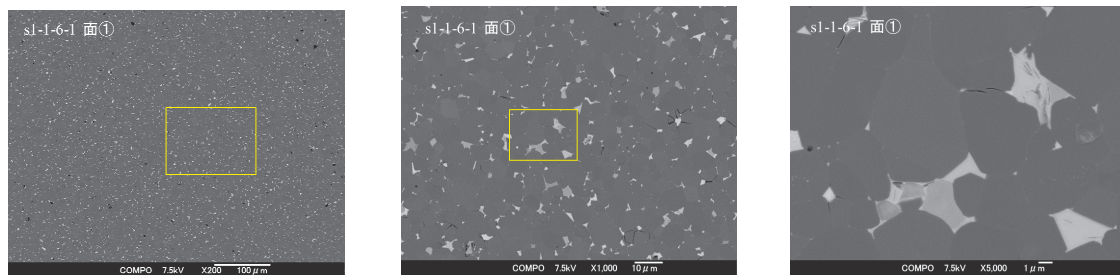


図2. 3. 3-5(a)-1 ネオジム磁石s1-1の断面C試料SEM観察像



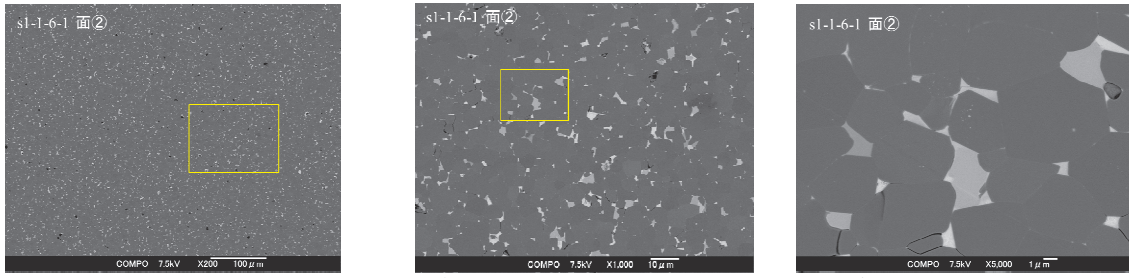


図2. 3. 3-5(a)-2 ネオジム磁石s1-1の断面L1試料SEM観察像

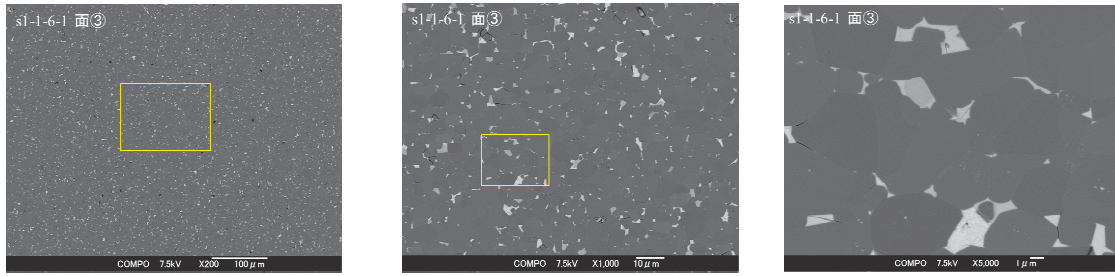


図2. 3. 3-5(a)-3 ネオジム磁石s1-1の断面L2試料SEM観察像

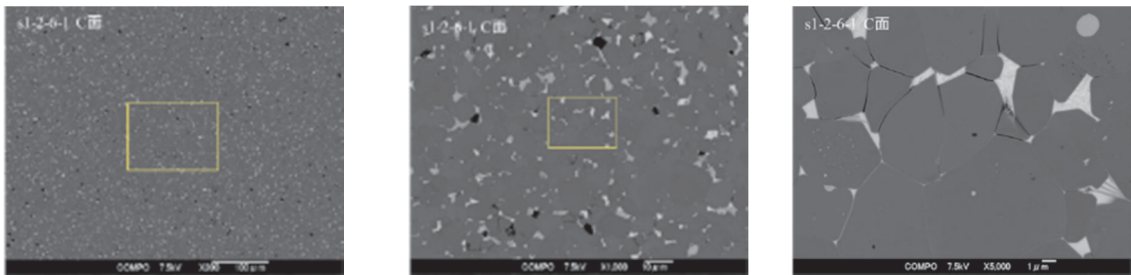


図2. 3. 3-5(b)-1 ネオジム磁石s1-2の断面C試料SEM観察像

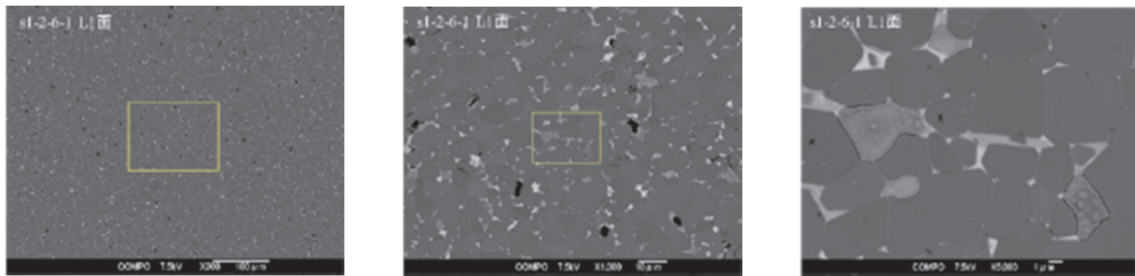


図2. 3. 3-5(b)-2 ネオジム磁石s1-2の断面L1試料SEM観察像

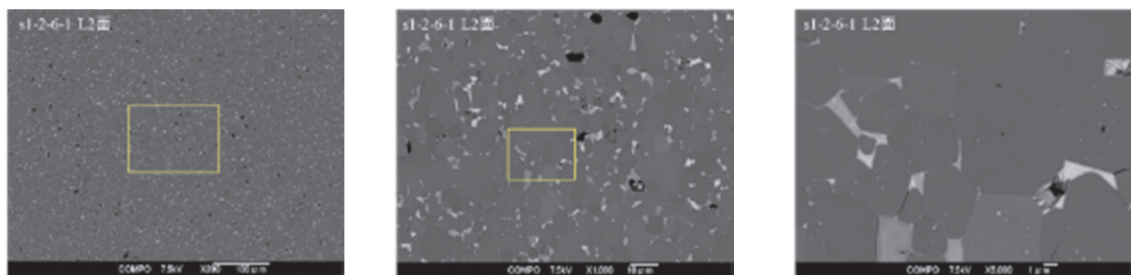


図2. 3. 3-5(b)-3 ネオジム磁石s1-2の断面L2試料SEM観察像

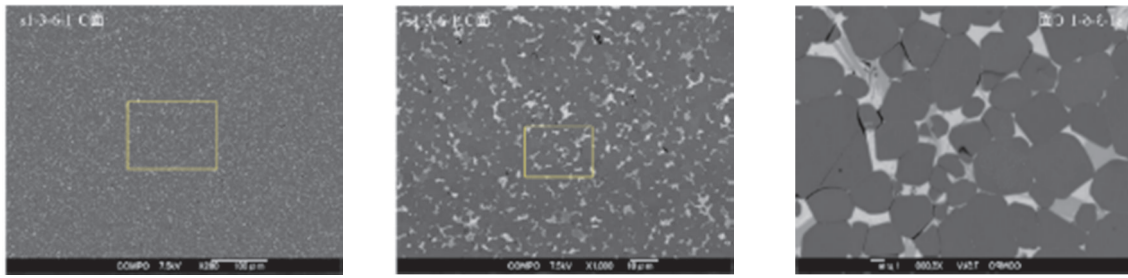


図2. 3. 3-5(c)-1 ネオジム磁石s1-3の断面C試料SEM観察像

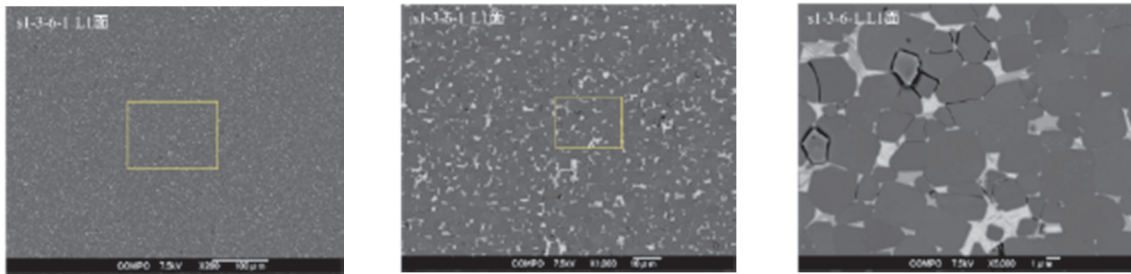


図2. 3. 3-5(c)-2 ネオジム磁石s1-3の断面L1試料SEM観察像

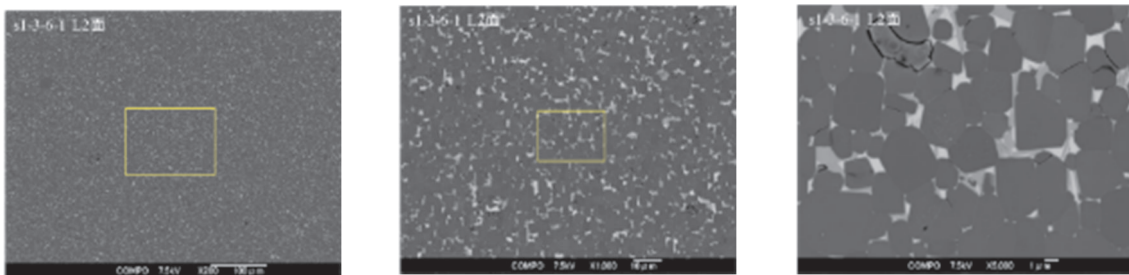


図2. 3. 3-5(c)-3 ネオジム磁石s1-3の断面L2試料SEM観察像

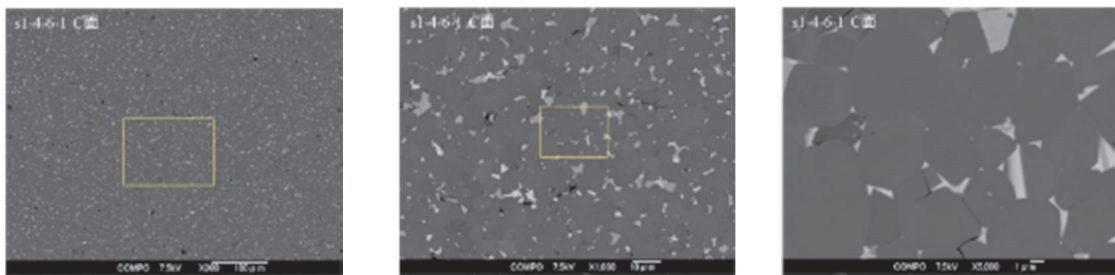


図2. 3. 3-5(d)-1 ネオジム磁石s1-4の断面C試料SEM観察像

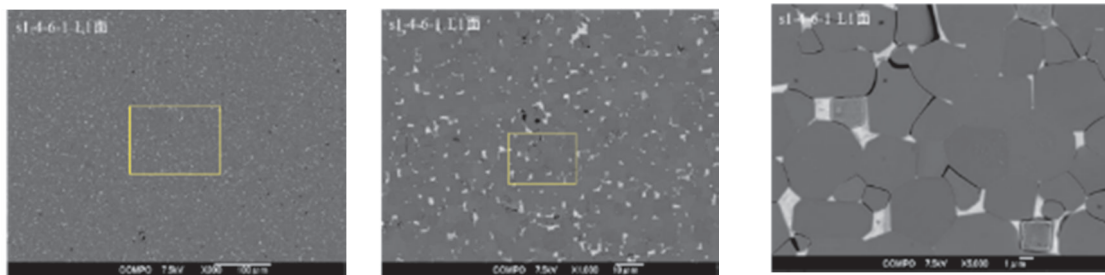


図2. 3. 3-5(d)-2 ネオジム磁石s1-4の断面L1試料SEM観察像



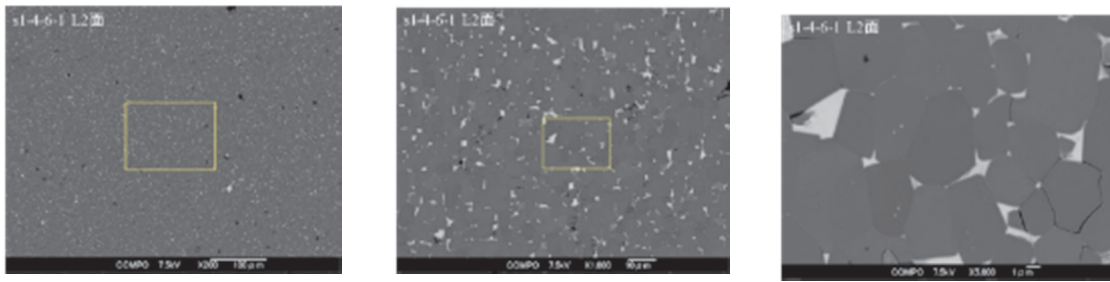


図2. 3. 3-5(d)-3 ネオジム磁石s1-4の断面L2試料SEM観察像

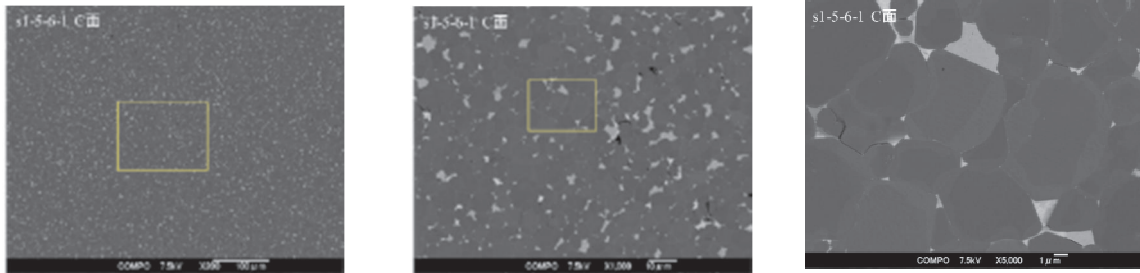


図2. 3. 3-5(e)-1 ネオジム磁石s1-5の断面C試料SEM観察像

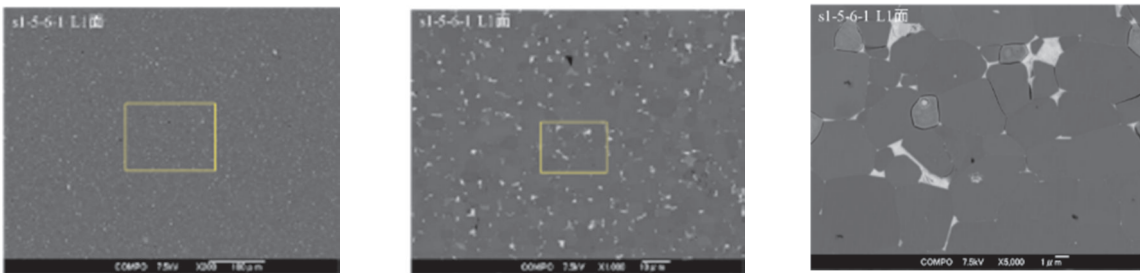


図2. 3. 3-5(e)-2 ネオジム磁石s1-5の断面L1試料SEM観察像

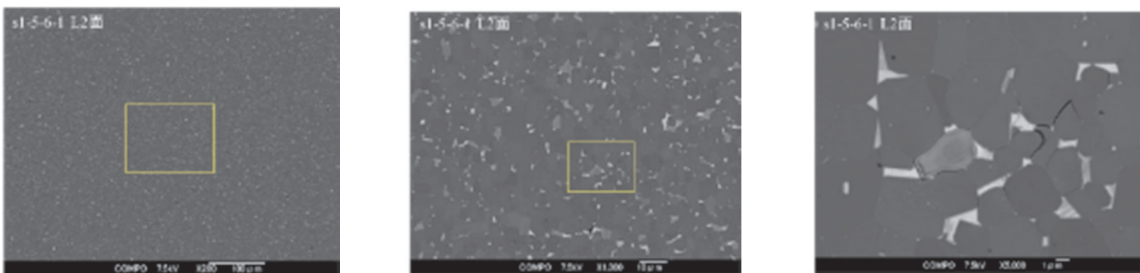


図2. 3. 3-5(e)-3 ネオジム磁石s1-5の断面L2試料SEM観察像

表2. 3. 3-5に蛍光X線分析装置MESA-50により測定した各材料の元素組成を示す。名古屋大学にて測定した磁気特性の結果も併せて示した。蛍光X線分析装置では構成元素であるBは検出できないため、Bを除く元素で組成比を算出した。保持力向上を目的としたDy、Pr、Cuなどが添加されている。特にDyが添加されたs1-4、s1-5は高い保持力Hcを示している。

表2. 3. 3-5 各材料の元素組成と磁気特性(MESA-50にて測定)。磁気特性は名古屋大学で測定

磁石材料	s1-1	s1-2	s1-3	s1-4	s1-5
元素	(wt%)	(wt%)	(wt%)	(wt%)	(wt%)
Fe	63.3	62.9	59.4	61.6	61.8
Nd	25.2	20.3	27.9	21.9	22.3
Pr	7.8	6.4	8.9	7.0	5.7
Tb	2.10	1.99	1.85	3.06	8.30
Co	0.99	1.26	1.50	1.42	0.88
La	0.42	2.17	-	-	-
Zr	0.10	0.12	0.24	0.12	0.12
Ga	0.08	0.06	0.17	0.09	0.08
Cu	0.03	0.07	0.13	0.08	0.02
Ce	-	4.7	-	-	-
Dy	-	-	-	4.80	0.92

磁気特性	s1-1	s1-2	s1-3	s1-4	s1-5
残留磁化 $M_R$ (emu/cm <sup>3</sup> )	1,120	901	965	994	632
保磁力 $H_C$ (Oe)	12,272	12,704	19,682	24,695	24,500

A-2 磁石材料データの取得

磁石試料のデータ取得は、TDKからの外注による分析受託会社2社(コベルコ科研、JFEテクノリサーチ)と日本電子、堀場製作所が行った。5種類の試料に対して、下記に詳述するそれぞれの分析(画像)のデータを取得し、本プロジェクトの共用サーバであるExTOPEにアップロードした。取得したデータの一覧を表2. 3. 3-6(a)に、その際に用いた各手法のメーカーと機種名を表2. 3. 3-6(b)に示す。

表2. 3. 3-6(a) 取得データ一覧

サンプル	手法 メーカー	SEM		EDS(SEM)				EPMA	EBSD	TEM	EDS(TEM)		Raman	nano-Indenter
		JEOL	HITACHI	JEOL	HORIBA	Thermo	Noran	JEOL	TSL+JEOL SEM	JEOL	Thermo	JEOL	HORIBA	
S1-1-8-1	JFEテクノリサーチ	○				○		○	○	○	○			
S1-2-8-1	JFEテクノリサーチ	○						○	○	○	○			
S1-3-8-1	JFEテクノリサーチ	○						○	○	○	○			
S1-4-8-1	JFEテクノリサーチ	○						○	○	○	○			
S1-5-8-1	JFEテクノリサーチ	○						○	○	○	○			
S1-1-9-1	コベルコ科研	○	○		○		○	○	○					○
S1-2-9-1	コベルコ科研	○	○		○			○	○					○
S1-3-9-1	コベルコ科研	○	○		○			○	○					○
S1-4-9-1	コベルコ科研	○	○		○			○	○					○
S1-5-9-1	コベルコ科研	○	○		○			○	○					○
S1-1-5-1	日本電子	○		○				○	○					
S1-2-5-1	日本電子	○		○				○	○					
S1-3-5-1	日本電子	○		○				○	○					
S1-4-5-1	日本電子	○		○				○	○			○		
S1-5-5-1	日本電子	○		○				○	○			○		
S1-1-6-1	堀場製作所												○	
S1-2-6-1	堀場製作所												○	
S1-3-6-1	堀場製作所												○	
S1-4-6-1	堀場製作所												○	
S1-5-6-1	堀場製作所												○	
タングステンドットアレイ	コベルコ科研	○	○		○		○	○	○					
タングステンドットアレイ	JFEテクノリサーチ	○				○		○	○					
タングステンドットアレイ	日本電子	○		○										

表2. 3. 3-6(b)データ取得機種一覧

計測機関	手法	メーカー	機種名
JFEテクノリサーチ	SEM	JEOL	JSM-7100F
JFEテクノリサーチ	EDS	Thermo	Noran System 7
JFEテクノリサーチ	EPMA	JEOL	JXA-8500F
JFEテクノリサーチ	EBSD	TSL	OIM
JFEテクノリサーチ	TEM	JEOL	JEM-2100
コベルコ科研	SEM	JEOL	JSM-7000F
コベルコ科研	SEM	日立	SU8220
コベルコ科研	EDS	HORIBA	EMAX
コベルコ科研	EBSD	TSL	OIM
コベルコ科研	EPMA	JEOL	JXA-8500F
日本電子	SEM	JEOL	JSM-7200F
日本電子	EDS	JEOL	JED-2300
日本電子	EBSD	TSL	OIM
日本電子	TEM	JEOL	ARM300
堀場製作所	Raman	HORIBA	LabRAM HR Evolution

【SEM画像取得】

Nd系磁石の主相の結晶粒径を計測する複合計測分析システム構築用の画像として、電界放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM:Field-Emission Scanning Electron Microscope)により反射電子像を取得し、組織観察を行った。測定に際しては、以下の手順で試料調製を行った。

- ・ 試料を低速カッターにて乾式切断
- ・ 直径 25 mm の導電性樹脂に埋め込み
- ・ イオンミリング加工用に 5 mm×10 mm×5 mm 程度のサイズに乾式切断
- ・ イオンミリングにより断面試料を作製

イオンミリング加工に使用した装置は日立ハイテック社製IM4000(加速電圧:6 kV、使用イオン種:Ar イオン)である。

図2. 3. 3-6(a)は、600倍から750倍の低倍率での反射電子像、図2. 3. 3-6(b)は、5,000倍の高倍率での反射電子像である。横はサンプルごとに並べて表示した。縦には、データ取得機関とSEMの機種および加速電圧を示した。

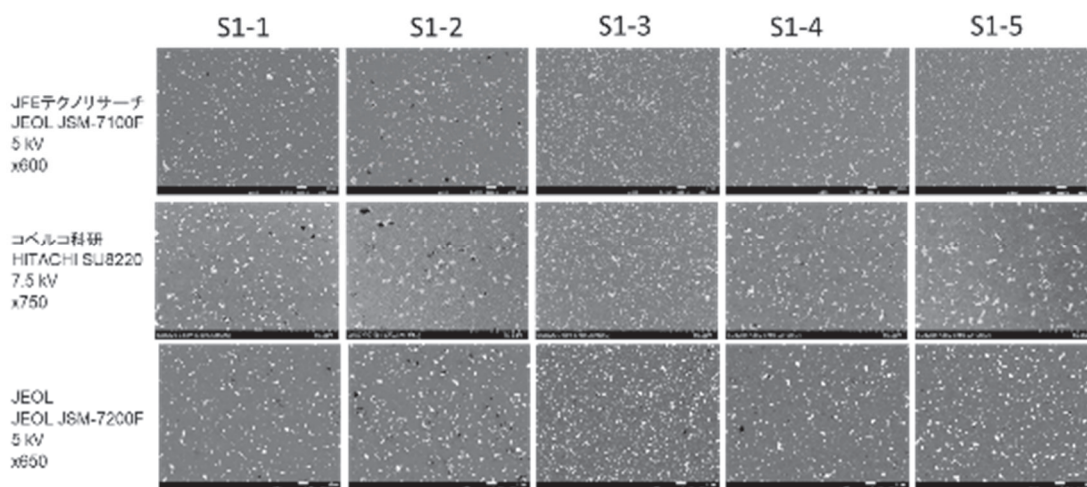


図2. 3. 3-6(a) Nd系磁石のSEM観察(低倍率)

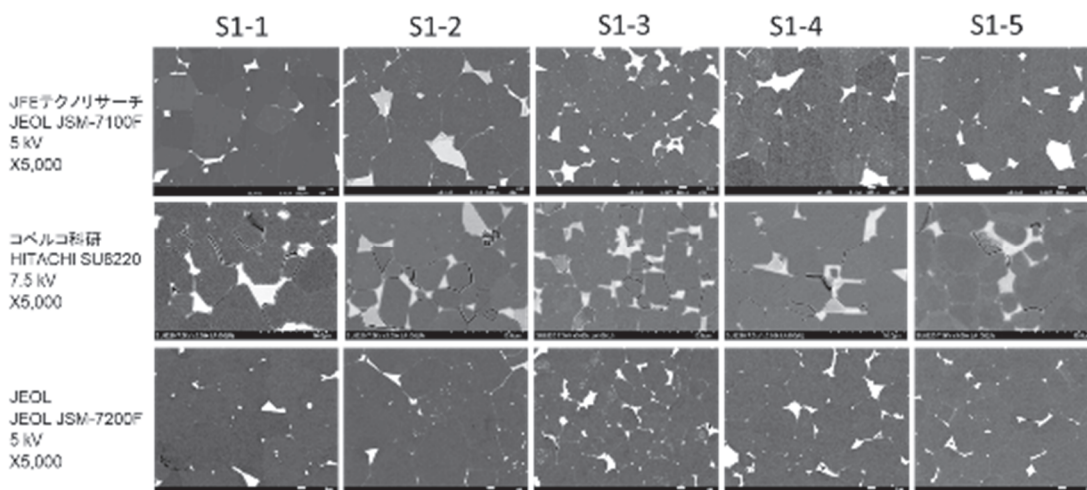


図2. 3. 3-6(b) Nd系磁石のSEM観察(高倍率)

一見すると粒径の違い、粒界の明瞭さの違い、白く見えている三重点の分布の違いなどが見取れるが、定性的であり、これを定量的に把握することができれば、AI利用など材料開発、製品の安定供給に



寄与できる。

【EBSDデータ取得】

EBSD (Electron Back-scattering Diffraction Pattern: 後方散乱電子回折パターン) による結晶構造解析を実施し、SEM反射電子像、方位マップ (Inverse Pole Figure: IPFマップ)、粒界マップの画像データと粒子サイズ分布データを測定した。図2. 3. 3-7(a)に示すように、方位マップ (IPF Map) の色は方位に対応している。図2. 3. 3-7(b)にEBSD測定結果を示す。方位マップ像はAxis1の方向に対しての画像である。

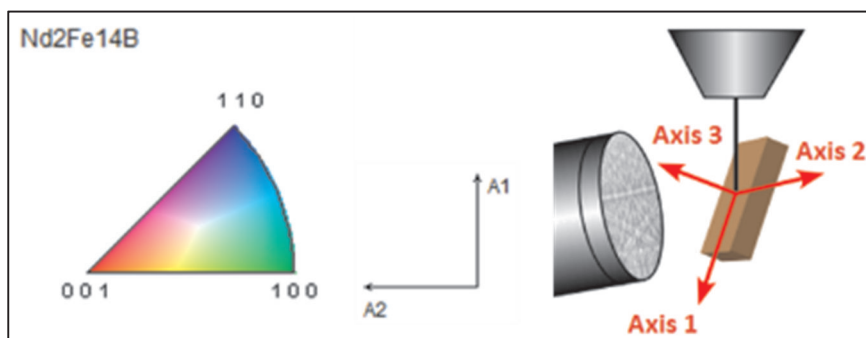


図2. 3. 3-7(a) 方位マップ(IPFマップ)の方位を表す色と座標軸

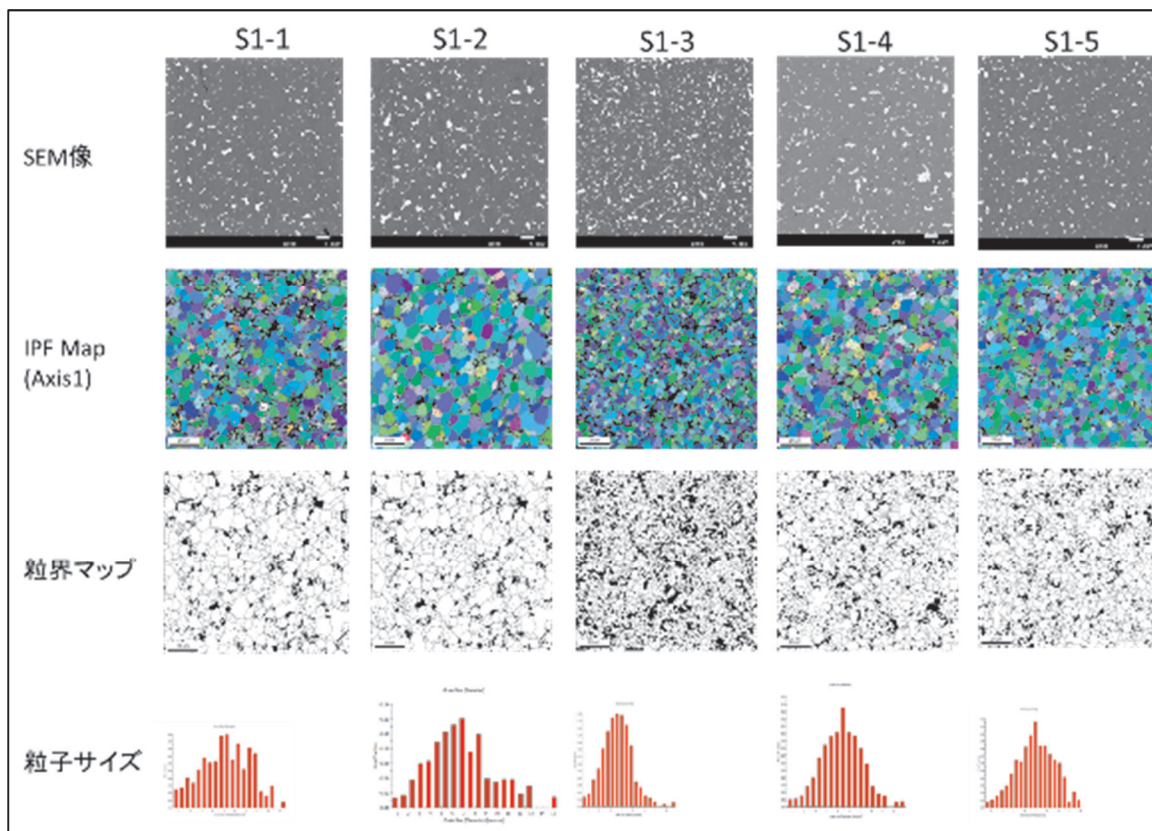


図2. 3. 3-7(b) Nd系磁石のEBSD

S1-3の粒子サイズが他と比べて小さいことがわかる。一方、S1-2は大きい粒子も存在し、小さい粒子から大きい粒子まで分布している。IPF Mapや粒界マップでもその違いは明らかである。特徴量を見出しやすくするために特性が大きく異なる試料の作製を依頼したが、仕様通りの試料となっていた

ことが確認できた。なお、**図2. 3. 3-7(b)**に示した画像は日本電子がデータ取得し、使用装置・測定条件は下記の通りである。

SEM装置: JSM-7200F

加速電圧:15 kV、倍率:x150、測定範囲: 120  $\mu\text{m}$   $\times$  120  $\mu\text{m}$ 、測定ピッチ: 0.3  $\mu\text{m}$ 、

測定点数:185031点

EBSD装置:TSL社製

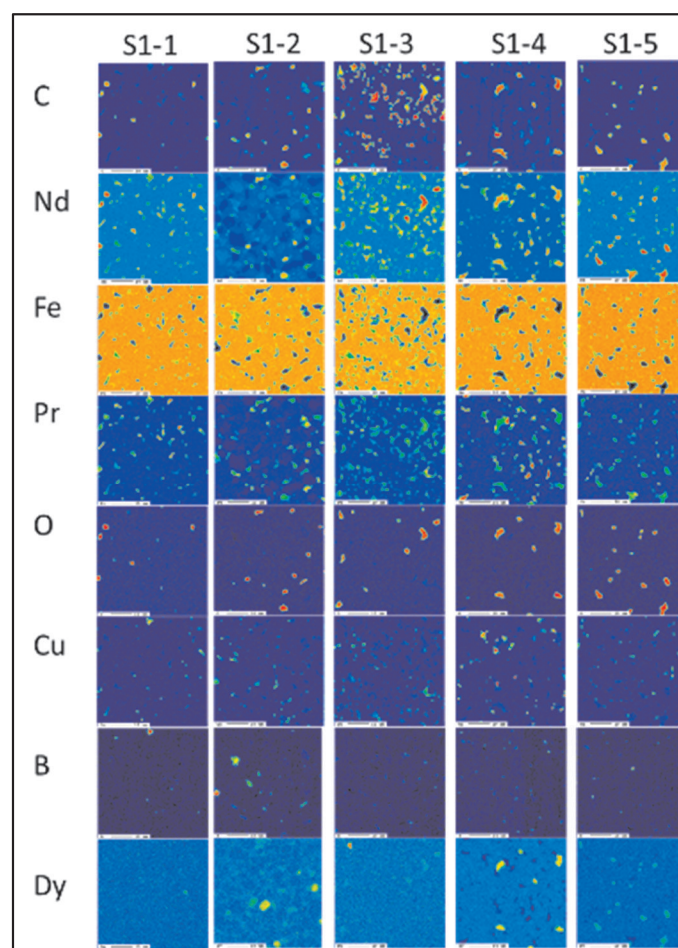
EBSD分析ソフトウェア: TSL OIM Data Collection 5.31

EBSD解析ソフトウェア: TSL OIM Analysis 7

なお、これとは異なる条件で測定したデータも取得した。

#### 【EPMAデータ取得】

特徴量抽出のためには、元素分布は重要なパラメータの一つである。電界放出型電子線マイクロアナライザ(FE-EPMA : Field-Emission Electron Probe Micro Analyzer)を用いて測定した元素マッピング画像を**図2. 3. 3-8**に示す。



**図2. 3. 3-8** Nd系磁石のEPMA元素マッピング

**図2. 3. 3-8**の元素マッピングにそれぞれ特徴がみられる。S1-1は他の試料と比べると均質である。S1-2はBやDyの偏析が見られる。S1-3は、Nd-Prが細かく分布している。S1-4とS1-5とではNd-Pr-Dy-O-Cからなる粒子が見られる。なお、測定はJFEテクノロジーが行い、測定装置、測定条件は下記の通りである。



EPMA装置: 日本電子製 JXA-8500F

加速電圧: 15kV(形態観察、マッピング)、照射電流: 100 nA、取込時間: 50 msec/point、分析領域: 51.2×51.2 mm(0.2 mmステップ、256点)

#### 【EDSデータ取得】

FE-SEM/EDSを用いて、元素マッピング画像を以下の機関、装置を用いて取得した結果を図2. 3. 3-9に示す。EPMAほど一見しての違いが見いだせないが、SEM像との連動性が良く、高倍率での元素マッピングできるため、三重点などの局所的な元素マッピング取得には適している。また元素の粒子形状などから特徴量を抽出できる可能性が見出された。

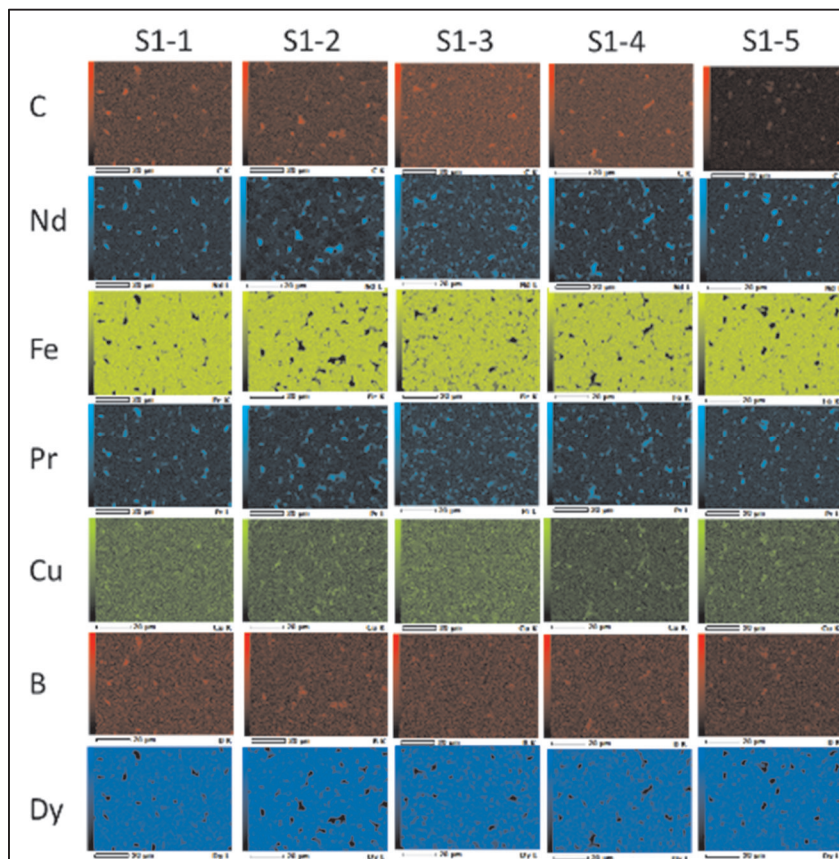


図2. 3. 3-9 Nd系磁石のEDS元素マッピング

データの取得は日本電子が行い、測定装置、測定条件は下記の通りである。

EDS装置: JSM-7200F(FE-SEM)および JED-2300 DRY SD(EDS)

加速電圧: 5 kV(SEM観察)、15kV(EDS分析)、倍率: x1,500、2.0 nA 0.1 ms 30回

#### 【硬さとヤング率データ取得】

Nano-Indenterを用いて、硬さとヤング率のマッピング画像を2つの装置を用いて取得した。図2. 3. 3-10 (a)にXPM(バーコピッチ型測定方法)による圧痕のSEM像、図2. 3. 3-10 (b)にCSM(連続剛性測定)による圧痕のSEM像を示す。図2. 3. 3-10 (c)は2つの装置で得られた硬さ・ヤング率マッピング像の比較結果を示したものである。測定はコベルコ科研が行い、測定装置、測定条件は下記の通りである。

XPM(バーコピッチ型測定方法)に使用する装置

Hysitron 製 TI980 TriboIndenter(TI)

圧子形状 : バーコピッチ型測定方法 : XPM

測定荷重 : 5000  $\mu$ N(設定)測定範囲 : 50  $\mu$ m  $\times$  50  $\mu$ m  
 測定点数 : 121 点測定点間隔 : 5  $\mu$ m  
 CSM(連続剛性測定)に使用する装置  
 MTS Systems 製 Nano Indenter XP/DCM ナノインデントー・システム(NI)  
 圧子形状 : ダイヤモンド製バーコピッチ型  
 測定方法 : CSM(連続剛性測定)押し込み深さ : 2000 nm(設定)  
 測定点数 : 3 点測定点間隔 : 100  $\mu$ m  
 測定環境 : 室温23 $^{\circ}$ C(空調装置) 標準試料: フェーズドシリカ

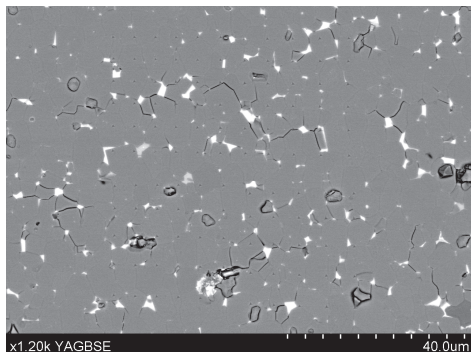


図2. 3. 3-10(a) Nd系磁石の硬さ・ヤング率(XPM)による圧痕のSEM像

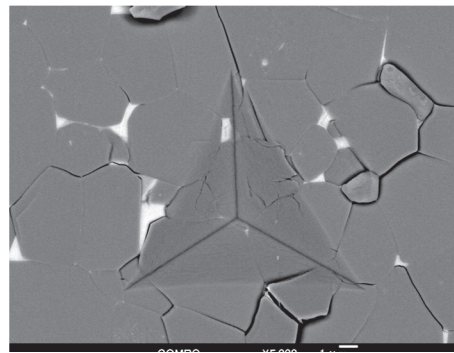


図2. 3. 3-10(b) Nd系磁石の硬さ・ヤング率(CSM)による圧痕のSEM像

名古屋大学より、後述のモデル試料の相関解析およびパス解析の途中結果から、硬度計によるデータと磁気特性との相関が示された。マイクロ-マイクロ統合解析では、画像データを扱うことから、ナノインデントによる硬度およびヤング率のマッピングデータを取得することにした。その結果を図2. 3. 3-10(c)に示す。

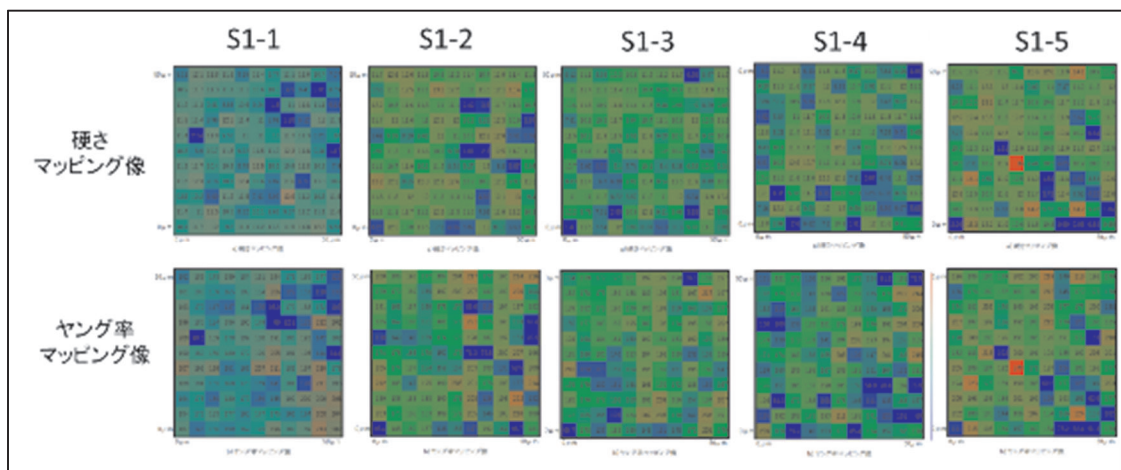


図2. 3. 3-10(c) Nd系磁石の硬さ・ヤング率マッピング像

表2. 3. 3-7 Nd系磁石の硬さ・ヤング率(平均値)

S1-1		S1-2		S1-3		S1-4		S1-5	
硬さ GPa	ヤング率 GPa	硬さ GPa	ヤング率 GPa	硬さ GPa	ヤング率 GPa	硬さ GPa	ヤング率 GPa	硬さ GPa	ヤング率 GPa
10.1	173.0	10.4	174.2	9.8	174.8	9.6	162.5	10.3	177.1

それぞれの試料の硬さとヤング率の平均値を表2. 3. 3-7にまとめた。硬さとヤング率との関係を図2. 3. 3-10(d)に示した。相関係数は0.55とあまりよくないが、正の相関がみられた。粒界や三重点など場所によっては、正確なデータになっていないと思われる。データ解析に際しては圧痕の場所を確認して、データを採用すべきと考えている。

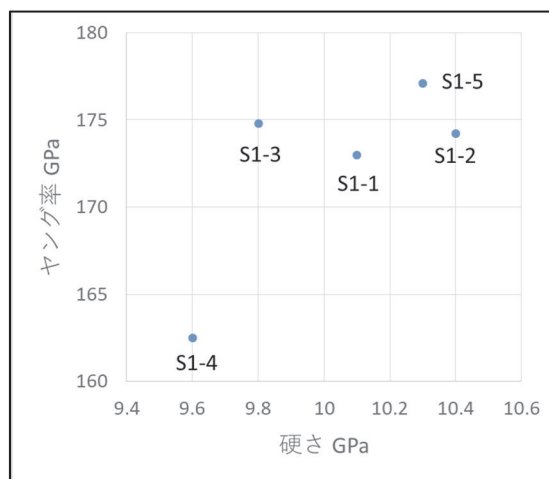


図2. 3. 3-10(d) Nd系磁石の硬さとヤング率との相関

【TEMデータ取得】

STEM/EDSを用いて、粒界部の構造を比較した結果を図2. 3. 3-11に示す。

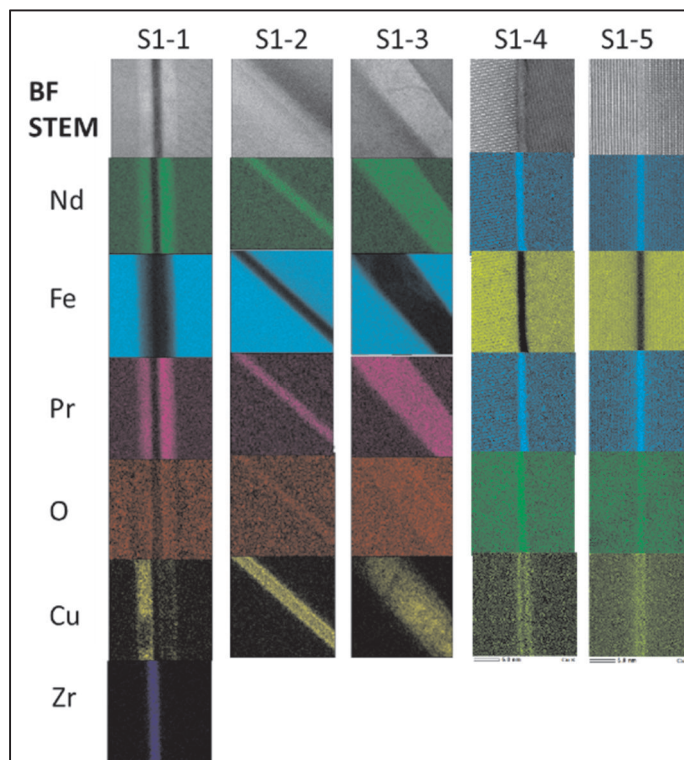


図2. 3. 3-11 Nd系磁石粒界部のSTEM観察およびEDSマッピング像

S1-1はZrが粒界に偏析している特徴的な構造である。S1-2とS1-3は粒界にNd, Pr, Cuが偏析しており、S1-3は粒界幅が広いのが特徴である。S1-4とS1-5は、粒界にNd, Pr, Oが偏析し、両者とも粒界幅は狭かった。この測定は日本電子が行い、測定装置、測定条件は下記の通り。

装置：ARM-300(Cs-STEM)およびJED-2300 DRY SD(EDS)

加速電圧：300 kV、観察倍率：x10M

【ラマン分光測定データ取得】

粒界に存在するNd酸化物相の結合構造や分布は、特徴量として磁気特性に影響を及ぼすと考えられるため、堀場製作所はラマン分光測定装置を用いて、粒界に存在するNd酸化物相を測定した。

切り出したネオジウム磁石の断面試料をラマン分光測定装置LabRAM HR Evolutionにより測定した測定条件を表2. 3. 3-8に示す。x100倍の対物レンズで計測エリアは、およそ50 μm、0.8 μmピッチで計測し、レーザーは532 nmを用いた。64x64の4096点のスペクトルを測定し、多変量解析、CLS(Classical Least Squares)法を用いて、各成分のマッピングを行った。

表2. 3. 3-8 ラマン分光測定条件

Instrument	LabRAM HR Evol	Acq. time (s)	3.5
Accumulations	1	Laser	532nm_Edge
Hole	79.9925	Slit	
Detector	Sincerity OE	Grating	300(600nm)
ND Filter	10%	Power	2mW at sample
Objective	x100_VIS	Windows	

マッピング  
 エリア：50 μm  
 測定間隔：0.8 μm  
 測定時間：約8.5時間

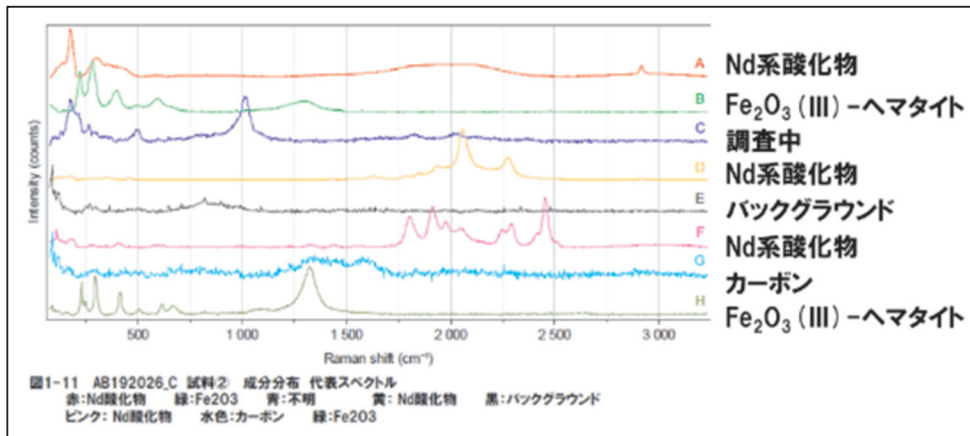


図2. 3. 3-12(a) 磁石材料のラマン分光測定結果(s1-2\_C面の場合)

典型的な結果を図2. 3. 3-12(a)に示す。図にある様にNd酸化物、Fe酸化物の相が観察された。それぞれの相の同定はスペクトルライブラリや文献から参照した。マッピング図中の青すなわち青色のスペクトルに関しては、ライブラリ、文献等を通じて同定が難しかったため、ラマン分光測定装置と電子顕微鏡SEMを用いて、同位置を観察し(図2. 3. 3-12(b))、マッピング図中の青く示した部分はNd系酸化物であることが判った。



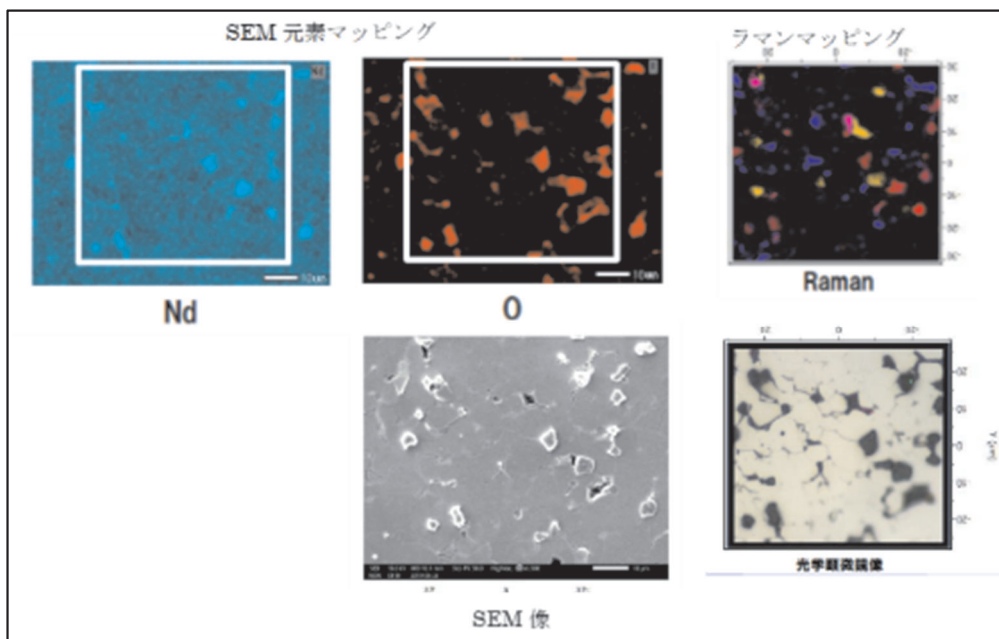


図2. 3. 3-12(b) 不明な相のラマン分光/SEM同位置の観察結果

次に5種類のネオジム磁石材料(s1-1～s1-5)のラマン分光測定を行った。その結果を図2. 3. 3-12(c)～図2. 3. 3-12(g)に示す。代表例としてs1-1は①面(圧延方向不明)を、s1-2～s1-5はC面(圧延方向と垂直断面)の計測結果を示す。マッピング観察で認識できるNd酸化物相は全部で5種類あり図2. 3. 3-12(h)に各Nd酸化物相のラマンスペクトルを示す。

前述したようにこれら磁石材料には機能向上のために様々な元素が添加されており、Nd酸化物はこれら添加元素との複合酸化物となっている可能性が考えられ、複合酸化物に含まれる元素に応じたスペクトルとなっているものと考えられる。しかし、Nd複合酸化物のスペクトルに関するデータベース情報はほとんどなく、どのような複合酸化物であるかの詳細な特定は現状できていない。さらに観察が大気中であるため、試料表面の酸化が起こりうるのでこの点も注意が必要である。

今回のラマン分光測定結果では圧延方向の影響は明確に差異が見られなかったため、各材料別にNd酸化物相の面積率、酸化物相の粒径を整理したものを表2. 3. 3-9に示す。表のデータは各材料でn=4～6程度(各断面ごとにn=1or2)のラマン分光測定をした結果の平均値である。どの酸化物相も平均粒径は2.5～4.5 μmで、Nd酸化物相2の径が比較的小さめで、酸化物相3, 4の径が大きい。図2. 3. 3-12(i)に酸化物相面積率を整理したものを示すが、磁石材料によっては存在するNd酸化物と存在しない酸化物があり、添加元素と関連しているものと考えられる。酸化物相としては、Fe系の酸化物相も存在しているが、もともと含有するものであるか、試料観察中あるいは試料前処理中に生成したかの判別が難しく、今回の整理ではFe系酸化物は含めていない。今後の相関解析の結果を見て、加える必要があるかどうか検討をする必要がある。

また酸化物でない化合物相、例えばNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>BのNdにPrやDyが置き換わった構造を持つ金属化合物相やCoやCuが固溶した相などは残念ながらラマン分光測定装置では検出することができない。これらの化合物相も磁気特性に寄与しており、他の測定装置の計測結果と合わせた複合的な相関解析についての検討も必要と考えられる。



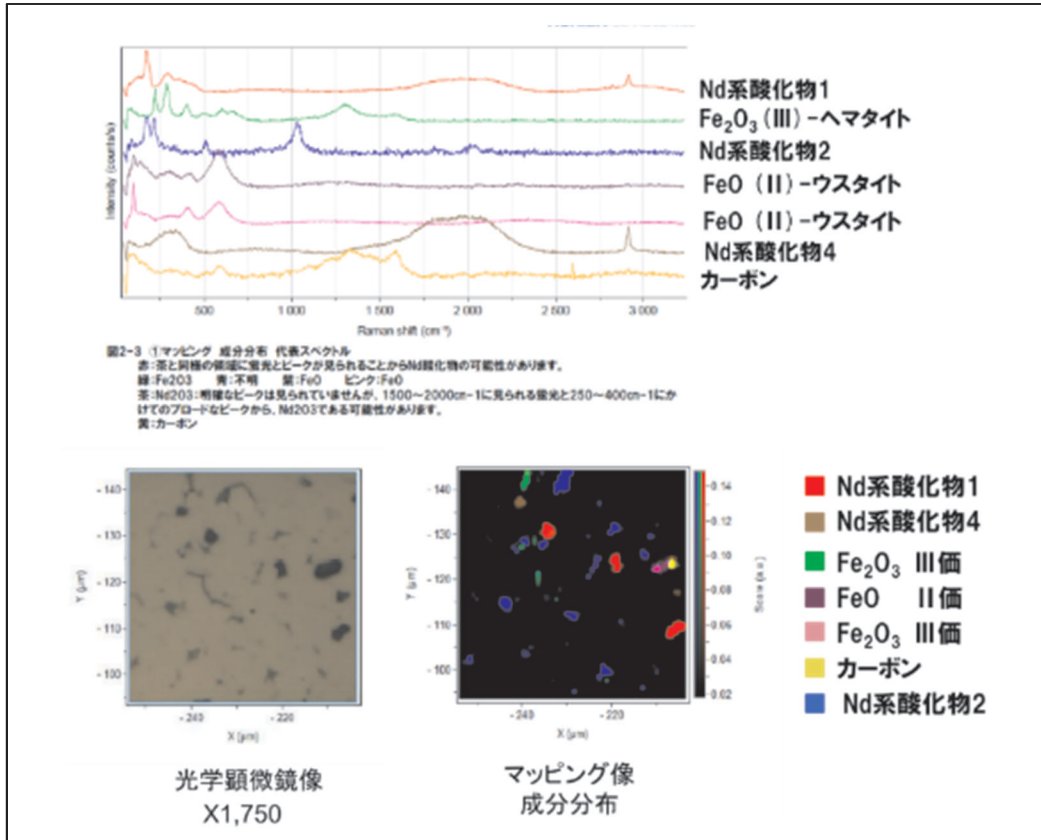


図2. 3. 3-12(c) s1-1(1)面のラマン分光測定結果

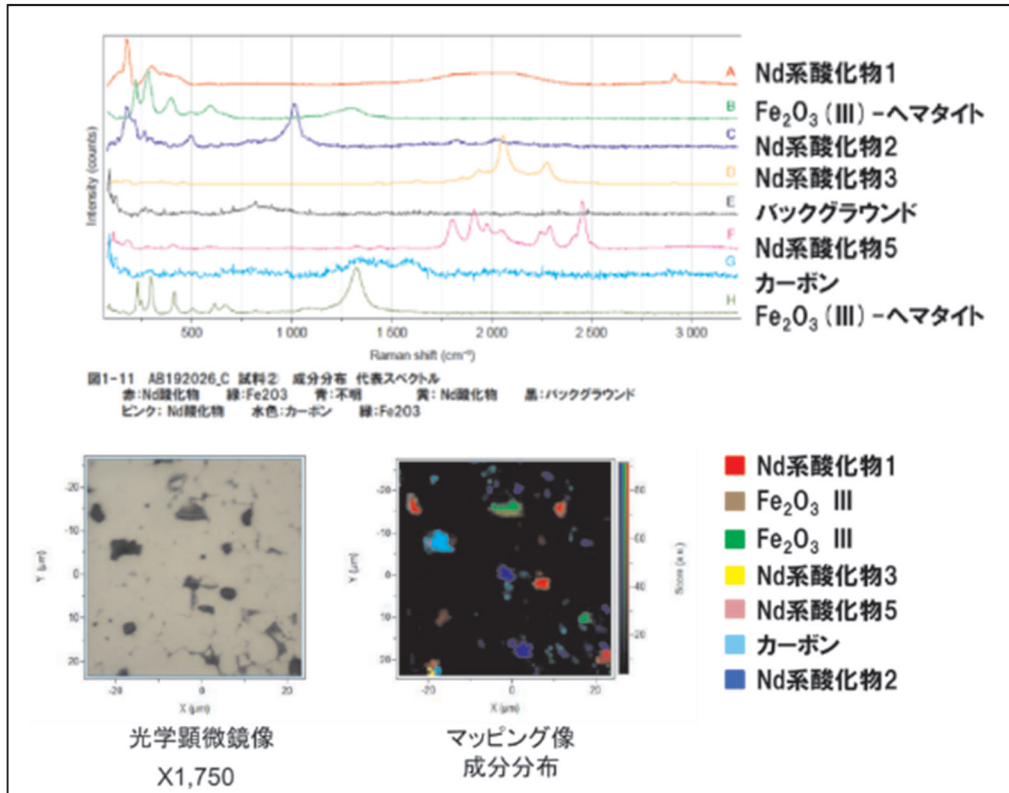


図2. 3. 3-12(d) s1-2 C面のラマン分光測定結果

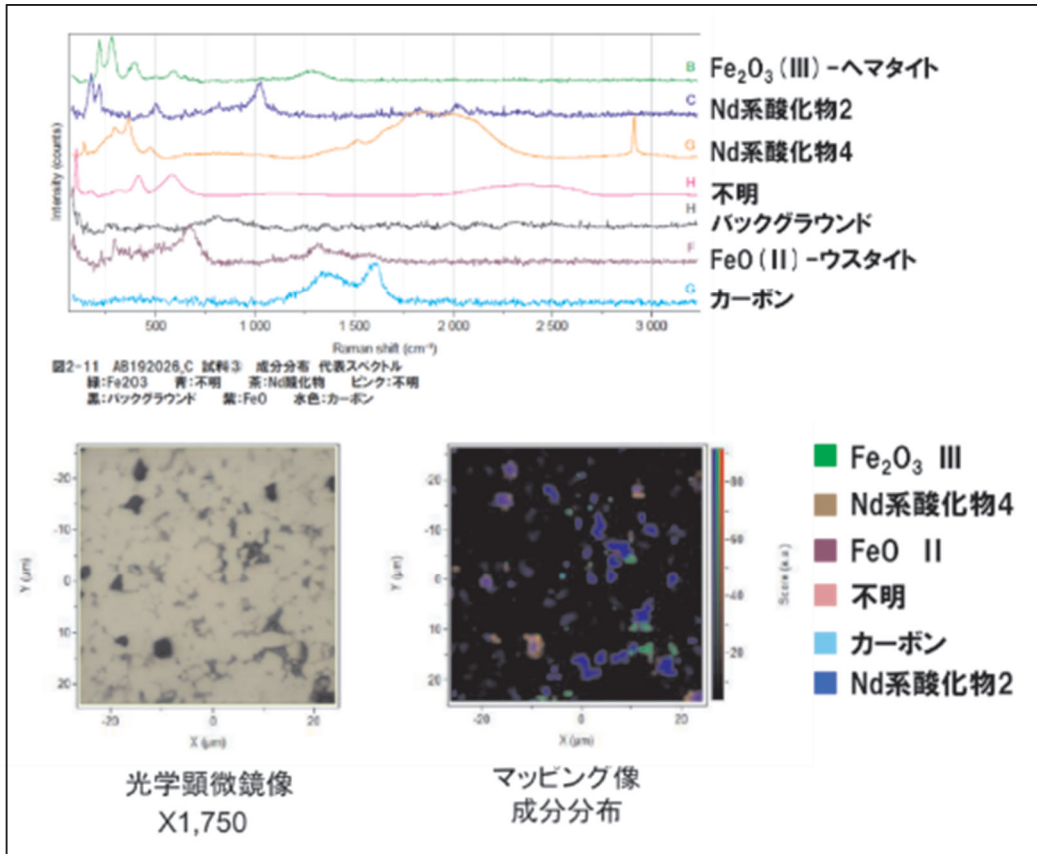


図2. 3. 3-12(e) s1-3 C面のラマン分光測定結果

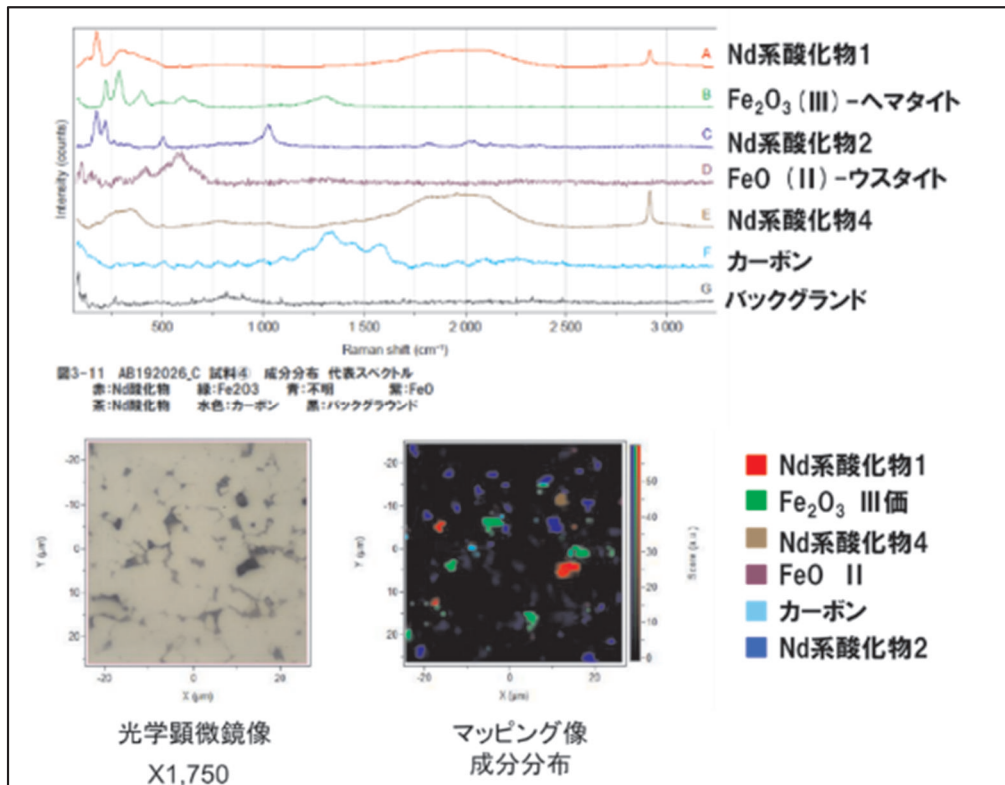


図2. 3. 3-12(f) s1-4 C面のラマン分光測定結果

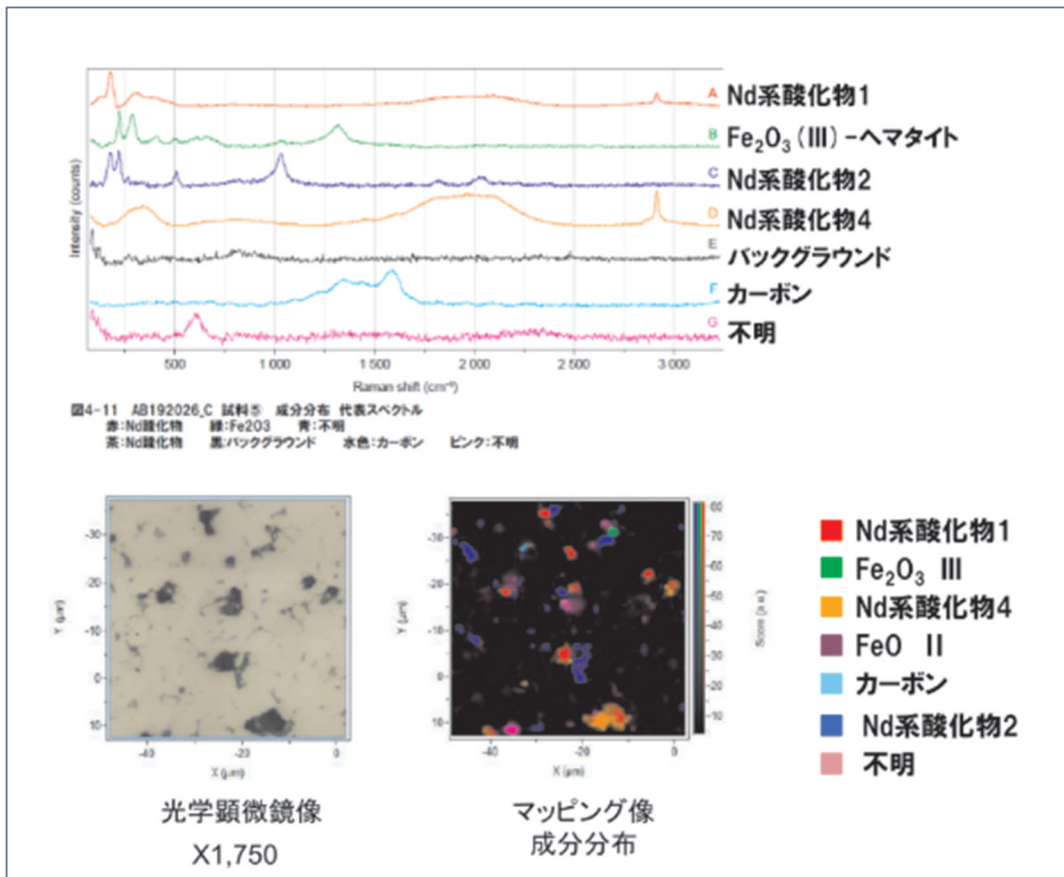


図2. 3. 3-12(g) s1-5 C面のラマン分光測定結果

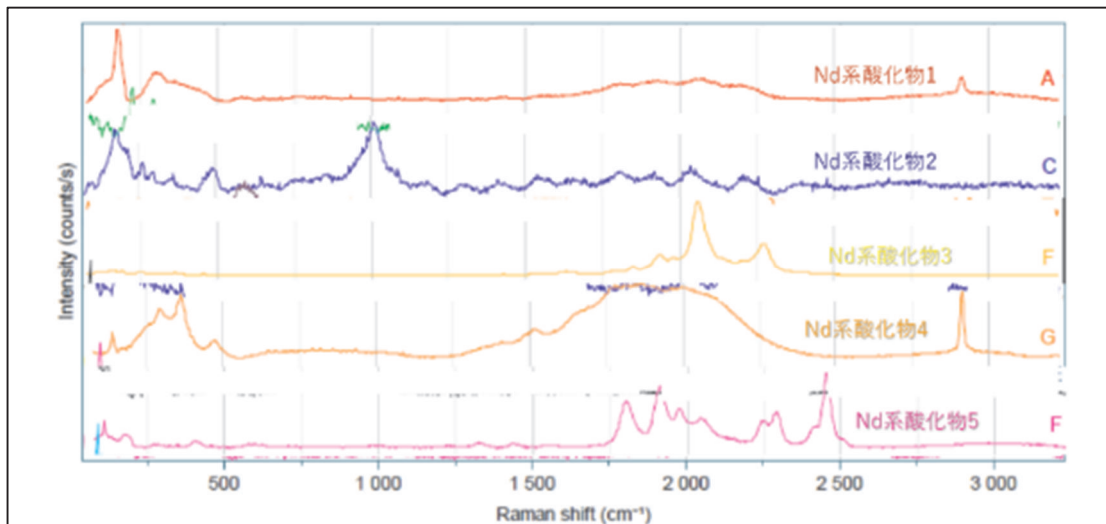


図2. 3. 3-12(h) Nd系酸化物相の各ラマンスペクトル(5種)

表2. 3. 3-8 Nd系酸化物相の面積率と平均粒径(平均値)

酸化物面積率					
磁石材料	Nd酸化物 1	Nd酸化物 2	Nd酸化物 3	Nd酸化物 4	Nd酸化物 5
s1-1	1.5%	1.9%	-	1.0%	-
s1-2	2.2%	1.9%	0.3%	1.4%	0.1%
s1-3	-	2.5%	2.3%	1.5%	-
s1-4	0.4%	1.4%	0.1%	2.3%	0.0%
s1-5	1.7%	1.7%	-	1.7%	-

酸化物平均粒径					
磁石材料	Nd酸化物 1	Nd酸化物 2	Nd酸化物 3	Nd酸化物 4	Nd酸化物 5
s1-1	3.1um	2.4um	-	3.8um	-
s1-2	3.6um	2.8um	2.9um	3.5um	2.7um
s1-3	-	2.7um	3.8um	3.6um	-
s1-4	3.5um	2.6um	4.1um	4.2um	-
s1-5	3.4um	2.6um	-	3.4um	-

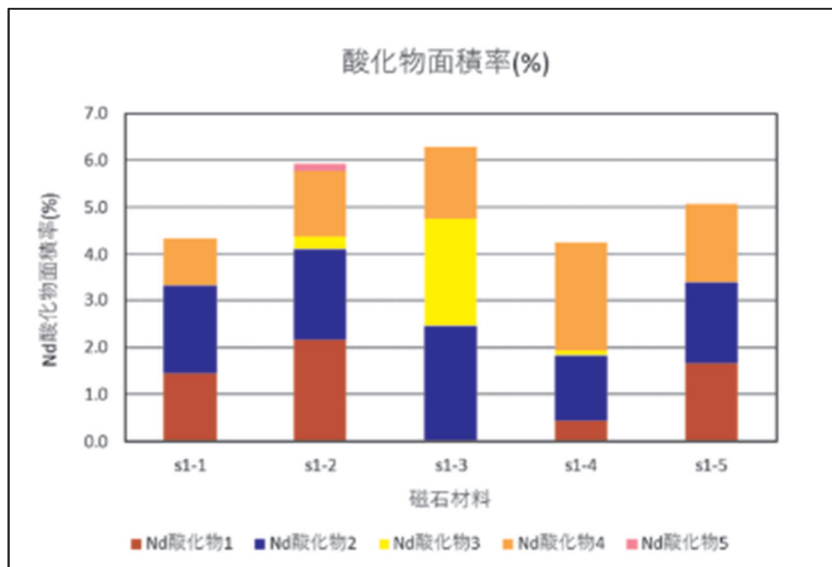


図2. 3. 3-12(i) Nd酸化物相の面積率

## B. ライブラリ化

### B-1 構造化ライブラリの構築

名古屋大学は、モデル材料を用いた構造-特性データの取得とデータ間の相関解析を行うに際して、材料の構造-特性データの相関関係を踏まえた構造化されたライブラリ形式で示すことが各変数間の関係性を理解する上で重要であると位置づけた。名古屋大学が考えた構造化ライブラリと統合ビューアとの連携関係を図2. 3. 3-13に模式的に示す。

この位置づけの下にタイヤ用ゴム材料および磁石材料に関して、プロジェクトメンバーである製造メーカー(住友ゴム、TDK)から提供を受けたモデル試料を用いて、AI活用に向けた構造化ライブラリの構築に必要な構造データおよび特性データの測定と構造方程式モデリングを用いた相関解析を行った。

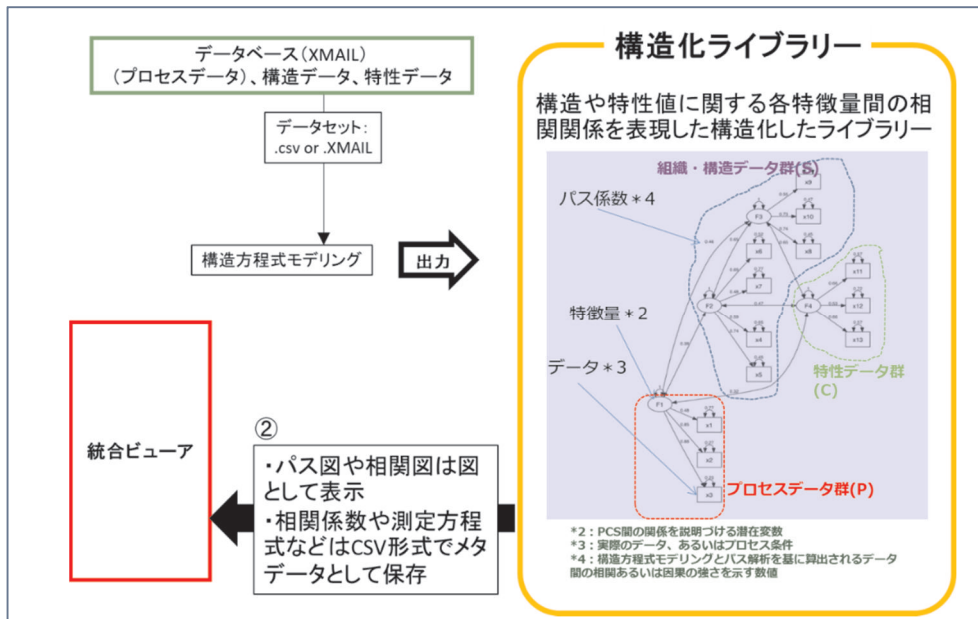


図2. 3. 3-13 構造化ライブラリおよび統合ビューアとの連携に関する模式図

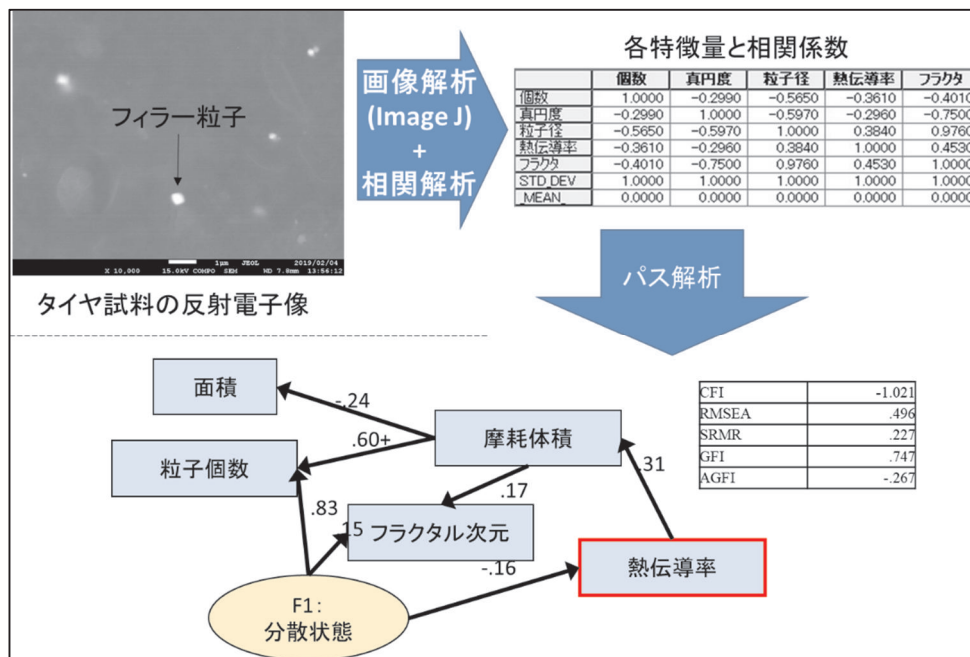


図2. 3. 3-14(a) タイヤ用ゴム材における代表的な構造化ライブラリの一例

タイヤ用ゴム材では、製造メーカーから提供頂いた試料20検体に加え、名古屋大学でも市販のタイヤ材について追加測定を行い、それぞれの試料において反射電子画像から画像解析で得られる添加ファイラー粒子の粒子径や真円度、粒子个数、フラクタル次元数などを特徴量として抽出し、特性データとしてはアクロン摩耗試験による比摩耗量、温度波法を用いて測定した熱伝導率を特徴量として抽出した。得られたデータを用いて、数十パターンパス図を作成し、構造方程式モデリングを用いてパス解析を行い各観測変数間の関係をパス係数で表現した構造化ライブラリ(パス図)を作製した。図2. 3. 3-14(a)には相関の強い変数のみで構成した代表的な構造化ライブラリ(パス図)を示す。図2. 3. 3-14(a)より特徴量間の相関性から性能評価を可能とする評価項目として、従来のタイヤ材では性能評価に用いて



いなかった材料の熱伝導率と、タイヤ特性の一つである摩耗量との相関関係が示されており、以上の事から性能予測を可能とする項目として材料の熱伝導率が有用であることが示唆された。

また、タイヤ用ゴム材の原料であるゴム材原料の分子量分布推定の精度について、ベイズ推定を用いた精度と不確かさを定量化する手法についても検討を行った。現在、高分子化合物の分子量の測定法としてゲル浸透クロマトグラフィー(Gel Permeation Chromatography, GPC)が広く用いられている。GPCによる分子量測定では分子量を分布として求めることができる。GPCに関して1960年代から多くの研究<sup>1)</sup>があるが、得られた分子量分布の不確かさについては考えられていない。この問題に対し、本研究ではマルコフ連鎖モンテカルロ(MCMC)法を用いて分子量分布の不確かさを定量的に評価可能な手法を開発した(図2. 3. 3-14(b))。

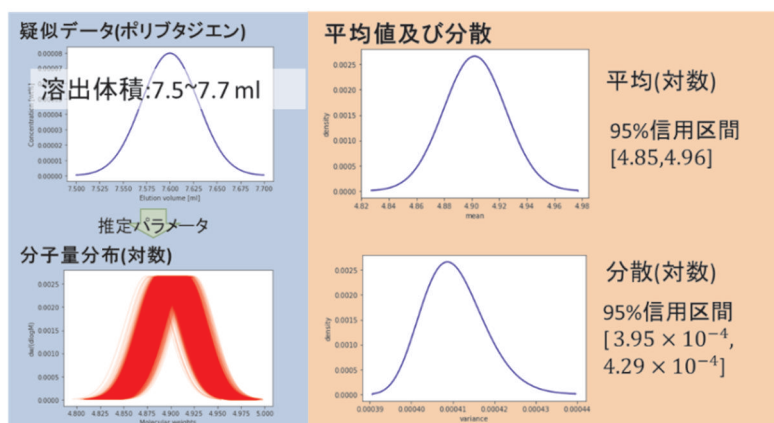


図2. 3. 3-14(b) ベイズ推定法を用いたゴムモデル材(ポリブタジエン)の分子量分布の推定結果と不確かさの定量評価結果

磁石材料に関しても同様に、TDKからの依頼分析により得られたEBSD解析から得られる粒子径とナノインデンタ試験によるビッカース硬度やヤング率、堀場製作所が測定したラマン分光測定から得られる各結晶相の面積率およびXRF測定による組成情報と、名古屋大学で測定を行ったビッカース硬度およびVSM測定による磁化特性、TEM観察結果などを特徴量として用いた。特徴量がサンプルサイズと比較して多い条件であったため、観測変数間での多変量相関図を作成し、特徴量間の相関係数の大きさにより関係性の強いものを選出し、それを基に数十パターンのパス図を作成した。図2. 3. 3-15(a)にEBSDからの粒子径-ビッカース硬度-磁化特性間の多変量相関図を示す。図2. 3. 3-15(a)より磁石性能を示す特性値である残留磁化や保磁力などとビッカース硬度は相関係数 $>0.8$ の強い相関関係が得られており、多変量相関図からもビッカース硬度は性能予測を可能とする評価項目であることが示唆された。

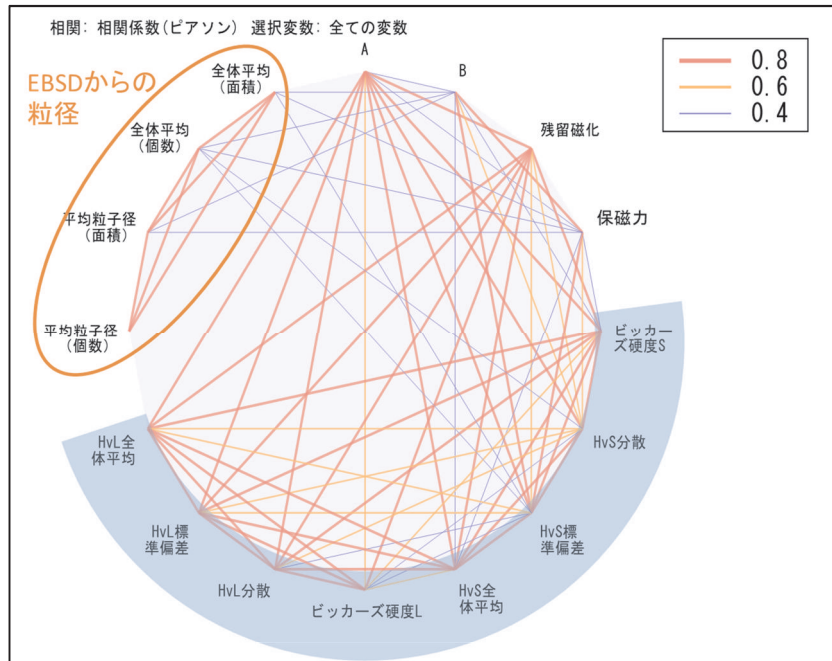


図2. 3. 3-15(a) 磁石材料における多変量相関図

作成したパス図に関して構造方程式モデリングを用いて相関解析を行い、モデル適合度の高いものを構造化ライブラリとした。代表的な一例を図2. 3. 3-15(b) に示す。図2. 3. 3-15(b)より測定した特徴量間に潜在変数を3つ導入したパス図において高いモデル適合度が得られた。これまでの知見を元に、それぞれの潜在変数の物理的意味は、それぞれF1:材料硬度、F2:粒界強度や配向性、F3:磁壁の移動度であると想定した。また、磁石材料の残留磁化や保磁力などの磁化特性に対するパス係数が従来報告されている粒子径との相関よりも高い値を示していることから、性能予測する新たな評価項目としてビッカース硬度が有用であることが示された。

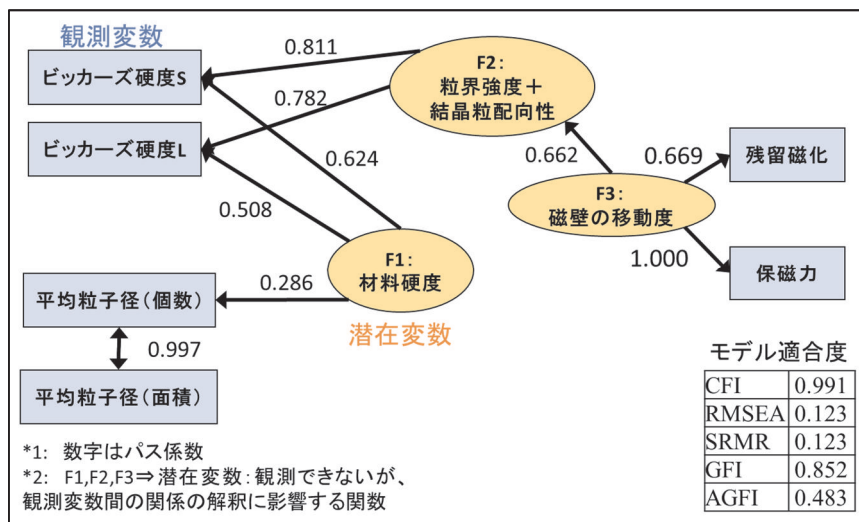
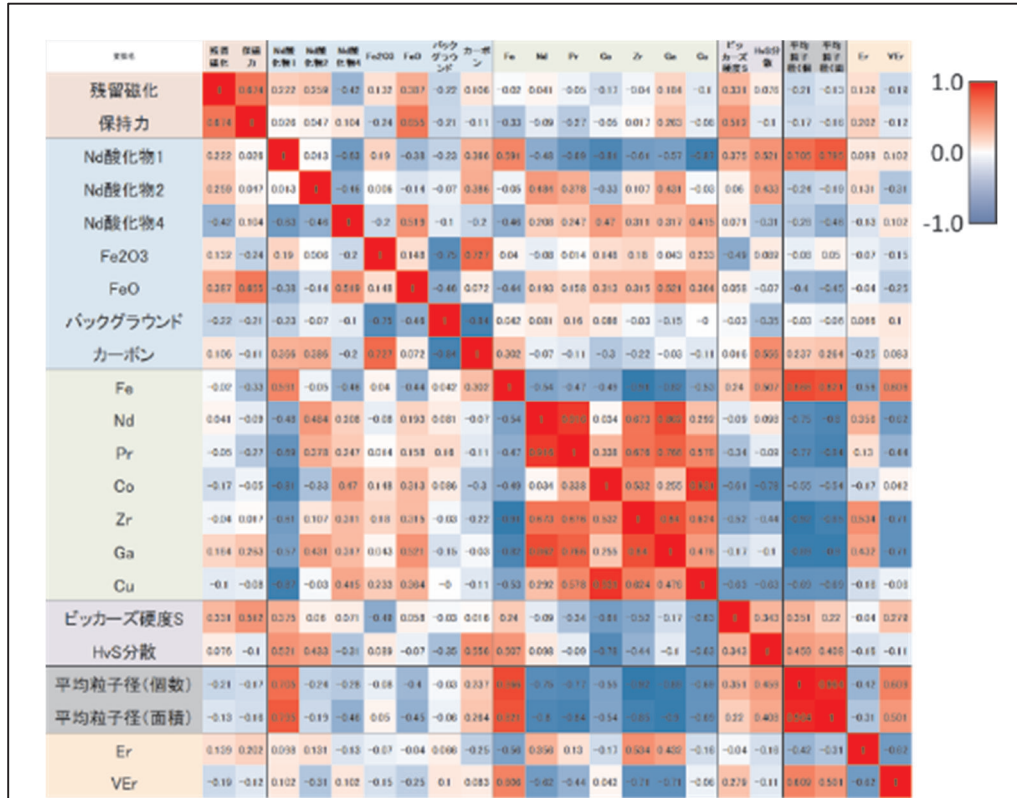


図2. 3. 3-15(b) 磁石材料における構造化ライブラリの一例

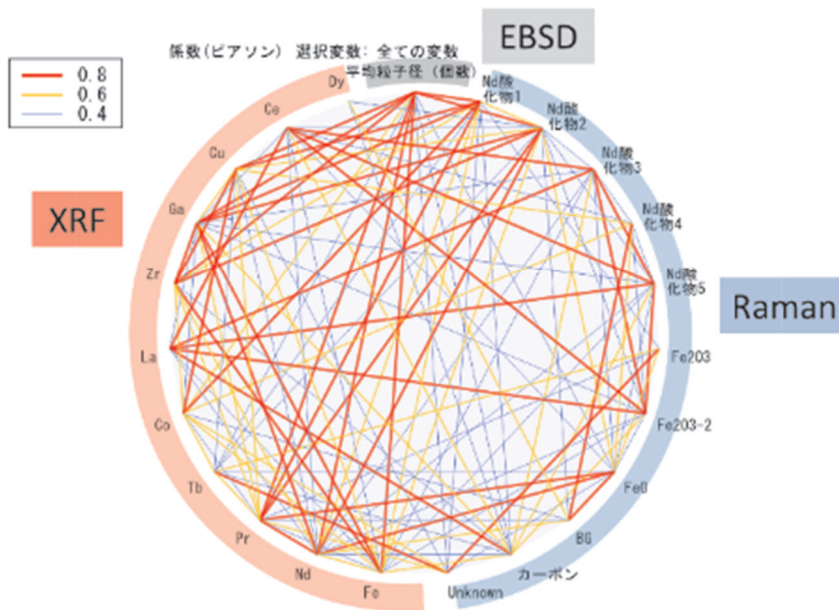
## B-2 ネオジム磁石特性の相関解析(XRF元素組成分析およびラマン分光測定結果)

堀場製作所はラマン分光測定およびXRF元素組成分析データをもとに、名古屋大学と共同で磁気特性等との相関解析を行った。その概略を図2. 3. 3-16に示す。図は磁気特性(Hc、BHmax)、Nd酸化物面

積率(ラマン分光測定)、元素(XRF分析)、平均粒子径(EBSD)、ビッカース硬度の相関を一覧に示したものである。濃い赤が正の相関が強く、濃い青が負の相関が強いということが一覧で可視化されている。このほかにももっと項目を限定して相関を別形式で可視化したダイアグラムもあり、これらを統合ビューアで可視化できるような仕様とすることになっている。



Raman分光分析-XRF-EBSD 相関解析



### [3] データ解析技術の開発とモデル実証の成果

#### A. タイヤ材料

##### A-1 顕微鏡画像からのシリカ粒子の自動抽出とソフトウェアパッケージ化

ゴム材料の物性にはゴムに含まれる粒子の配置や密度といった特徴量が関連していると考えられている。そのため、これまで顕微鏡画像に対して半分手動で粒子検出を行っていたが、時間も手間もかかるため、そこから先の分析のボトルネックになっていた。そこで、**図2. 3. 3-17(a)**に示すような U-net と呼ばれるセグメンテーションで用いられる畳み込みニューラルネットワーク(CNN)を用いて SEM 画像を入力とし、粒子抽出された画像を出力させるように学習させ、注目粒子を自動抽出するモデル構築を行った。

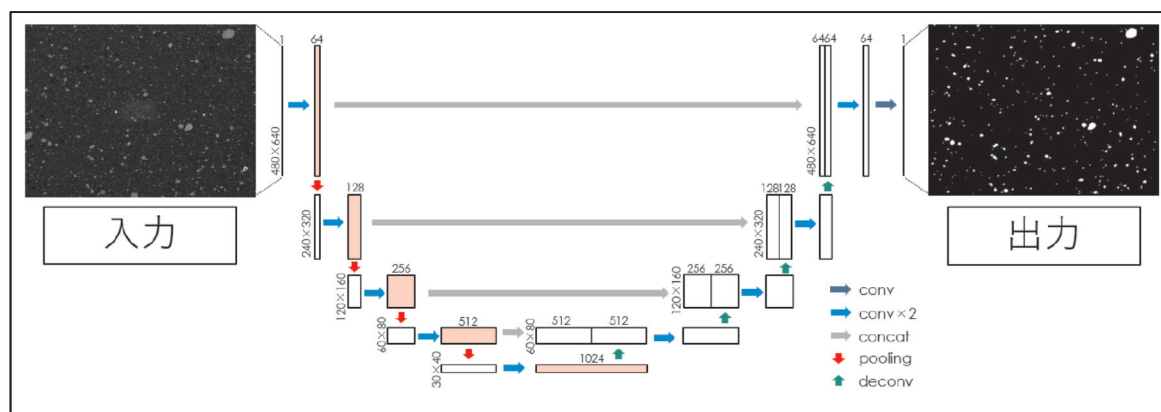


図2. 3. 3-17(a) 粒子自動抽出のためのニューラルネットワーク(U-net)

ディープニューラルネットワークの学習には通常大量の学習データが必要である。しかしながら、今回粒子抽出のアノテーションがつけられたデータの数で十分でないことが問題として考えられたため、上下左右反転させた画像も学習データとして追加する Data Augmentation の技術も併用し、269枚の画像から 1076枚に水増した。テスト画像に対する学習モデルの精度は IoU 指標で 0.822 となり、従来手法の一つである大津の二値化による 0.677 を大きく上回った。また、単に精度だけではなく、関心の対象でない粒子(酸化亜鉛など)は除き、シリカの粒子のみを高精度に選択的に抽出することができることを確認した(**図2. 3. 3-17(b)**)。

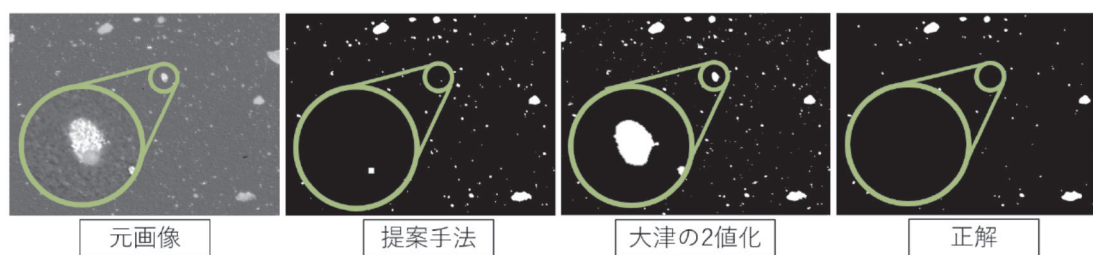


図2. 3. 3-17(b) 画像からの粒子抽出結果の比較

また、学習モデルを仮想環境の一つである Docker 上にパッケージ化したソフトウェアとして開発し、計算機プラットフォームに依存しない形で使えるようにした。これは、ディープニューラルネットワークの学習が、Python をフロントエンドとした大きなプラットフォームを前提としていて、そのソフトウェアインストールをユーザ側に課してしまうと利便性において大きなハードルとなる。そこで、ソフトウェア環境ごと学習結果を利用可能なものとして仮想環境を利用するという結論に至った。

##### A-2 ゴム物性に関連する特徴量の探索

それでは実際に画像の中にはゴムの物性にかかわるどのような特徴量が含まれているのかを調べるた



めに、画像から物性値を予測するニューラルネットワークモデルを構築した。具体的には、上に述べた粒子の自動抽出タスクと物性値を予測するタスクの複数を行うマルチタスク学習(図2. 3. 3-18(a)に概念図を示す)によって、比較的少ないデータ数から高い予測精度をもつ学習モデルの構築をめざした。

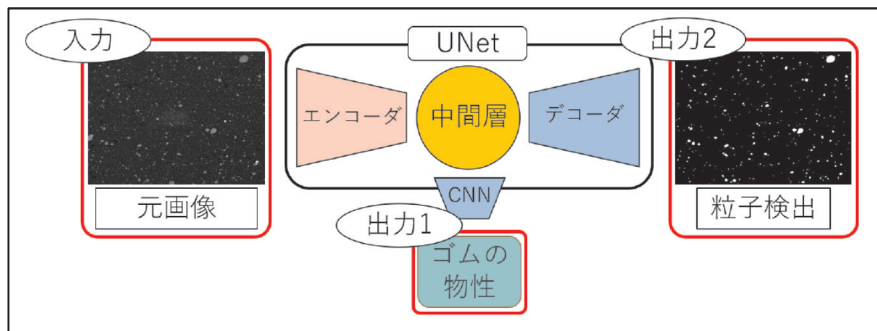


図2. 3. 3-18(a) マルチタスク学習の概念図

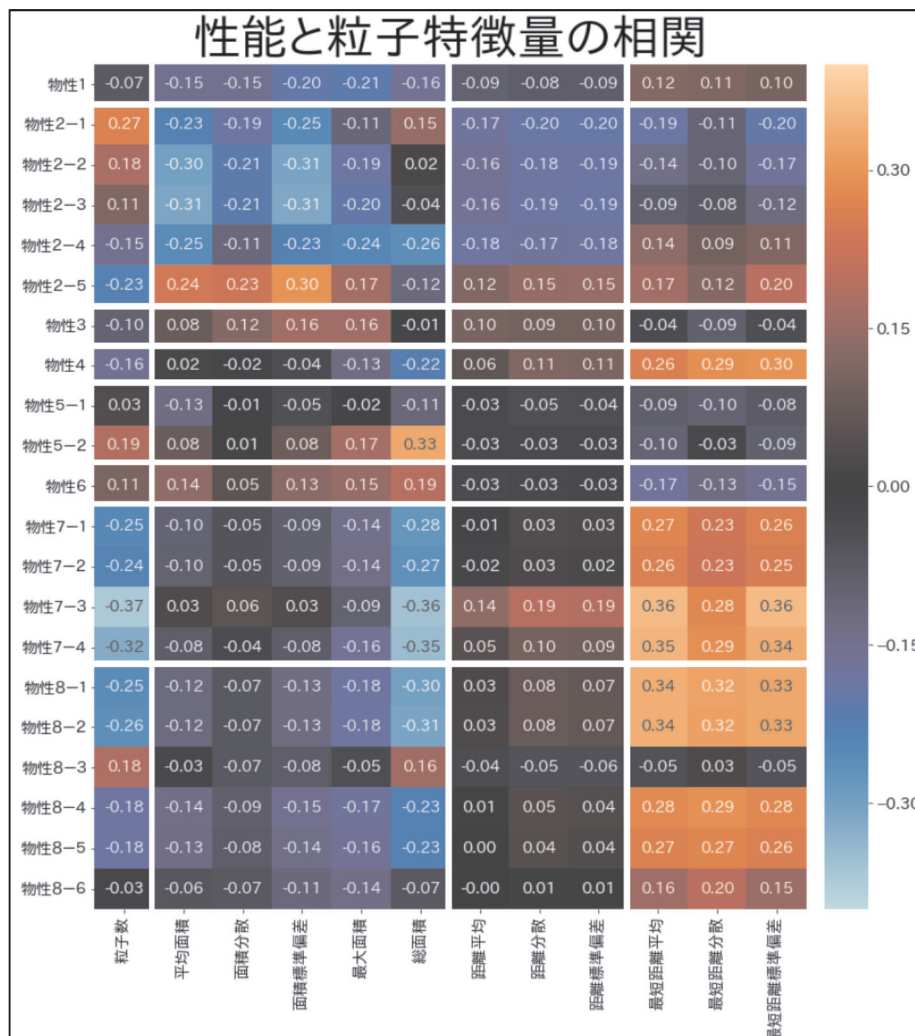


図2. 3. 3-18(b) 粒子特徴量と物性との相関値

まず、物性値がこれまで関連すると考えられている粒子の特徴量とどのような相関があるかについて相関解析を行った。物性値は(匿名化されているものが)大分類8種、小分類計21個ある。また、ディープニューラルネットワークによって抽出された粒子画像から、粒子数・面積特徴・粒子間距離特徴などの特



微量を抽出しデータ化を行った。その上で、物性値とそれらの特徴量との相関を調べた。図2. 3. 3-18(b)にその結果を示す。

その結果、いくつかの物性値は粒子の面積特徴量、距離特徴量と有意な相関がみられた。ただし、その場合でも高々0.4未満程度の相関係数しか存在しないことがわかった。そこで、粒子抽出に用いた U-net の中間層から物性値を予測するネットワークを追加し、マルチタスク学習を行うことによって予測精度を向上させることを試みた。このアーキテクチャを用いた背景として、画像から end-to-end で物性値を予測する学習を行うと、粒子抽出後の画像から予測を行うよりも、元画像から予測の方が性能が高いことが予備的な実験からわかったため、元画像に重要な情報が残っていることが考えられたためである。また、end-to-end ではどうしてもデータ数の不足で十分な学習ができないため、粒子抽出と同時並行的に行うことでタスク間の学習の転移による精度向上をねらった。図2. 3. 3-18(c)に、その学習結果の性能を示す。

いくつかの物性値については重回帰に比べれば高い相関係数0.5~0.75程度は達成した(R二乗値で0.25~0.5)。相関が低いものについては、確かに SEM 画像だけでは性能の予測が難しいであろうという議論が行われた。

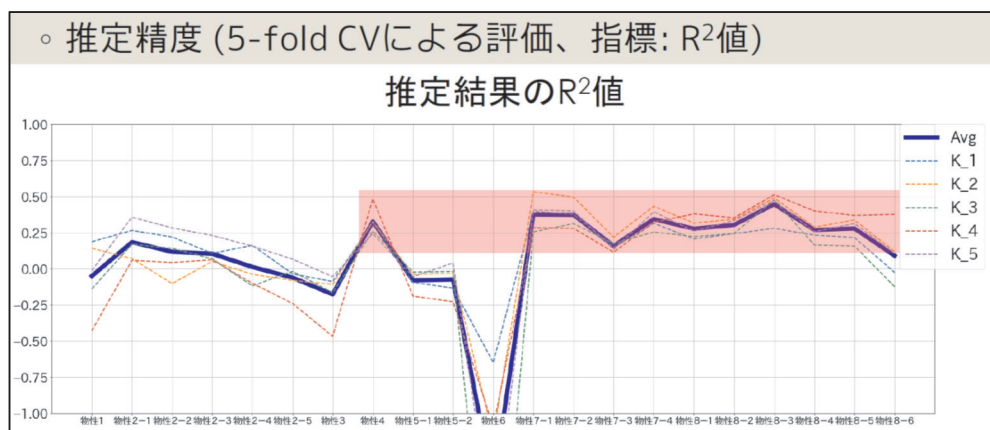


図2. 3. 3-18(c) ニューラルネットワークによる物性予測の推定精度

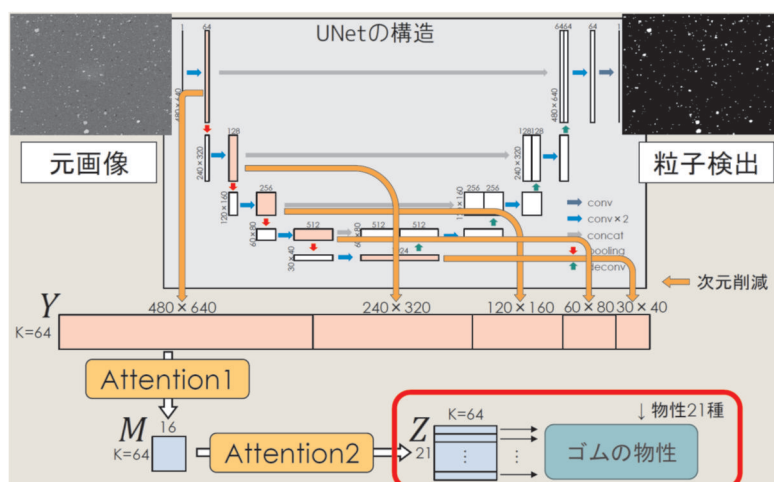


図2. 3. 3-18(d) アテンションメカニズム

次のステップとして、相関の高いものもそれほど予測精度自体は高いとは言えないので、本来の目的である特徴量の探索へと研究を進めた。その際に導入したのがアテンションと呼ばれるメカニズムであり、ディープニューラルネットワークの大量の特徴量を重要度で重みづけする仕組みを加えた学習モデルである。こうして得られた学習モデルに画像を入力しアテンションの値をアテンションの重要度を示したのが

図2. 3. 3-18(e)である。重ね合わせて可視化したのが次に示す図2. 3. 3-18(f)である。物性ごとにどの領域に注目して物性値を予測しているかが異なることがわかる。

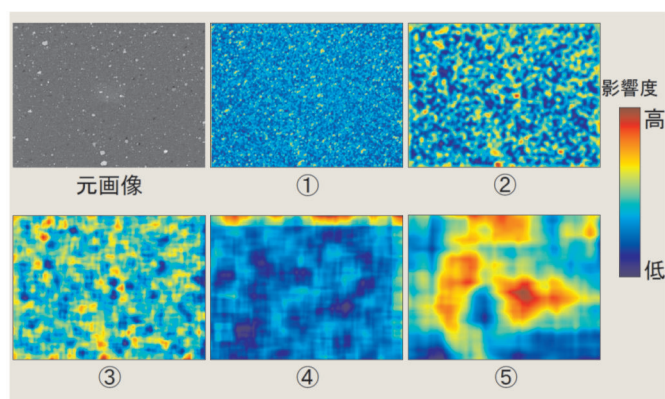


図2. 3. 3-18(e) 各階層でのアテンションの値

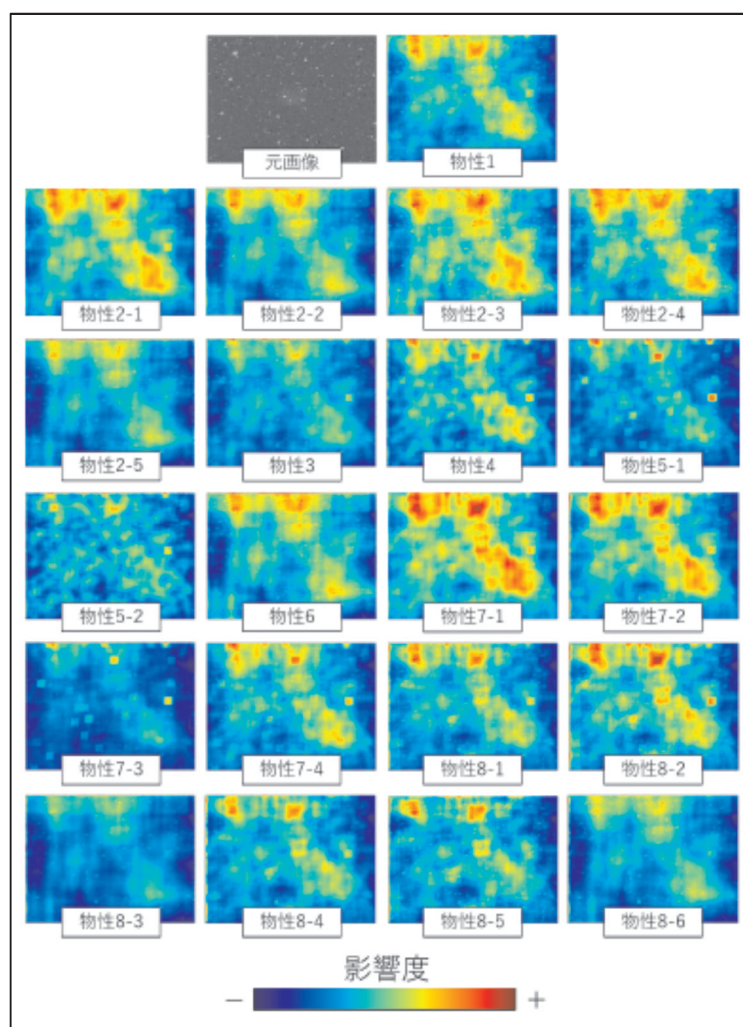


図2. 3. 3-18(f) 物性ごとのアテンション値の重ね合わせ

このような可視化技術をより進めていくことにより、具体的にどの特徴量がゴム物性に関与しているかを解釈・理解することにつながると期待される。

A-3 ユーザ機関(住友ゴム)による評価

前項A-1およびA-2に記述したように、産総研および早稲田大学により、主に画像(顕微鏡)データを中心とした粒子抽出等の精力的な検討が行われた。この結果これまで手作業が中心であったフィラーの分散状態の評価を様々なAI、機械学習の手法を用いて自動化できるようになった。また、ディープラーニングを用いて画像の平均的な部分より物性が異なりそうな領域の可視化も可能になった。

住友ゴムで取得している種々のタイヤ物性との相関関係を確認したところ、例えば、**図2. 3. 3-18(f)**の「物性2」は顕微鏡視野の比較的広い領域の特徴量と相関関係が確認できた。一方で「物性7」および「物性8」は視野の狭い領域の特徴量と相関関係が確認できた。つまり、「物性2」は、顕微鏡視野全体のフィラーの均一分散状態を反映する特徴量と相関があり、「物性7」および「物性8」は顕微鏡視野の特定の部分(例えば、フィラーの凝集している部分)と相関があることが示唆された。さらに画像領域内の可視化の検討結果から、例えば**図2. 3. 3-19**の画像のように「物性7」に関わる領域を可視化することができ、フィラーの凝集状態と「物性7」の関係をより深く理解することができた。これらの知見は経験的には知られていたが、今回の一連の取り組みで明確に相関関係として示され、新たな材料開発の指針を得ることができた。

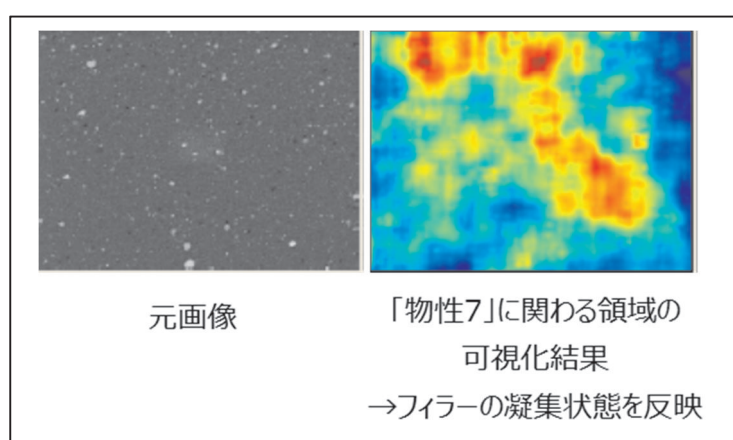


図2. 3. 3-19 物性7に関するアテンション可視化結果

## B. 磁石材料

### B-1 実証課題の絞り込みと分析

磁石材料の省エネ製品開発、生産性向上をなすために必要なAI活用技術開発とモデル実証を目的として、TDKと共にまずは製品開発上の律速過程となり得る問題の絞り込み、分析を行い以下の知見を得た。

- ・ 保磁力や帯磁率などの磁石特性は、磁区との関係上、結晶粒主相や副相の形状や分布など結晶粒組織に強く影響を受けるとされ、結晶粒組織の定量評価は材料開発に関わる重要な課題となっている。
- ・ 具体的には**図2. 3. 3-20**に示されるような結晶粒(界)観察SEM画像等を元に、結晶粒サイズやサイズ分布、粒の形状、配向異方性、副相の割合などの数値として特徴付けを行うための画像処理および解析が行われるが、必ずしも容易では無い。



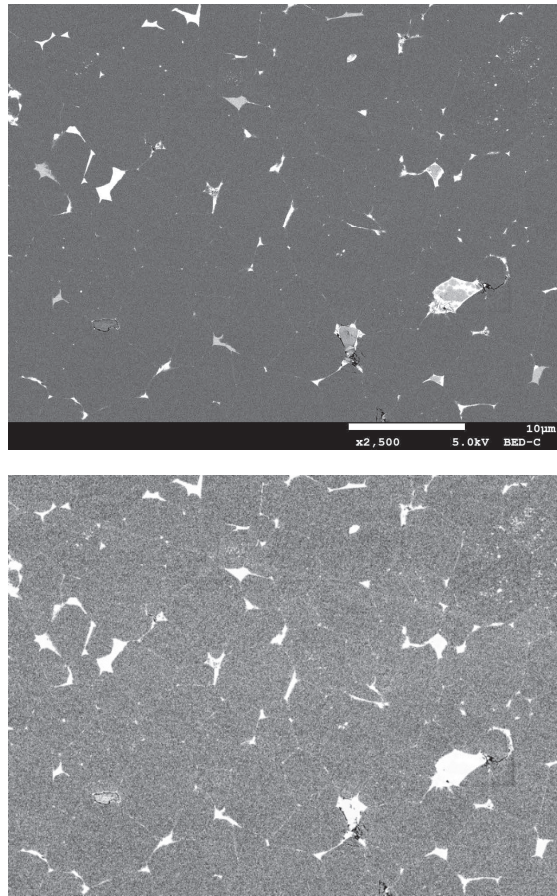


図2. 3. 3-20 上)磁石結晶粒界面SEM観察画像例(2500倍)。暗色部の主相結晶粒と白色の副相部分が混在している。副相は主相結晶粒内にも点状に分散している事が分かる。下)不要となるスケールバーを除去し、ヒストグラム平滑処理を実施したもの。

- ・ 粒界が非常に薄い場合、高倍率あってもその判別は容易でない。出来たとしても図中に見られる様な研磨痕や走査ノイズがある場合は従来のノイズ除去+エッジ強調などの画像処理手法では分離が非常に困難であるし、測定者の好み、装置メーカーによっても画像は異なるため、定型的な画像処理、パラメータ設定といったものは存在しないものと考えねばならない。
- ・ 現状では熟練者が経験と勘に基づきマウスやペン入力により塗り分けるなど、多くの時間と労力が掛かっており、生産性向上の足枷となっている。
- ・ プロセスデータ等との関係性の解析なしに、まずは上記の問題の解決だけでも省エネ製品開発につながるものと考えられる。
- ・ 開発環境としては利用者が見込めるMATLABで、まずは行う。

以上の課題の絞り込みと分析により、解析側でSEM画像を中心にこれまで画像の見た目を頼りに人間が入力デバイスで行っていた非定型な結晶粒セグメンテーション作業を機械学習やAIを用いて代替、自動化し、膨大な画像であっても気軽に形態的特徴量採取可能とすることを課題の中心とした。

#### B-2 イメージフィルタの近似処理学習に基づく粒界セグメンテーション

結晶粒抽出をパラメーターフリー、自動化するためには、サンプル物質の違いだけでなく、研磨痕や前処理の仕方、撮像時の倍率、加速電圧等によるコントラストや陰影、走査ノイズなど、画像毎の違いがあっても、それに影響されることなく頑健に識別処理が行えることが必要である。これは限られた範囲で予想される状況とその処理を全て場合分けし、プログラミング内で事前に記述しておく、いわゆる「ルールベース」のアプローチでは実現困難なものである。

一方、人の柔軟性と計算機の高速な繰り返し処理、両者の優れた部分を合わせ持つ処理が行えることで知られるディープニューラルネットワーク(深層学習)が各種セグメンテーション問題に盛んに適用されている。U-Net など非常に良い成績を示す事が明らかとなっており、本課題においても当然その適用を躊躇するものではない。しかしながらサンプルSEM画像や予備的実験から、通常の End-to-end でのセグメンテーションだけでは期待される結果を得るのは困難であると判断した。理由は下記である。

- ・「結晶粒界非常に薄く、局所的にノイズや研磨痕等の影響により判別不可能な部分が存在する」⇒結晶粒をセグメンテーションするのに、見えない結晶粒界(線)を見分けなければならないというのは問題設定として無理がある。⇒対応に困るセグメンテーション不能部分が生じるのならば、最初からその部分への後付け処理(補正機構)を見込んだ全体最適化を行う方が効率的である。
- ・「粒界と重なり合う様に存在する研磨痕や走査ノイズは明らかな識別誤差原因である」⇒無視してセグメンテーションするのもアリだが、研磨痕等を識別除去してからの方が成績は良いようだし、除去しきれず成績が上がらない場合への対応がどのみち必要。⇒ならば最初からそれを見込んで開発する方が効率的である。

結晶粒組織の形態学的情報を得るために必要なのは、結晶粒界を縁取り結ぶ粒界(線)とそれ以外(主相、副相を構成する結晶粒)とに識別された二値化画像である。ここでは通常のセグメンテーションを行う代わりに、複数の深層学習イメージフィルタを新たにデザインし、従来の画像処理の様に複数の深層学習フィルタの組み合わせにより、二値化画像を得ることとした。深層学習イメージフィルタは、下図に示すように所望するフィルタ処理をマルチスケールコンテキスト集約ネットワーク(CAN)で近似処理として深層学習させる方法を採用した。(図2. 3. 3-21参照)

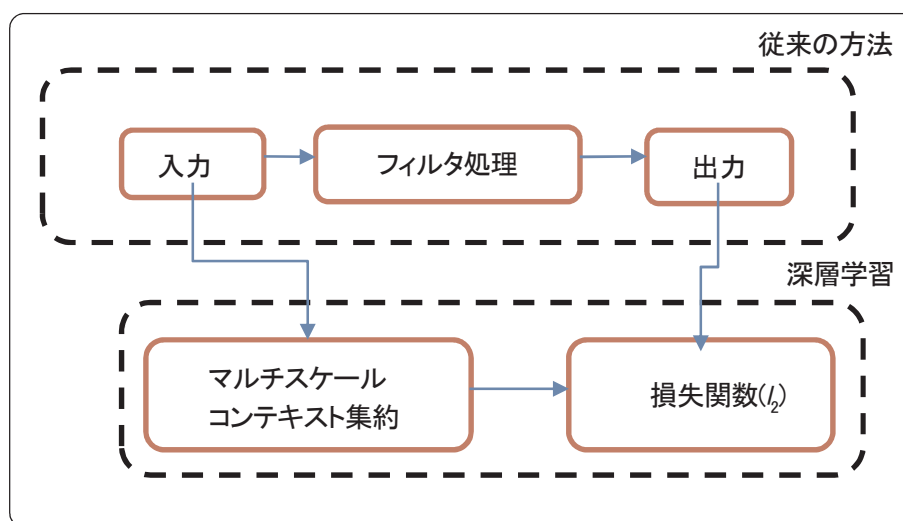


図2. 3. 3-21 従来型のフィルタ処理を、損失関数を最小化しようマルチスケールコンテキスト集約で学習(Mathworks社MATLAB Image Processing Toolbox資料より改変)。入力、出力画像を調整することで、代替するだけでなく、ある程度新たな機能付与も可能。

上記は、学習データセットを工夫することで、目的に応じた自由度の高い画像(フィルタ)処理を実現することが可能である。そのため、むしろどの様なフィルタ処理をデザインすべきか、またそのためにはどの様に学習データセットを作れば良いか?など、新たな問題が生じることとなった。しかしながら(結果論であるが)これらの問題は逆に、学習データセットを工夫さえ出来れば全体性能最適化のための自由度を得られることを意味し、End-to-end なAIによるブラックボックス化を最小限に留めた上で開発が行えるメリットとして捉えるべきものであることが分かった。



### B-3 深層学習イメージフィルタの機能デザインと処理アルゴリズムの策定

SEM観察画像に対して従来型のイメージフィルタ処理を実施し、従来手法の問題点を把握しつつ、新たに必要となる深層学習フィルタの機能設計を行った。同時に精度良く最終セグメンテーションを行うための処理アルゴリズム(手順)の最適化も行った。以下図2. 3. 3-22に、最終二値化セグメンテーション画像を得るまでの処理を示す。また、それぞれの処理内容や必要性についてコメントを以下に記す。

#### 【入力画像】(定型処理)

.bmp 等の形式で与えられる初期入力SEM画像(1280x1024画素)から画像処理の邪魔になるスケールバーや倍率が記述してある部分(多くは下部だが、装置により左端の場合もあり)を自動で除去し(1280x960画素)、ヒストグラム平滑化を用いてコントラスト調整済みの入力画像を準備。(図2. 3. 3-20を参照のこと)

#### 【研磨痕除去】(AI化項目)

研磨痕や電子線走査に伴う線状ノイズは太さ的にも輝度的にも粒界と近い場合が多く、粒界セグメンテーションの最大誤差要因である。試料毎、撮像条件毎に違うため、定型のフィルタ処理では対応困難。人間は複数の結晶粒に跨り連なる線とそうでない線として区別している？ようなので、そのような学習データセットを作るのが課題。

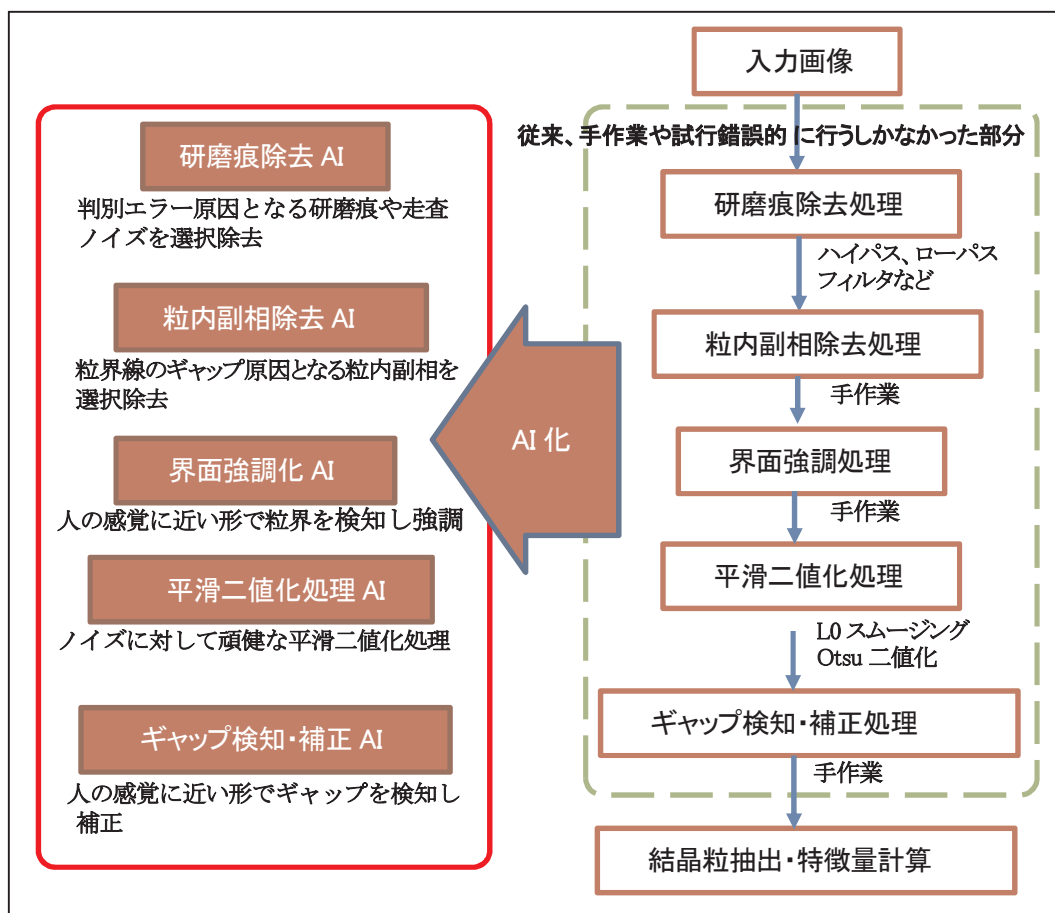


図2. 3. 3-22 必要なイメージフィルタ処理と対応AI

#### 【粒内副相除去】(AI化対象処理)

図2. 3. 3-20に示される様に、副相は粒界面以外には主として三つ以上の主相結晶粒が接し合う三重重点領域に形成されるが、結晶粒内にも一部形成される。これらはその後のギャップ検知の中間点、起点と誤認されるため、この段階にて選択的に分離、除去が必要。

#### 【界面強調処理】(AI化対象処理)

粒界は非常に薄く(～nm)、高倍でも画素レベル程度とのこと。そのため寄った(拡大して狭い領域を見た)場合、結晶粒内部と粒界の違いが砂嵐状ノイズ(スペckルノイズ)による区別が全くつかなくなる。一方で引いた(縮小して広い範囲で見た)場合には飛び石的な画素の繋がりを人間が勝手に見出し、粒界があるとようやく認識できるレベル。画素強度の微分処理や種々のエッジ処理では検出・強調化が困難な存在であり、人の感覚に近い形で検出し強調するほかない。

#### 【平滑二値化処理】(AI化対象処理)

粒界「線」を強調後の画像をそのまま二値化処理しても、あるいはエッジ強調処理しても必要とする粒界線の抽出はできない。電子線照射によるスペckルノイズが輝度値的に高いものも多く、強調領域と輝度的に被るためである。線状の粒界強調領域は変えずに、比較的構造の少ない結晶粒内部のスペckルノイズだけを選択的に平滑化可能な、例えばL0スムージング処理が必要。また、同時に強調領域の途切れ(ギャップ)があれば自動で検知し、途切れ具合や周囲の様子に合わせて自動結線(補正)するのが望ましい。

#### 【ギャップ検知・補正処理】(AI化対象処理)

平滑二値化直後の画像では、完全な結晶粒セグメンテーションが必ずしも得られるとは限らない。そのため線状の強調領域に途切れ、ギャップがあればそこを自動的に検知し、補正(結線)処理が必要である。画像解像度に応じて強調線の太さも変わったり、擦れたりするため、それらに対応したギャップ検知・補正であることが求められる。

#### 【結晶粒抽出・特徴量計算】(定型処理)

二値化後は、MATLAB の関数機能を用いて、事前分離された副相のサイズ等の形態的特徴量、主相結晶粒のそれぞれのサイズや方位、形態的特徴量を計算する。指定ファイルにテーブル形式にて出力、研究課題3-1で作成されるマイクロ-マイクロ統合ビューアに提供。

### B-4 深層学習用データセット生プログラムの作成

AI化対象処理が決まったのであれば、それを実現する学習データセットが必要となる。本課題においては、例えば研磨痕除去AIであれば、多数の研磨痕除去された画像と除去前のSEM画像の組が事前準備されてなければならないが、それらは一切存在しない。当初は十分な性能を発揮するためにはどれくらいの枚数が最低限必要なのかははっきりせず、これらをどのように準備するのが最大の課題となった。

まず初めは、結晶粒界観察画像と類似の画像、具体的には「城の石垣」や「アスファルトの路面」の写真を大量に撮影し、研磨痕を真似た線を付加することで学習データセットとして用いたが、実結晶粒界画像での除去実験結果は、あまり芳しいものではなかった。理由として、もちろん結晶粒界画像を元にしたデータセットでないこともあるが、枚数が数百枚程度しか準備できなかったことが理由と考えられる。データ増し等しても学習に十分な枚数をそろえることができなかったことを踏まえ、必要な枚数(数万、数十万であろうとも)、必要な画像内容(粒子密度、研磨痕数密度、撮像濃淡、副相の有無等、およびこれらのゆらぎ)すべて容易に変更可能な形で数値生成できるプログラムを作成することで解決した。基本的な作画アルゴリズムを図2. 3. 3-23(a)に、生成される学習データセット例を図2. 3. 3-23(b)に示す。

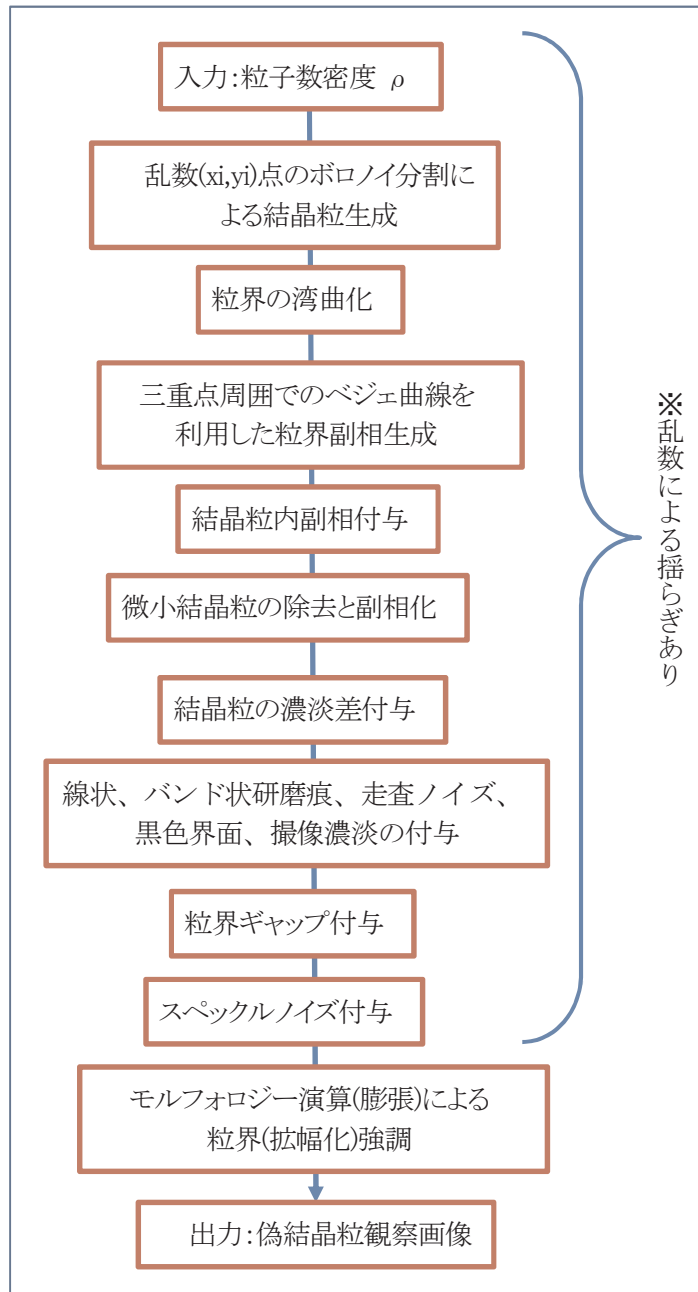
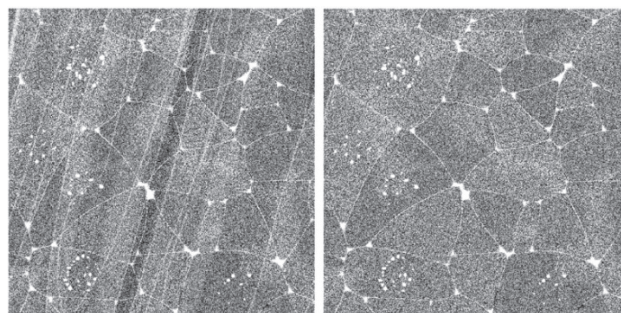


図2. 3. 3-23(a) 偽画像生成アルゴリズム

研磨痕除去



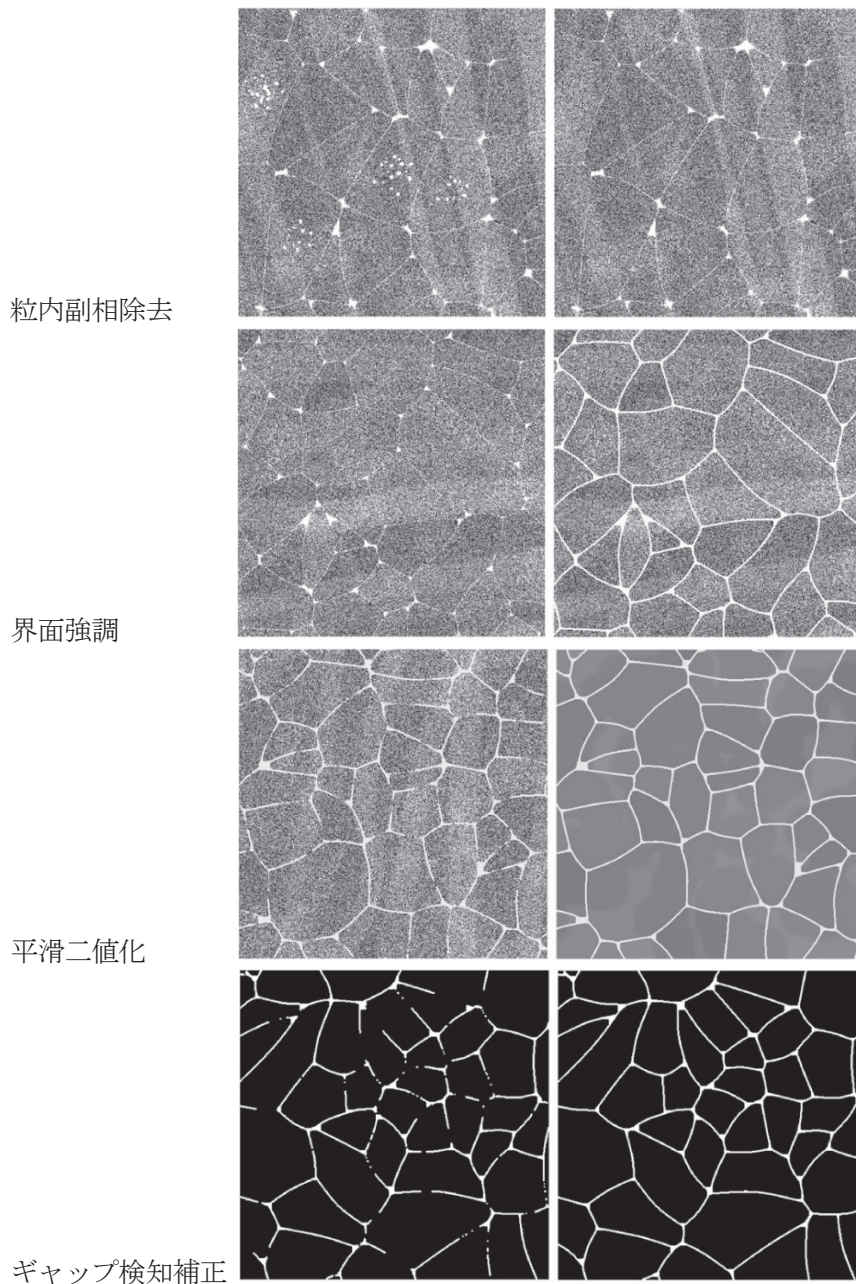


図2. 3. 3-23(b) 学習データセット例。左(512x512)から右(同)を生成するよう学習。生成プログラムは、一回作れば終わりと言うことでは無く、学習⇒偽and/or実SEM画像への適用⇒結果の確認⇒生成プログラムの修正⇒学習データセット生成⇒学習、を繰り返し、最適化を実施。

#### B-5 深層学習イメージフィルタ毎のテスト

学習は何れのAIにおいても5万から40万個のデータセットを用いた。実画像への適用結果を以下に示す。学習は512x512のサイズの画像で行っており、それよりも大きい実画像では縦2x横3=6枚の512x512のサイズの画像に分割、処理を実施した。

#### 【研磨痕除去AI】

例示に用いた入力画像(2500倍)は粒界と同程度の幅と輝度を持った研磨痕が多数混在する、非常に厳しい条件のものである。一回の適用では取り切れず、都合5回繰り返し処理を行った(図2. 3. 3-24(a)右図)。粒界を除去せずに、研磨痕を選択的に除去できていることがわかる。問題は、処理に伴い副相部



分の輝度が粒界輝度に引きずられる様に低下してしまい、コントラスト低下＝検出エラーを生じ易くなってしまふことであり、偽SEM画像のさらなる最適化が必要なところでもある。

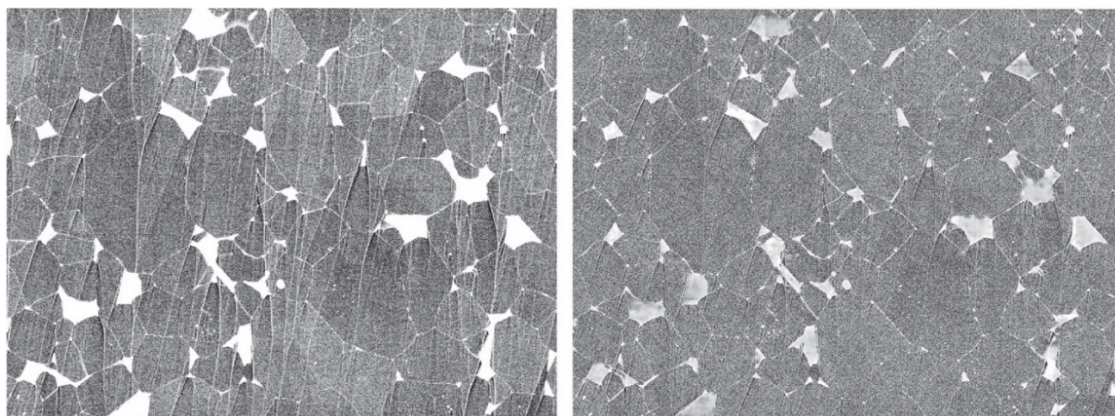


図2. 3. 3-24(a) 研磨痕除去AIの結果例 左)入力画像 右)5回適用結果

#### 【副相除去AI】

上記とは異なる、比較的研磨痕の無い画像(2500倍)への適用結果を示す。界面強調の邪魔になる粒内副相の大部分を除去できていることがわかる。しかし、研磨痕様、残念ながら粒界面副相部分での輝度低下を引き起こしてしまっている。

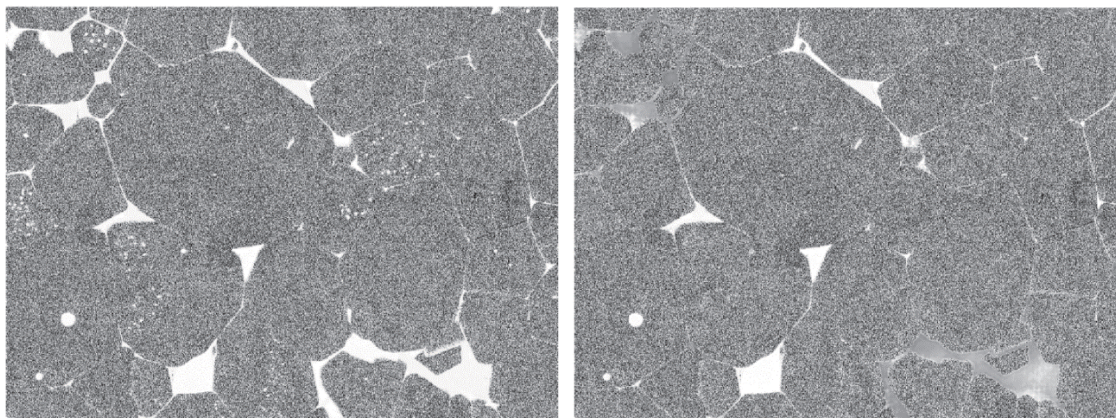


図2. 3. 3-24(b) 副相除去AIの結果例 左)入力画像(一部拡大) 右)処理画像(一部拡大)

#### 【界面強調AI】

粒内副相除去処理せず、界面強調処理を5回繰り返し適用した結果を示す。偽画像での学習でも、本物画像の結晶粒界面のかなりの部分を自動で検知、強調できることがわかる。すべての画像とは条件が悪いものが、ここまで来るために、上手く強調できていない部分の特徴を「人」が分析し、その特徴を再現すべく生成プログラムを修正、偽画像を本物画像に似せるよう幾度となく最適化を行っていることに注意されたし。



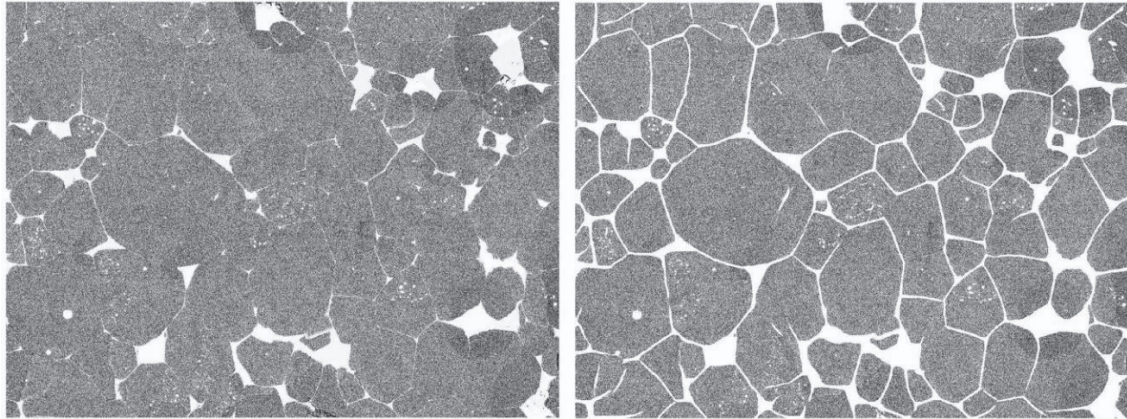


図2. 3. 3-24(c) 界面強調AIの結果例 左)入力画像 右)5回実施

【平滑二値化AIとギャップ検知・補正AI】

上記図2. 3. 3-24(c)右図に平滑二値化AIを適用した後、ギャップ検知・補正AI適用結果を示す。粒内副相を粒界三重点と誤認し、粒界ギャップを誤補正してしまう箇所が見受けられるが、人の目でも識別困難な粒界の強調から、ギャップ補正まで実行できることがわかる。

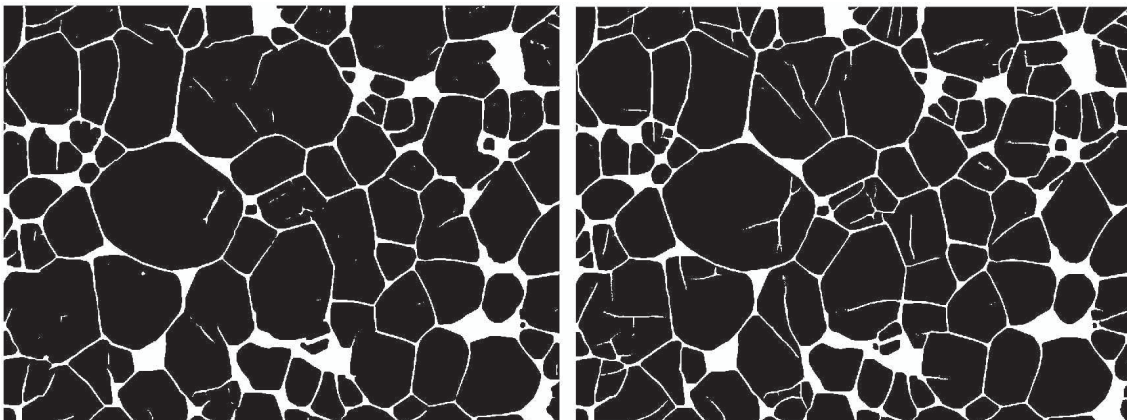


図2. 3. 3-24(d) 左)平滑二値化AIを後AIの結果と入力画像 右)ギャップ検知・補正AIの適用結果

B-6 最終セグメンテーション結果とそれに基づき計算される特徴量の出力

粒界ギャップ検知・補正後、結線されずに残る部分の除去を目的にモルフォロジー処理(クロージング)し、最終セグメンテーション画像とした。図2. 3. 3-25(a)にその結果(上)二値化画像と(下)現画像との重ね合わせを示す。赤い楕円部分は本来粒界として検知される

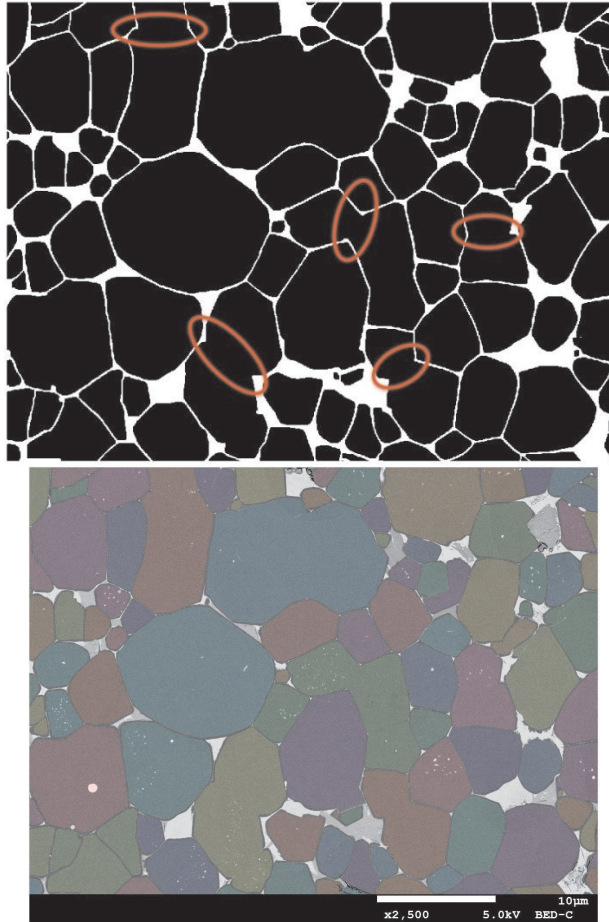


図2. 3. 3-25(a) セグメンテーション出力 (上) 二値化像、下) 入力画像との重ね合わせ

べき部分であるが、残念ながら検知できなかった部分である。粒内の副相を完全に除去出来ていない場合、三重点領域における副相との識別が難しく、検出エラーを生じてしまう様である。

この画像を元に、結晶粒の形態学的特徴量を計算し、テーブルデータとして出力する。

出力される形態学的特徴量:

- 粒面積、重心座標、楕円長軸長、短軸長、離心率、長軸角、凸包内面積、真円度、円相当直径、粒面積/凸包面積、粒面積/境界 box 面積、周長、最大フェレ径、その方位と座標、最小フェレ径、その方位と座標。(※Matlab 内であれば各粒のイメージも利用可能)

上記特徴量の英語名リスト:

'Area', 'Centroid', 'MajorAxisLength', 'MinorAxisLength', 'Eccentricity', 'Orientation', 'ConvexArea', 'Circularity', 'EquivDiameter', 'Solidity', 'Extent', 'Perimeter', 'MaxFerretProperties', 'MinFerretProperties'

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
1	Area	Centroid_1	Centroid_2	MajorAxisLength	MinorAxisLength	Eccentricity	Orientation	ConvexArea	Circularity	EquivDiameter	Solidity	Extent	Perimeter	MaxFeretDiameter
2	56923	85.3551991	188.6861901	367.1523094	233.7335205	0.771184361	-88.51107785	61836	0.648255256	269.2148113	0.920547901	0.581374922	1050.451	392.2958068
3	37709	68.0980403	566.4547721	318.9142673	162.9155703	0.859673188	-77.95367168	38039	0.715284202	219.1177537	0.991324693	0.713658472	813.932	324.9184513
4	19409	50.7934979	787.8690814	248.9617315	114.5191611	0.887925648	70.17036199	19944	0.569226233	157.2014832	0.97317489	0.574774935	654.582	281.7800561
5	18938	120.858433	844.0591932	274.8869084	104.5051002	0.924914619	52.26969476	20891	0.537294776	155.2823573	0.906514767	0.37719285	665.527	281.9645368
6	66016	208.900236	409.0714524	356.7708611	249.2089034	0.71559786	79.29153936	68345	0.810828515	289.9209923	0.965922891	0.641866796	1011.498	394.060909
7	17377	195.825229	915.3341198	222.4694923	111.5478264	0.865211376	12.99454726	17571	0.644800344	148.7450287	0.98895908	0.613594633	581.942	242.5386567
8	43864	265.149576	86.93664598	303.33408	200.8337389	0.744129669	-24.31438408	44154	0.769696807	236.3247329	0.993432079	0.679177505	846.306	329.2512944
9	33652	251.295049	731.877624	284.5156374	154.9779503	0.838625763	-64.41875752	35035	0.79012031	206.9953071	0.960525189	0.56489626	731.582	285.7708873
10	18177	363.139847	672.7750454	198.5826229	123.3569601	0.783626206	-48.38079769	18467	0.778771488	152.1304546	0.984296312	0.581384935	541.578	207.8603777
11	21162	361.398167	523.6614687	208.6030331	143.7754232	0.724542826	-71.22679543	22330	0.720713505	164.1471756	0.947636866	0.579463308	607.438	238.461737
12	11900	391.093697	931.5705882	231.0138418	68.12580993	0.955528351	-1.76656272	12090	0.578766792	123.0916349	0.984284533	0.877063679	508.312	215.3787362
13	37781	460.036524	823.2835288	287.7720566	178.1131111	0.785439725	8.794235507	39322	0.757274643	219.3268411	0.960810742	0.603530351	751.799	319.7561571
14	69388	499.599931	328.1794402	370.7054561	240.4103364	0.761175993	-19.2420738	70159	0.872681244	297.2331501	0.989010676	1.07032672	999.584	394.060909
15	8288	433.379344	467.4671815	197.9019038	63.9515393	0.946348527	-44.71025247	9200	0.498214963	102.7258942	0.900809565	0.342932804	457.216	197.6081982
16	38990	515.768146	112.0287766	301.7715915	172.8408793	0.819727321	31.51828218	40448	0.734022577	222.80846	0.963953718	0.646825594	817.009	345.3881874
17	2790	413.899283	23.63046595	69.58585072	56.76097731	0.578007714	33.19096	2869	0.769321406	59.60149604	0.972464273	0.668103448	213.478	80.72174428
18	5936	496.02746	595.442217	156.3142403	52.81344522	0.941193814	10.34897184	6286	0.582833453	86.9364707	0.944320713	0.631892697	357.75	159.1100248
19	459	453.688453	661.9803922	30.55772965	19.52829939	0.769154802	-85.34017026	475	0.903727936	24.17471719	0.966315789	0.833030853	79.89	31.01612484
20	2854	492.152418	16.69060967	113.2915441	35.16748925	0.950600868	12.36050662	2936	0.504141754	60.28122146	0.972070845	0.614953674	266.72	124.3261839
21	14270	559.806587	511.7639103	177.7509583	106.106318	0.802287301	31.79644732	14694	0.780700075	134.792909	0.971144685	0.680893059	479.264	200.8780725
22	14371	536.982079	678.8848008	166.483963	124.5182276	0.663778442	-84.35537458	15403	0.772088401	136.9528814	0.956372135	0.688300159	489.652	174.7340837
23	6510	556.0851	920.7430108	123.8378699	74.51068776	0.798737377	42.31529332	6971	0.695498686	91.04278904	0.933868885	0.631916133	342.963	141.4284271
24	46073	747.80791	729.828231	326.6765197	197.1034076	0.826617900	-17.86236819	67970	0.810101519	748.9369566	0.977976619	0.817770207	976.67	371.7107607

図2. 3. 3-25(b) 結晶粒毎に得られる形態学的特徴量出力のテーブルデータイメージ

例として、結晶粒毎に計算される特徴量の出力イメージを図2. 3. 3-25(b)に示す。出力されるデータはXmail化されていないが、一般的な形式のテーブルデータであり、容易に別の解析ソフトを用いて容易にヒストグラム化したり、平均値の違いをサンプル毎に比較したりすることが出来るものである。

#### B-7 ユーザ機関(TDK)による評価

磁石材料のSEM観察画像データにおいて、粒界が非常に識別しにくい構造であることから、これまで、経験と勘を頼りに人の手で境界に線を入れて、結晶粒界を決定してきた。人によるばらつきの改善と従来1日1視野と非常に悪い生産性の向上が求められていた。

B-1項からB-5項に記述したように、産総研によりSEM観察画像データから粒界抽出について様々な検討が行われた。その結果、研磨痕や走査ノイズなどを除去するAI、粒内の副相を除去するAI、界面を強調するAI、ギャップを検知するAIなどが開発され、粒界を自動抽出することが可能となった。これにより、人によるばらつきを抑えることが可能となった。さらにB-6項に示したようにこの粒界を抽出した画像を元に、結晶粒の形態学的特徴量を計算し、出力することが可能となった。

ノイズ除去から粒界抽出、形態学的特徴量出力までの一連の処理が1視野辺り約100秒で行えるようになった。従来、1視野/日であった作業が、この効果によって、1日の作業時間7時間として、250視野/日が可能となり、開発スピード向上に寄与するとともに250倍の省エネが実現できた。

得られた形態学的特徴量を加えて、名古屋大学により行われた図2. 3. 3-15(a)で示された磁石材料における多変量相関図を作成すれば、物性値との相関係数の大きさから関係性の強い項目に注目して開発することが可能となり、開発スピードの短縮につながる可能性が見出された。特に図2. 3. 3-15(a)でビッカース硬度との強い相関が見出されたことは、新たな材料開発につながる一つの成果である。

#### (4) まとめ

実施計画に記載した課題3-3に関する最終達成目標は、次の4項目である。

- [1] 磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性との相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。
- [2] タイヤ材料、磁石材料を対象にファイラ形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析



アルゴリズムを試作開発する。

- [3] タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。
- [4] 磁石材料開発の効率化に向けて、多種の計測分析装置で収集された複合・補間データと粒界構造解析用統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

項目[1]に関しては、図2.3.3-14(a)、図2.3.3-15(b)にタイヤ材料、磁石材料の例を示すように、構造化ライブラリを試作開発した。また製品性能を予測する評価項目に関しても、タイヤ材料に関しては材料の熱伝導率、磁石材料に関してはビッカース硬度を新に示唆することができた。

項目[2]に関しては、3-3-3 [3]項にタイヤ材料、磁石材料について詳述したように、フィラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出を行い、これに基づく解析アルゴリズムを試作開発した。タイヤ材料解析に向けては、フィラーサイズやフィラー粒間距離などの形態学的特徴量抽出するソフトウェアパッケージを試作開発した。磁石材料開発に向けては、実際の結晶粒界画像から特徴量を自動抽出できるソフトウェアパッケージや、開発した関数パッケージとともにMatlab機能を利用する新たな変換・表示用ソフトウェアパッケージを試作開発した。

項目[3]に関しては、島津製作所を責任機関とする計測機器メーカー4社の協力により、モデル計測データやモデル解析データの授受が可能な複合計測分析システムモデル(複合積層構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたにもかかわらず、住友ゴムによる実証評価を行い、モデルシステムを用いることで、これまで経験的にしか知られていなかった相関関係を明確化することが可能になり、新たなタイヤ材料開発の指針を得ることが可能となった。

項目[4]に関しては、日立ハイテクを責任機関とする計測機器メーカー4社の協力により、複合計測分析システムモデル(粒界構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたため、扱える画像解析可能な計測分析装置の種類(機種)を限定する形になったが、Nd系磁石5種類のモデル試料を用いて収集された多量な複合・補間データを活用して、構造と物性の相関を迅速に解明できることを明らかにした。

以上により、最終目標のいずれも達成した。合わせて、開発システムの総合解析を通して、研究課題1のコンバータの仕様に反映すべき今後の検討項目も明らかにした。

## 総括(全体のまとめ)

本事業は、部素材の各種計測分析データをサイバー空間に集約して統合的な解析を容易に行う環境作りと、ビッグデータやAI等による高度な解析技術をもとに、部素材開発の効率化(加速化)を進めるための基盤技術の開発を目的として開始した。このため、ビッグデータ時代、AI活用時代の新しい計測分析技術として提唱したCPS型複合計測分析技術を実証すること、部素材開発のモデル事例としてタイヤ材料開発、磁石材料開発を選んで、それらの研究開発の高度化・効率化を検証すること、さらにはそれらを通して省エネ効果を実証すること等を研究課題として設定した。

本事業は2018年からプロジェクト期間5年間(2018年度～2022年度)の計画でスタートしたが、政府予算の変更に伴い、2018年度と2019年度の2年間のプロジェクトに短縮となった。このため、部素材開発の効率化(加速化)による省エネ効果の実証という当初の目標も見直され、新しい計測分析技術であるCPS型複合計測分析技術の実証が主たる目標となった。

見直し後の達成目標は下記の通りである。

### 1)研究課題1関係

#### 【共通データフォーマット】

計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する。

#### 【データコンバータ】

異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にする装置群のデータコンバータを開発する。

#### 【データ収集・管理技術】

測定データのデータインテグリティ(DI:データの完全性)に関し、秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。

#### 【X線検出器】

放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるために要求される機能・性能を明らかにし、X線画像検出器の標準評価プロトコルを確立する。

### 2)研究課題2関係

#### 【試料ホルダ共通化】

4種類の画像検出型分析装置に適用する試料ホルダを開発する。2社のクライオ電子顕微鏡用の共通試料ホルダ(温度可変型)を試作し、汎用化への提案を行う。

#### 【試料状態モニタ】

測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタが搭載可能な仕様を作成する。

#### 【精密位置合わせ】

複数の装置間の位置再現精度を、位置合わせマーカとアライメント法の確立により実現する。蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカとして3 μm以下の精度で合わせこむ測定位置合わせ技術を開発する。

#### 【ナノ材料の均質分散法・評価法・試料調整法】

ナノ材料の液中均質分散に係る要件を確定し、分散状態評価法、分散液安定性評価法を開発する。ナノ材料等の顕微鏡用試料の調製法、展開試料の均質性評価手法を開発する。

### 3)研究課題3関係

#### 【測定データの信頼性向上】

タイヤ材料の開発に使われる計測分析法4種類、磁石材料の開発に使われる3種類の手法について、不確かさ因子を検討しFish-bone図(フィッシュボーンダイアグラム:以下FBD)の基本骨格をまとめる。

#### 【統合ビューアの作製】

2種類の統合ビューアを試作し統合ビューア技術を開発する。統合ビューアで活用される画像データ補償ツールと、計測・分析方法や試料作成等のフローの可視化ツールを試作する。

#### 【データの収集・蓄積とライブラリ化】

磁石材料およびタイヤ材料を対象として、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性との相関を



誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。

【データ解析技術】

タイヤ材料、磁石材料を対象にファイラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発し、ビッグデータ・AI活用に向け複合計測分析システムモデルの評価を行う。

【モデル実証】

タイヤ材料開発、磁石材料開発の効率化に向けて、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

本報告書の前章(2. 研究開発の目標と、実施体制と成果)に詳しく記述したように、上記の目標は下記のように達成した。

研究課題1関係では、【共通データフォーマット】構造を提案し、それに基づいて、計測分析機器メーカーの実施機関4社が下記記載の装置群の【データコンバータ】を開発した。ただし、開発期間の短縮化の関係で、装置種によりコンバートする対応データを限定した。

島津製作所 液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計、ガスクロマトグラフ質量分析計、赤外分光光度計)

日本電子 走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、電子線プローブマイクロアナライザ、核磁気共鳴装置、蛍光X線分析装置、電子線後方散乱回折装置)

日立ハイテク 走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、原子間力プローブ顕微鏡、蛍光X線分析装置)

堀場製作所 ラマン分光分析装置、蛍光X線分析装置)

また【データ収集・管理技術】では、DIを確保するための仕様を確定し、【X線検出器】では課せられた調査を実施し、標準的な評価プロトコルを検討した。しかしながらプロジェクト期間が短くなったため、日本分析機器工業会の協力を得て進める予定であった評価プロトコルの確立までは至らなかった。

研究課題2関係では、走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤外分光光度計、ラマン分光分析装置で共通に利用できる試料ホルダと透過電子顕微鏡用の共通クライオホルダを試作して、【試料ホルダ共通化】の目標を達成した。また【試料状態モニタ】が可能なアダプタを作製(仕様作製)して目標を達成し、アラインメントマーカ付き標準ホルダを用いた持ち回り試験(ラウンドロビン試験)を実施して、【精密位置合わせ】に関する目標も達成した。また1年限りのプロジェクト期間と制限されたが、【ナノ材料の均質分散法・評価法・試料調整法】も目標通り達成した。

研究課題3関係では、【測定データの信頼性向上】に向けて3種類の計測分析法の不確かさ要因を検討し、FBD図の基本骨格をまとめ目標を達成した。またタイヤ材料解析に向けた複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)と、磁石材料解析に向けた粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)の2種類の【統合ビューアの作製】を行い、合わせて画像データ補償ツールとフローの可視化ツールを試作して目標を達成した。さらに、ビッグデータやAI等による高度な解析技術の関連では、磁石材料およびタイヤ材料を対象として【データの収集・蓄積とライブラリ化】を進め、ファイラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出など【データ解析技術】を開発し、目標を達成した。最後の達成目標であるタイヤ材料開発、磁石材料開発の効率化の【モデル実証】は、研究期間の短縮化により統合ビューア開発、データ解析技術開発等と同時並行で進めるという困難な問題に直面した。このため実証対象は限定的になったが、タイヤ材料では手作業が中心であったファイラーの分散状態の評価を様々なAI、機械学習の手法を用いて自動化し特定の物性量の相関理解が可能になったこと、磁石材料開発ではノイズ除去から粒界抽出、形態学的特徴量出力までの一連の処理が250倍程度に加速できたことを実証し、目標を達成した。

## 第4章 成果の実用化に向けた取組及び見直しについて

### 4.1 マテリアル関連分野における現状と成果の実用化へ向けた戦略

我が国発のマテリアル関連技術は、これまでに数多くのイノベーションを生み出し、日本、そして世界の経済や社会を支える技術として貢献し、我が国において大きな強みを有する技術領域であることは疑いない。しかしながら、近年の中国をはじめとする各国のマテリアル関連分野への研究開発投資の影響もあり、この10年間で我が国のマテリアル関連分野の論文数が質・量双方の観点から国際的シェアを大きく落としている。我が国には世界と戦える 研究拠点や質の高い研究者が存在し、世界最高水準の研究施設・設備や良質なマテリアルデータの取得が可能な環境を保有しつつも、研究現場で生み出される多様なマテリアルデータを十分に活用しきれていないなどの課題が顕在化し始めている。

#### マテリアル革新力強化のための政府戦略に向けて（戦略準備会合取りまとめ）【概要】

**検討の経緯**

- ◆ 令和2年2月、文部科学省及び経済産業省は、マテリアル革新力の強化に向けた有識者会議を設置するなど、検討を開始。
- ◆ 同年4月、「マテリアル革新力強化のための戦略策定に向けた準備会合」（座長：大野英男・東北大学総長）を設置し、検討を加速。新型コロナウイルス感染症の発生・拡大を踏まえた追加検討等を経て、同年6月、「マテリアル革新力強化のための政府戦略に向けて（戦略準備会合取りまとめ）」を策定・公表。
- ◆ 本取りまとめは、**統合イノベーション戦略2020**及び**第6期科学技術基本計画**を視野に入れ、マテリアル革新力強化のための**政府全体の戦略策定**に向けた基本的な考え方、今後の取組の方向性等を示したもの。

**1. 戦略策定の必要性～今なぜマテリアル（物質・材料・デバイス）なのか**

- **Society 5.0の実現**にデジタル・イノベーションを支えるマテリアル・イノベーションが不可欠。
- AI、バイオ、量子等の**先端技術の強化**から、SDGsやパリ協定の長期目標の達成、資源・環境制約の克服、安全・安心社会の実現等の**社会課題解決**に至るまで、マテリアルの革新が決定的に重要。**新型コロナウイルス対策**にもマテリアルの研究開発が貢献。
- 米中貿易摩擦や新型コロナウイルス感染症の世界的流行を踏まえ、**経済安全保障**上の観点から、**サプライチェーン強靱化**のためのマテリアルの革新が求められている。
- デジタルを駆使した**データ駆動型の研究開発**が世界的に進展。我が国の産学官の良質なマテリアルデータを戦略的に収集・活用できれば、マテリアルから世界の産業・イノベーションをリード可能。
- 新型コロナウイルスの影響により人々の価値観・行動様式に変化が見られる中、**産学官の研究開発・製造現場のデジタルトランスフォーメーションを一気に加速する機会**でもある。
- 我が国にはマテリアル・イノベーションを生み出してきた多くの実績があり、**大きな強みを有している**。その重要性が拡大している現状はチャンスである一方、**強みが失われつつある危機**。

→ **我が国の強みに立脚した、「マテリアル革新力」（マテリアル・イノベーションを創出する力）を強化するための政府戦略を、産学官共通のビジョンの下で早急に策定する必要**

マテリアルが産業・イノベーションの鍵を握る  
“Materials for All”  
“Materials for Society”

図4-1. マテリアル関連分野の現状と戦略

（令和2年6月2日 マテリアル革新力強化のための戦略策定に向けた準備会合の資料より抜粋）

また、輸出の観点で状況を鑑みると、我が国の産業の要はそれぞれ輸出総額の2割強を占める素材産業と自動車産業であり、それら産業の強みを示すような世界市場の過半数を占めるマテリアル製品も多数存在しており、マテリアル企業の高度な製造プロセス技術とそれを支える計測・分析機器、加工、装置企業が持つ高度な技術力が世界における我が国のプレゼンスと国際交渉力発揮の源泉といえる状況となっている。

一方で、蓄電池等の組合せ製品などの我が国で発明されたマテリアル関連技術を模倣することが容易であったり、オープン・クローズ戦略が不十分なマテリアルなどの分野では市場シェアを奪われており、多様化・短縮化するユーザーズに即したイノベーションエコシステムが十分に構築できていないこと、さらに我が国のマテリアルの優位性を発揮するためのデータの取り扱いを含めた国際ルール形成を我が国が十分に主導できていないという点が課題として浮き彫りになっている。

さらに、世界各国でマテリアル・イノベーションを後押しするためのデータ駆動型研究開発が推進されており、マテリアルデータの戦略的収集のためのビジネスモデルの構築が始まっており、環境制約と



経済成長の両立を目指す取り組みが活発化しており、製造から廃棄までのライフサイクル全体の環境負荷低減や責任あるサプライチェーン管理がこれまで以上に求められている。

## 動向・影響②～データ駆動型の研究開発が世界的に進展（2）

データ駆動型の研究開発に対して、2011年以降、主要国の政府や企業が投資を強化。

### 主要国政府のマテリアル×データの取組

国	概要
米国	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ <b>Materials Genome Initiative</b>を2011年に立上げ。マテリアル開発の短期化・低コスト化に向け、従来の実験、計算に加え、データの重要性に着目。2014年6月に「Strategic Plan」を公表。2016年までに約5億米ドル（約560億円）を投資。</li> <li>◆ NIST, NSF, DOE, DoDなどで関連プロジェクトを実施（下記は代表例）。CNGMD（ローレンスバークレー国立研究所, UCバークレーなど）、SUNCAT Center（スタンフォード大, SLAC国立研究所）、ChiMaD（NIST, ノースウェスタン大, シカゴ大など）、PRISMS（ミシガン大）</li> <li>◆ データプラットフォーム（レポート）も各所で構築。</li> </ul>
欧州	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ EUの枠組みで<b>NOMAD</b>（Novel Materials Discovery）プロジェクト（2015～2018：約500万ユーロ（約7億円））を実施。マックスプランク協会フリッツ・ハーバー研究所が中核。</li> <li>◆ スイスは独自に<b>MARVEL</b>（Materials' Revolution: Computational Design and Discovery of Novel Materials）プロジェクト（第1フェーズ：2014～2018で約1800万スイスフラン（約20億円））を実施。スイス連邦工科大学（EPFL）が中核。</li> </ul>
アジア	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ 中国では、2016年、国家重点研究開発計画の一つとして、「材料ゲノム工学のキーテクノロジーと支援プラットフォーム」（約3億元（約50億円）/5年）を開始。上海、北京において大学を中心に拠点を構築。 <ul style="list-style-type: none"> <li>・上海大学に「Materials Genome Institute」（2015年）、上海交通大学に「材料ゲノム共同研究センター」（2016年）を設立。</li> <li>・中国科学院物理研究所・北京科技大学、中国鋼研科技集团有限公司等が共同で「北京材料ゲノム工学イノベーションセンター」（2017年）を設立。</li> </ul> </li> <li>◆ 韓国では、2015年から10年計画で「Creative Materials Discovery Project」を実施（採択課題あたり最大約2.4億ウォン（約2500万円）/6年）。2016年、韓国科学技術研究所（KIST）に「Materials Informatics Database for Advanced Search（MIDAS）」を設置。</li> </ul>

【出典】科学技術振興機構（JST）研究開発戦略センター作成資料を基に文部科学省作成

### マテリアル開発をAIで支援するスタートアップ（例）

シトリン・インフォマティクス@シリコンバレー

- 2013年に創設されたスタートアップ企業
- マテリアルデータベースにAIの機械学習機能を統合して、求められる条件に最適化された組成を選び出すなど、マテリアル開発を加速するソフトを開発。
- 投資家にはアルファベット（旧グーグル）元会長のエリック・シュミット氏やヤフー創業者のジェリー・ヤン氏らが含まれている。

【出典】三菱総合研究所「17号 フロンテス 知財誕生！」より文部科学省作成

### 日本におけるマテリアル×データの取組動向

- 我が国政府では、2013年にJST研究開発戦略センターが戦略プロポーザル（※）においてデータ駆動型物質・材料開発の重要性について政府に提言を行ったことをきっかけに、2015年にNIMSを中核機関とする「情報統合型物質・材料開発イニシアティブ」が発足。その後、内閣府（SIP）、文科省、NIMS、経産省、AIST等が取組を強化。

（※）「データ科学との連携・融合による新世代物質・材料設計研究の促進（マテリアルズ・インフォマティクス）～物質・材料研究を飛躍的に発展させるための新たなパラダイムシフト～」

- 企業においても、特に2017年以降、素材メーカーで、IT関連投資を拡大させる動き
  - ・2017年10月 日立製作所  
新材料開発の期間・コストの削減を支援する「材料開発ソリューション」提供開始  
AIを活用したマテリアルズ・インフォマティクスに基づくデータ分析支援サービスなどを提供
  - ・2017年10月 横浜ゴム  
インフォマティクス技術を活用したタイヤ設計技術を開発
  - ・2019年6月 三菱ケミカル株式会社  
統計数理研究所と三菱ケミカルの共同研究部門設置について
  - ・2019年10月 住友ゴム工業株式会社  
タイヤの性能持続技術開発を加速させるAI技術「Tyre Leap AI Analysis」を確立

【出典】各社ニュースリリースより文部科学省作成

図4-2. 世界各国のデータ駆動型研究開発の推進状況

（令和2年6月2日 マテリアル革新力強化のための戦略策定に向けた準備会合の資料より抜粋）

このような状況の中で、Society5.0の実現、SDGsの達成、人間中心のインクルーシブな社会の形成といった目標を達成するためには、マテリアルデータの有効活用によるデジタルとの融合が喫緊の解決すべき課題であり、我が国が世界に誇る強みである産学官の優れた人材、良質なデータ、高度な研究施設・設備、成熟した産学官の連携関係を発揮し、マテリアル研究開発のデジタルトランスフォーメーションを加速し、データ活用のジャパンモデルを世界に先駆けて確立することが我が国のマテリアル革新力を高めるために重要である。

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析技術システム研究開発事業」では、このようなデジタルトランスフォーメーションを意識した内容の研究開発が実施されてきたが、技術的にデータ活用が可能であることを実証するための①計測・分析データを共通で扱うためのフォーマット検討、②多様なデータを統合して扱うための計測・分析対象の観察位置の同一性検証、③取得した多様性データの統合的な可視化などの実証が行われ、期待していた技術的な実証結果を得ることができた。

しかしながら、本事業の実施項目はマテリアルDXプラットフォームに必要な技術の検証までであり、さらに次の段階として実証した技術要素を社会実装することを意識した取り組みを推進しなければいけない。

我が国が描くマテリアル関連分野における求められる将来像は、我が国のマテリアル企業が引き続き国際市場における高い競争力と信頼性を獲得しマテリアル製品の輸出規模を拡大するような国際競争力の実現することであるが、そのためには国内外の優れた研究者が結集し、マテリアルの知が高確率でスピード感を持って実装され、AI、バイオ、量子技術、環境などに関連する重要課題をマテリアル技術から解決することが可能な環境を我が国で確立しなければいけない。このような戦略の中で、本事業

業により実証した技術要素を我が国における標準的なマテリアル関連分野の情報を扱う技術として普及することが望まれ、さらにその先には我が国以外でも計測・分析データを共通で扱う技術として広く利用される状況を想定した取り組みを続けることが必要である。

#### 4.2 成果の実用化へ向けた次段階での具体的な取組について

本事業ではアカデミア4機関、ユーザ企業2機関、計測機器メーカー4機関の計10機関により①計測・分析データを共通で扱うためのフォーマット検討、②多様なデータを統合して扱うための計測・分析対象の観察位置の同一性検証、③取得した多様なデータの統合的な可視化などの実証が行われたが、それら実証した技術要素は有機エラストマー素材と磁性材料のみを想定とした実証に限られている。

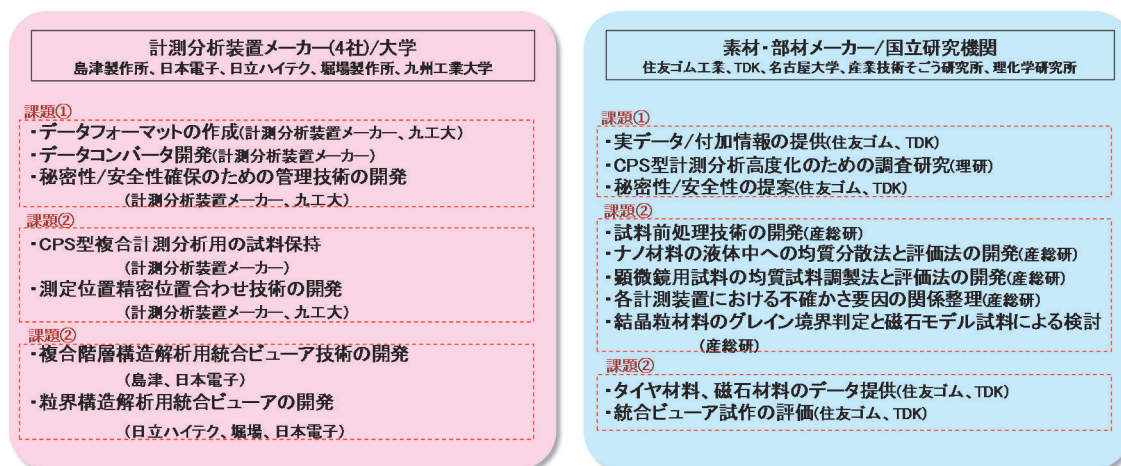


図4-3. 本事業の実施体制図

我が国発の代表的なマテリアル関連技術としては、これまでもリチウムイオン電池や青色LED、ネオジム磁石などが社会変革を牽引した例としてあげられるが、AI、バイオ、量子、環境を支える基盤として計測・分析データを共通に扱う技術が社会に浸透していくよう取り組まなければいけない。

そのような観点で本事業の成果について次段階で推進する事項を検討すると、計測・分析データを共通で扱うためのフォーマットと観察位置の同一性を担保するための位置合わせ技術については、より多くの機関・企業により、関連するステークホルダーに必要とされる要件を満たしているかを検証することが必要であり、そのようなより多くの機関や企業による検証を踏まえた上で、我が国に標準的に使用する技術として浸透させることに取り組むべき状況であると言える。このような点を考慮した上で、次段階の取組としては、計測・分析データの共通フォーマット及び同一性を担保するための位置合わせ技術を検証する枠組を策定し、計測分析機器メーカーを主要会員に持つ一般社団法人日本分析機器工業会を代表機関として、計測機器メーカー4機関、ユーザ企業4機関を中心とした事業実施者と計測分析機器ユーザ、メーカー、アカデミアのより幅広いマテリアル関連分野の関係者を招聘した委員会からなる実施体制を構築し、令和2年度より戦略的国際標準化加速事業のテーマである「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」(以下、新テーマ)として取組を継続しており、JIS規格として提案することで、国内の標準技術として浸透させるよう推進している。

この新テーマで日本分析機器工業会のもとに設置する委員会は、事業企画の進捗管理やとりまとめ、JIS規格の原案を策定するための規格原案検討委員会と技術小委員会であり、マテリアル分野で関連するステークホルダーからの意見招致や集約を行いつつ実施する。これら委員会のうち規格原案委員会を構成する関係機関は、本事業の実施機関の他にアカデミア4機関、ユーザ企業およびユーザ業界団体6機関、計測機器メーカーおよび受託分析企業5機関である。またもう1つの委員会である技術小委員会を構成する関係機関は、本事業の実施機関の他に、アカデミア2機関、ユーザ企業およびユー



ザ業界団体2機関、計測機器メーカー3機関である。このように、タイヤ業界や化学産業を含めた本事業より広い範囲のステークホルダからの要件を集約できる体制が構築された。これらの委員会では、すでに本事業の成果について、新テーマから参画した機関を含めた検証が始まっており、本事業の成果が適切に次の取組に引き継がれている状況である。

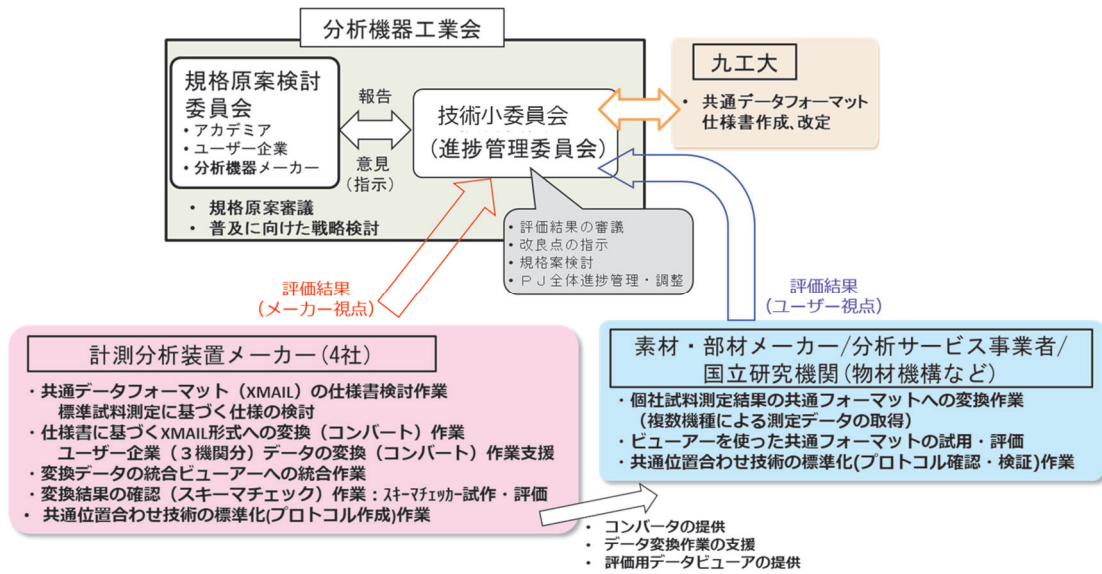


図4-4. 新テーマの実施体制図

なお新テーマでは、本事業の成果をもとにして、さらに広い範囲でのユーザシナリオでの検証を行い、ユーザシナリオにあわせて追加が必要となった計測分析装置を対象として、計測分析データのデータコンバータ改修・試作を行いながら、その作業結果に基づくJIS原案の策定を行う。

さらに、本事業の成果であるアラインメントマーカの活用技術の検証結果をもとに、アラインメントマーカのより一般的な観察対象に適用する実装方法や基準点および測定点の指定方法などを開発した上で、JIS原案として提案する共通位置合わせ技術の標準プロトコルとして策定する。

このような2つのJIS原案の策定が新テーマで進められることにより、国内ステークホルダーへ本事業の成果の浸透が期待されるとともに、多様な計測・分析データをサイバー空間に集約し、高次元の統合的な解析を行うことを可能とし、ひいてはマテリアル開発のブレイクスルーが期待できる。また、新テーマに参画するステークホルダは世界に先駆けてCPS型複合計測分析技術の規格を知ることができ、先行的にSociety5.0で実現する技術の一部を利用したり、サプライチェーン間で素材や部材の履歴・故障を解析したり、先行してサプライチェーン全体の効率化や省力化に取り組むことが可能になると期待される。

上記の新テーマについては、3年間の実施期間でJIS原案の策定が進められるが、JIS規格化を図った後には、国際的な規格としての普及を目指してISO関連専門委員会への提案活動への発展が想定されており、このような計測・分析データに関する国際的な標準化活動を行うことが、我が国のマテリアル関連分野の大きな強みを維持するだけでなく、我が国が保有しているマテリアル関連分野の研究開発環境や蓄積されたマテリアルデータを有効かつ効率的に将来のマテリアル研究開発へ寄与させることとして、マテリアル革新力の向上を目指して取り組まれている。

#### 4.3 成果の実用化の見通し

本事業は2機関のユーザ企業が参画し統合的なデータ解析等の検証を行ったが、本事業で使用した計測分析装置は2機関のユーザ企業の関連する分野のみではなく、自動車、情報通信機械、医薬品、電気機械、業務用機械、化学、電子部品・デバイス・電子回路などの分野にお



ける研究開発で使用される設備である。

## 1. 分析機器技術に期待される役割

### 分析機器技術の役割・必要性

#### 3. 生産性の高い研究開発を支える基盤

- 分析機器への研究投資は、その数十倍の研究開発、数百倍の製造業市場に波及  
⇒非常に高いレバレッジで投資対効果が期待

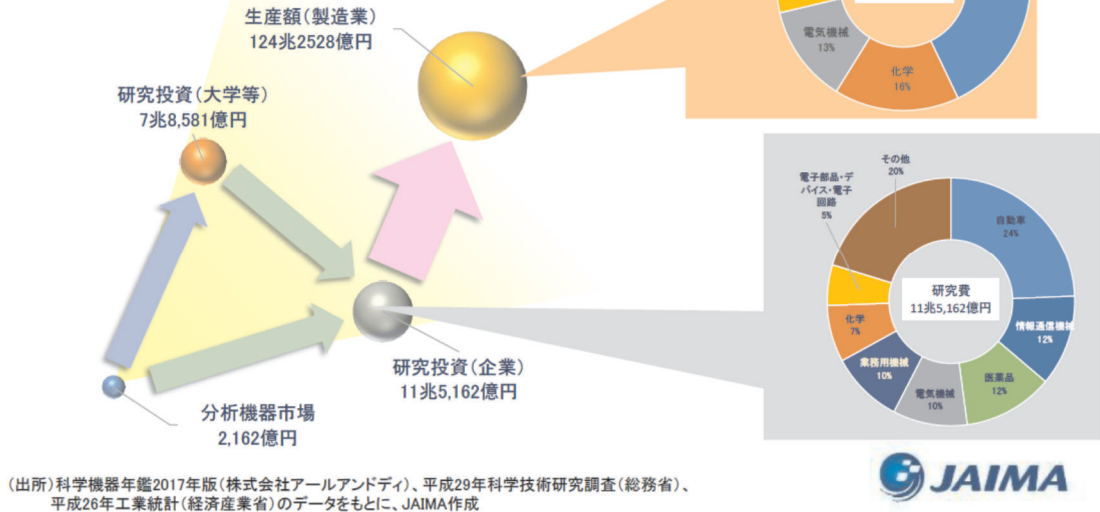


図4-5. 計測分析装置の使用が想定される業界分野  
(平成30年1月26日 文部科学省「第4回ナノテクノロジー・材料分野の研究開発戦略検討作業部会」での日本分析機器工業会提出資料からの抜粋)

したがって、本事業の成果をより多くの分野に浸透させることが実用化へに向けた取組として非常に重要であり、次段階で、いくつかの業界団体の参画を含めた体制で実施することは、国内へ本事業の成果を浸透させるための適切な展開である。しかしながら、新テーマの体制で参画者が増えているとは言え、計測分析装置は非常に多くの分野での研究開発を想定した設備であり、さらに広い範囲の関係機関への本事業成果の普及を加速しなければ、世界各国で進められているデータ駆動型研究開発に対する競争力の維持は困難である。そのような状況で、JIS原案を策定し、国内の標準技術として規格化することは、広い範囲の関係機関へ本事業の成果を展開するための手段として非常に有効であり、本事業の成果を実用化へつなげるための取組であると言える。

また、世界各国でデータ駆動型研究開発が推し進められている状況であることから、本事業成果の実用化については、我が国が標準技術としての規格化を達成し、我が国のマテリアル技術の優位性を国内外に周知することを世界に先駆けてできるかが非常に重要である。

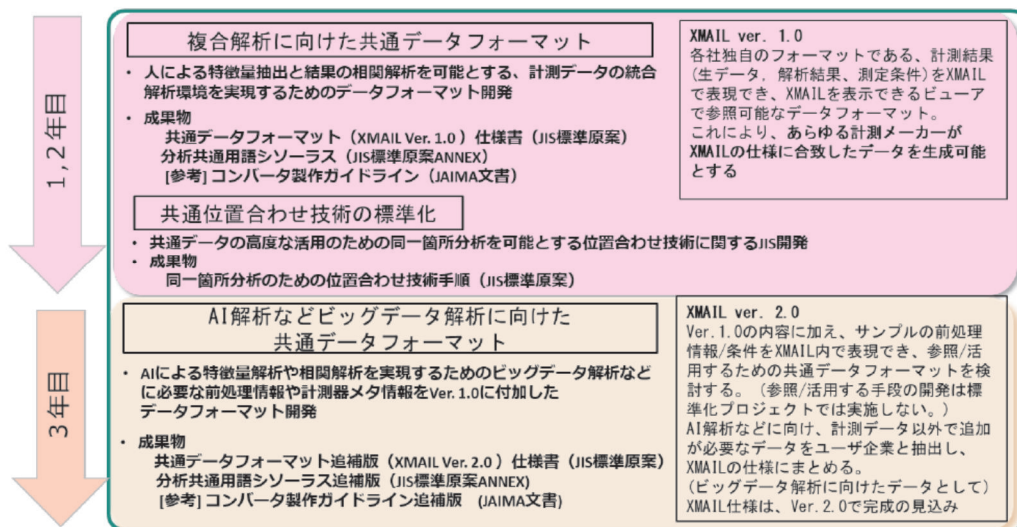


図4-6. 新テーマ実施内容の年次展開

新テーマでは、JIS原案の策定までが実施内容として計画されているが、国内での標準化による普及に続いて国際標準としての策定に取り組むことで、マテリアル革新力の強化を支えることが期待される。

## 「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」基本計画

材料・ナノテクノロジー部

## 1. 研究開発の目的・目標・内容

## (1) 研究開発の目的

## ①政策的な重要性

計測分析機器は、ものづくり産業の発展の源泉であり、その国際競争力を高めることは我が国産業全体の国際競争力を維持・向上させる上で必要不可欠である。内閣府が作成した「科学技術イノベーション総合戦略 2017」では、ビッグデータ解析技術、IoT システム構築技術を含む AI 関連技術による、ものづくり現場等における生産性向上の重要性が指摘されている。また、サイバー空間関連技術やフィジカル空間（現実空間）関連技術の開発を横断的に支える技術として先端計測技術が言及されている。その強化にあたっては、計測分析分野における精度・感度・省エネ等の様々な点で、従来技術の課題を解決し、産業へ応用してゆくことの重要性が述べられている。

近年、ものづくりの現場では、部素材の組成やナノメートルスケールから製品レベルまでの構造が複雑化することで、構造と機能との相関解析が困難となる状況が増加しており、各種計測分析機器データの統合的な解析を容易に行う環境作りが必要となってきた。

## ②我が国の状況

国立研究開発法人科学技術振興機構 (JST) において、最先端の研究ニーズに応えるため、将来の創造的・独創的な研究開発に資する先端計測分析技術・機器及びその周辺システムの開発を目的に、2004 年度より「先端計測分析技術・機器開発プログラム」が実施されている。また、2016 年度より、戦略的創造研究推進事業 (CREST) の中で、「計測技術と高度情報処理の融合によるインテリジェント計測・解析手法の開発と応用」領域が設定され、AI 等を用いた計測データ解析の研究が行われている。しかし、これらのプログラムは、新規性のある独創的な計測分析機器・技術及び解析手法の開発に主眼が置かれている。

2013 年度には、欧州において導入が始まっているナノ材料規制への対応を可能とするナノ材料の特性評価手法・装置の開発を目指し、「ナノ材料の産業利用を支える計測ソリューション開発コンソーシアム (COMS-NANO ; Consortium for Measurement Solutions for Industrial Use of Nanomaterials)」の活動が開始されている。本活動は、計測分析機器の統合を志向する先駆的な取組と言えるが、ナノ材料に限定した活動となっている。

## ③世界の取組状況

米国では、2011 年に新材料の開発に要する期間とコストを半減する事を目的とした

Materials Genome Initiative (MGI) 政策が策定された。2014年にはMGI実現に向けた短期目標（マイルストーン）を詳細に定めたMaterials Genome Initiative Strategic Planが発表されている。この方針の下、2011年～2015年合計で5億米ドル以上の予算が、分析計測技術開発を含めたマテリアルズ・インフォマティクスに関する研究に対して投じられている。この中で米国国立標準技術研究所（NIST）が中核となり、研究機関を超えたハイスループット実験データの一元管理に関する手法を検討している。また、各種計測分析機器データの統一化の動きとしては、米国試験材料協会（ASTM）においてAnalytical Information Markup Language（AnIML）を利用したデータ統合の取り組みが行われている。

また、米国エネルギー省（DOE）のBasic Energy Researchにおいても、放射光施設の各種計測機器や電子顕微鏡の高速化、高精細化により生成する大量のデータを如何に整理し、有意な物理的意味にまで結び付けてゆくかとの観点から、データ処理のワークフローや物理モデルに基づくデータ解析の効率化の研究が行われている。

一方、EUにおいてもHorizon2020の中で、複雑あるいはノイズの大きい実データから、機械学習を用いて物理的な意味を抽出するためのデータ処理の研究が行われており、リモートセンシング等への応用が期待されている。

#### ④本事業のねらい

先端材料の研究開発では、超精密な計測分析技術が求められるだけでなく、部素材のミクロンレベルの局所領域における各種計測データを取得し、それらと部素材の機能とを詳細に比較検討するニーズが高まっている。

このようなニーズに対応するため、部素材のミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とする基盤技術の開発を行う。

これらを実現するための具体的な基盤技術として、複合計測分析システムの開発に注目し、産学官が協調・連携して取り組み、これらを技術の核として新しい計測分析機器の開発に応用していく。

### （2）研究開発の目標

#### ①アウトプット目標

本プロジェクトでは、ユーザーが求める機能（機械特性、電気特性等）を有する部素材の開発を支援するための複合計測分析システム（部素材のミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とするハード・ソフトウェアプラットフォーム）を開発する。

#### ②アウトカム目標

2013年における世界の計測分析機器市場4兆円の内、日本メーカーのシェアは10%とな

っている。2030年時点で予想される9兆円の世界市場において、日本メーカーのシェア拡大に貢献するため、本プロジェクトで開発する革新的基盤技術（複合計測分析システム等）を活用した計測分析機器の普及を目指す。

省エネルギー効果として、複合計測分析システムの普及による低電力化、作業効率向上効果等により、2030年には11万t/年（制御機器使用電力の32%）のCO<sub>2</sub>削減を、また、新規市場創出効果として、計測分析機器とソフト開発で1,400億円を目指す。

### ③アウトカム目標達成に向けての取組

本プロジェクトで開発した成果を広く社会に普及させるために、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、「NEDO」という。）の成果報告や展示会、セミナー等で積極的に宣伝し、成果の拡大を促進する。

### （3）研究開発の内容

上記目標を達成するために、以下の項目について、別紙の研究開発計画に基づき研究開発を実施する。

#### 研究開発項目「複合計測分析システムの開発」

本研究開発は、産学官の複数事業者が互いのノウハウ等を持ちより協調して行う事業であるため、委託事業として実施する。

## 2. 研究開発の実施方式

### （1）研究開発の実施体制

プロジェクトマネージャーにNEDO 材料・ナノテクノロジー部 長島 敏夫を任命して、プロジェクトの進行全体の企画・管理や、プロジェクトに求められる技術的成果及び政策的効果を最大化させる。

NEDO は公募により研究開発実施者を選定する。研究開発実施者は、企業や大学等の研究機関等（以下、「団体」という。）のうち、原則として日本国内に研究開発拠点を有するものを対象とし、単独又は複数で研究開発に参加するものとする。ただし、国外の団体の特別の研究開発能力や研究施設等の活用又は国際標準獲得の観点から必要な場合は、当該の研究開発等に限り国外の団体と連携して実施することができるものとする。

研究開発能力を最大限に活用し、効率的かつ効果的に研究開発を推進する観点から、NEDO は研究開発責任者（プロジェクトリーダー）を選定し、各実施者はプロジェクトリーダーの下で研究開発を実施する。



## (2) 研究開発の運営管理

NEDO は、研究開発全体の管理・執行に責任を負い、研究開発の進捗のほか、外部環境の変化等を適時に把握し、必要な処置を講じるものとする。運営管理は、効率的かつ効果的な方法を取り入れることとし、次に掲げる事項を実施する。

### ① 研究開発の進捗把握・管理

NEDO は、主としてプロジェクトリーダーを通じて研究開発実施者と緊密に連携し、研究開発の進捗状況を把握する。また、外部有識者で構成する技術検討委員会を組織し、定期的に技術的評価を受け、目標達成の見通しを常に把握することに努める。

### ② 技術分野における動向の把握・分析

NEDO は、プロジェクトで取り組む技術分野について、内外の技術開発動向、政策動向、市場動向等について調査し技術の普及対策を分析、検討する。なお、調査の効率化の観点から、本プロジェクトにおいて委託事業として実施する。

## 3. 研究開発の実施期間

2018 年度～2019 年度 (2 年間)

## 4. 評価に関する事項

NEDO は、技術評価実施規程に基づき、技術的及び政策的観点から研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等について、プロジェクト評価を実施する。

評価の時期は、事後評価を 2020 年度とし、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

## 5. その他の重要事項

### (1) 研究開発成果の取扱い

#### ① 共通基盤技術の形成に資する成果の普及

研究開発実施者は、研究成果を広範に普及するよう努めるものとする。NEDOは、研究開発実施者による研究成果の広範な普及を促進する。

#### ② 標準化施策等との連携

得られた研究開発成果については、標準化 (ISO等) を目指し、当初から必要な体制を構築して進める。

③ 知的財産権の帰属、管理等取扱い

研究開発成果に関わる知的財産権については、「国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 新エネルギー・産業技術業務方法書」第 25 条の規定等に基づき、原則として、全て委託先に帰属させることとする。

④ 知財マネジメントに係る運用

「NEDO プロジェクトにおける知財マネジメント基本方針」を適用する。

(2) 基本計画の変更

NEDO は、研究開発内容の妥当性を確保するため、社会・経済的状況、内外の研究開発動向、政策動向、第三者の視点からの評価結果、研究開発費の確保状況、当該研究開発の進捗状況等を総合的に勘案し、達成目標、実施期間、研究開発体制等、基本計画の見直しを弾力的に行うものとする。

(3) 根拠法

本事業は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第 15 条第 1 号ニ及び第 9 号に基づき実施する。

6. 基本計画の改訂履歴

(1) 2019 年 1 月、制定

(2) 2019 年 10 月、研究開発期間の変更による改定

## (別紙1) 研究開発計画

### 研究開発項目「複合計測分析システムの開発」

#### 1. 研究開発の必要性

新しい機能性部素材の発見や更なる高性能化のためには、複数の素材を最適に組み合わせ、ナノメートルからマクロレベルで制御することが必要であり、様々な計測分析機器を駆使して、組成・構造・形状等、異なる計測分析機器から得られる多数のデータを複合的に解析し、高性能を実現する条件を導き出す必要がある。

これら研究開発には、超精密な計測分析技術が求められるだけでなく、部素材のミクロンレベルの局所領域における種々の計測分析結果を総合的に解析し、開発に活かす必要がある。しかし、部素材の組成やナノメートルスケールから製品レベルまでの構造が複雑化することで、構造と機能との相関解析が困難となる状況が増加している。このため、部素材のミクロンレベルの局所領域における各種計測データを取得し、それらと部素材の機能とを詳細に比較検討するニーズが高まっている。

#### 2. 研究開発の具体的内容

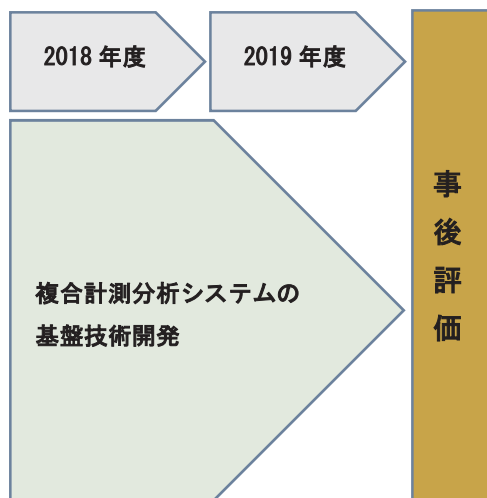
本研究開発では、AI 等による各種計測データの統合的な解析を行うための環境作りとして、日本メーカーの強みである各種計測分析機器（電子顕微鏡、質量分析装置、X線分析装置等）の観測位置のトレーサビリティ確保等のシステム開発、データフォーマットの統一、ビューア（各種観測データを表示できるソフトウェア）開発を行う。さらに、ユーザーが求める機能（機械特性、電気特性等）を有する部素材の開発を支援するため、部素材のミクロンレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI 等による高度な解析を可能とする複合計測分析システムを開発する。このため、研究体制にユーザー企業を組み入れ、実効性のある複合計測分析システムの開発と早期の実用化を図る。また、必要に応じて、周辺技術の調査研究を実施する。

#### 3. 達成目標

##### 【最終目標（2019年度）】

- ・電子顕微鏡観察や顕微分光分析、顕微質量分析等、複数の機器において同一試料の観察位置を  $3\mu\text{m}$  以下の精度で合わせこむ技術を開発する。
- ・各種計測分析機器データフォーマットの統一を図り、ビューア（各種観測データを表示できるソフトウェア）を開発する。

(別紙2) 研究開発計画



## 平成 29 年度事前評価結果

案件名	省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業
推進部署	材料・ナノテクノロジー部
総合コメント	計測分析機器の技術開発及び社会実装は、科学技術に基づく社会の発展及び産業競争力向上に不可欠であり、推進する意義は大きい。幅広い活用シーンを想定した研究開発内容となっているが、日本の高いポテンシャルを活かせる領域に絞り込み、現実にシェアを獲得できる、具体的なアウトプット目標を設定すること。計測機器の改善が産業界全体の高度化に繋がるためには、ユーザー側を広く巻き込み、活用方法や汎用性について検討を進める必要がある。また、多少でも実施されている計測分析機器に関する研究開発と情報・成果を共用し、位置付けを明確化した上で、NEDOは個別のシーズ開発を超えたシステム及びプラットフォーム構築を進めるべきである。

## 基本計画に係る意見募集結果

実施方法：NEDO POST において基本計画に対するパブリックコメントを募集

1. パブリックコメント募集期間：平成30年1月12日～平成30年1月26日
2. パブリックコメント投稿数＜有効のもの＞：計0件



## 2. 分科会公開資料

次ページより、プロジェクト推進部署・実施者が、分科会においてプロジェクトを説明する際に使用した資料を示す。

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」  
(事後評価)

(2018年度～2019年度 2年間)

プロジェクトの概要 (公開)

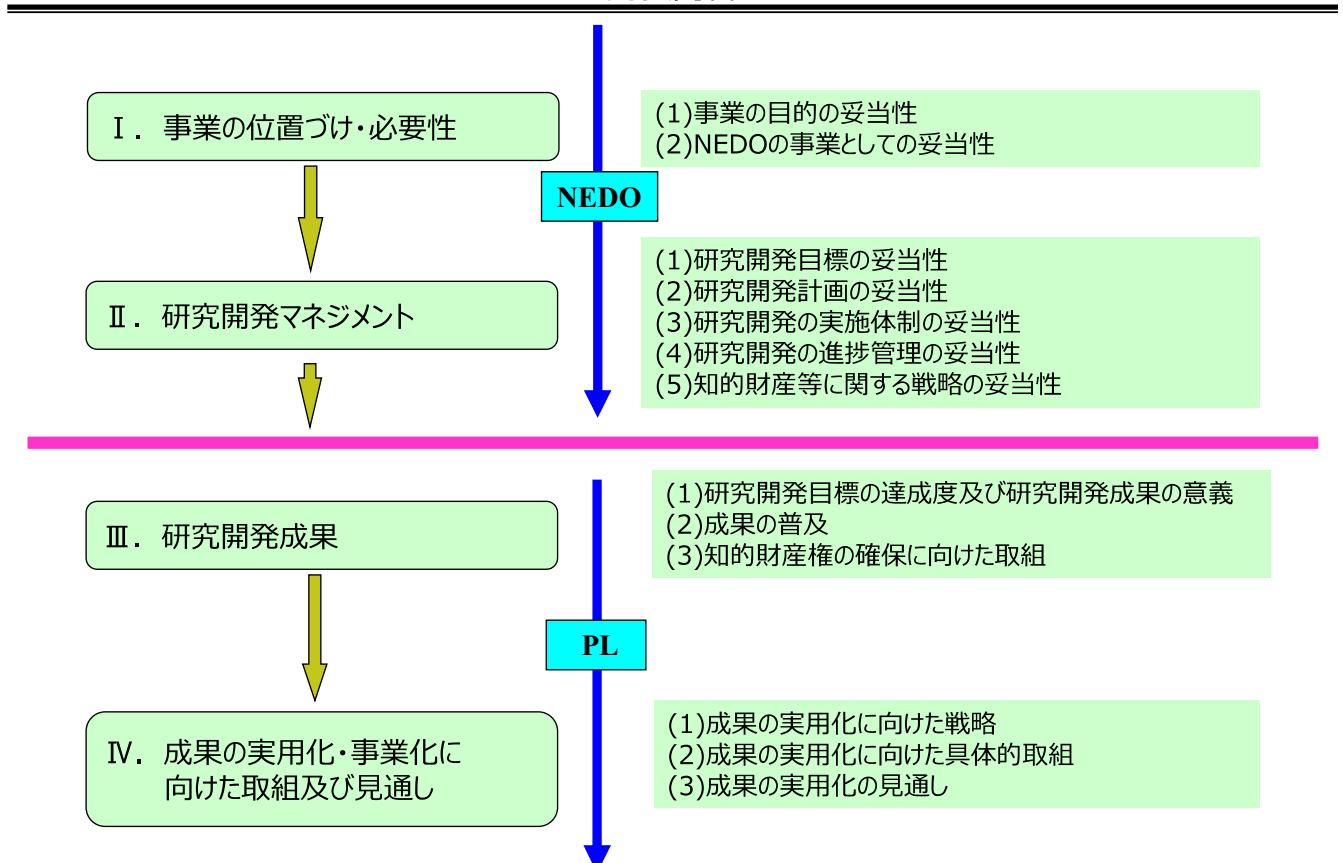
5.1「事業の位置付け・必要性」「研究開発マネジメント」

NEDO

材料・ナノテクノロジー部

2020年11月18日

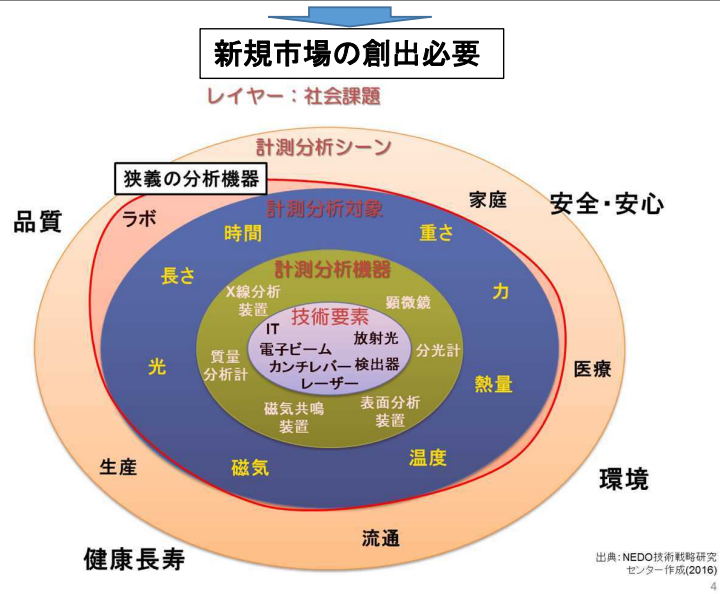
発表内容



◆ 事業実施の背景と目的

課題

- 計測分析機器は我が国の科学や産業技術の発展を支える重要な基盤。計測分析機器産業の継続的な発展は、我が国の産業競争力を維持する上で必要不可欠である。
- 計測分析機器産業の発展には、絶え間ない技術開発投資による技術革新が必要とされている。我が国の計測分析機器産業は分野によっては海外の巨大計測分析機器メーカーからの強い攻勢にさらされており、全体としてもかつての強みを失う危険をはらんでいる。



計測分析のトレンド：カーボンナノチューブ開発の例

**液中でのCNTの分散・凝集過程評価**  
粒度分布測定装置 SALD-7100

**微量CNTの純度・熱特性評価**  
CNTの結晶性と耐熱性の評価  
マイクロ熱量測定装置 TGA-50

**比表面積と吸着特性**  
高速比表面積/細孔分布測定装置 アサップ 2020 シリーズ

**SWNTの近赤外PL3次元分布測定**  
近赤外フォトルミネッセンス測定システム NIR-PL System

**CNTの直径測定**  
CNTの精製前後の観察  
CNTのポリマーコンポジット試料の観察  
走査型プローブ顕微鏡 SPM-9600

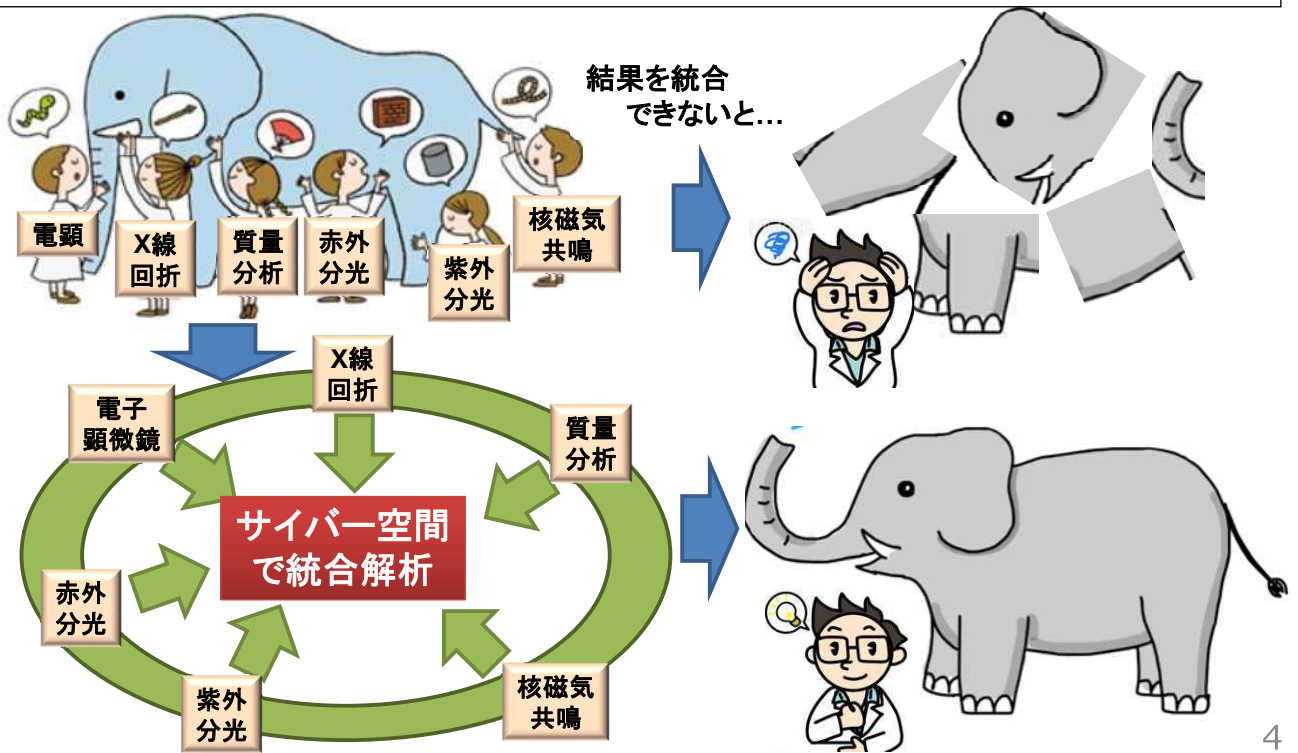
**あらゆるナノテク材料を観察・測定**  
ナノサチ顕微鏡 SFT-3500

**観察**  
カウラリティ  
凝集分散  
微量測定  
純度  
直径

**CNTの紫外可視近赤外吸収スペクトル測定**  
紫外可視近赤外分光光度計 SolidSpec-3700 UV-3600

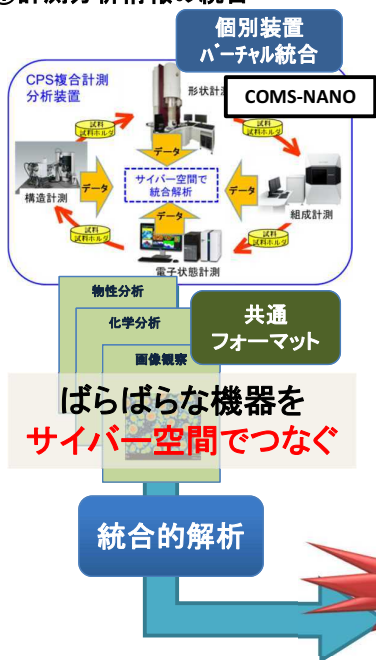
**CNTの直径測定**  
CNTの結晶性と耐熱性の評価  
ラマン分光光度計 HoldProbe モニタリングシステム

- 製品の高機能化や開発期間の短期化等に伴い、課題解決の難度が高まっている。
- 問題解決に複数の計測分析手法が用いられることが常態化している。
- 研究者には、複数の計測分析手法の結果を統合しさらに高度な結論を導き出す能力が要求される。

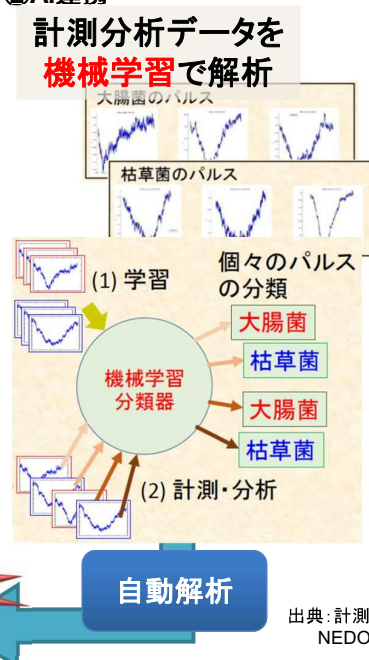


- 今までバラバラだった計測分析機器を、IoT技術を活用して「つなぐ」、AI連携により非専門家でも高度な解析を可能にする、材料開発の効率向上に寄与するCPS (Cyber Physical System) 複合計測システムを開発する。

①計測分析情報の統合



②AI連携



出典：計測分析機器ワークショップ資料等より  
NEDO技術戦略研究センター作成(2017)

◆政策的位置付け

内閣府が作成した「科学技術イノベーション総合戦略2017」では、ビッグデータ解析技術、IoTシステム構築技術を含むAI関連技術による、ものづくり現場等における生産性向上の重要性が指摘されている。

また、サイバー空間関連技術やフィジカル空間(現実空間)関連技術の開発を横断的に支える技術として先端計測技術が言及されている。

その強化にあたっては、計測分析分野における精度・感度・省エネ等の様々な点で、従来技術の課題を解決し、産業へ応用してゆくことの重要性が述べられている。

◆技術戦略上の位置付け

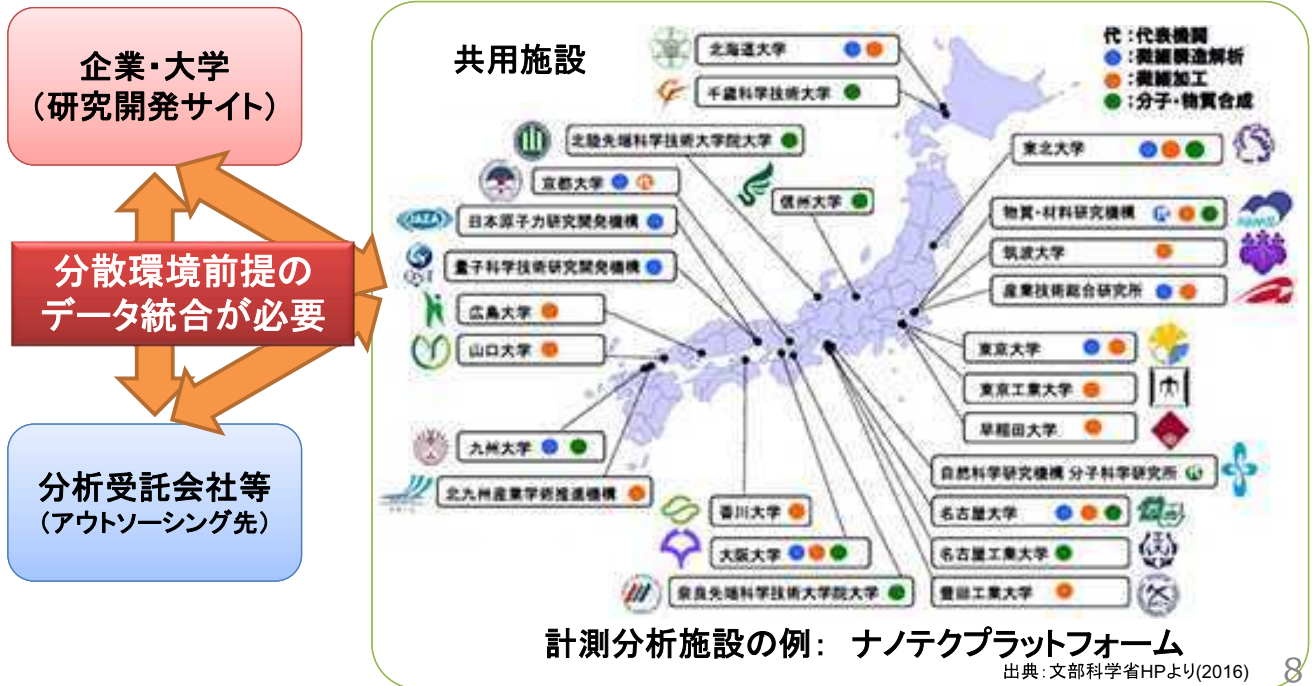
- 計測分析技術のプロジェクト立案に関しては、いろいろな観点と方向性が考えられる。
- 計測技術に関するCRDSの分類に基づき、**計測技術の開発から(=アウトプット)産業や科学技術の発展に貢献(=アウトカム)する**ことを狙う。

	(基幹) 国家技術	(基礎) 科学技術	(応用) 産業技術
計測を基盤とする分野 (測ることは別の目的を達成するための手段)	<b>(第1領域)</b> 公共インフラ、テロ対策、防犯等の安心・安全の保障	<b>(第3領域)</b> 生命、ナノ・物質、情報・通信、環境・エネなど基礎科学の進展	<b>(第5領域)</b> 医薬、食品、素材、資源、電子機器、輸送機械等の産業発展・ベンチャー創出
計測分野 (測ること自体のレベル向上が目的)	<b>(第2領域)</b> 長さ、重さ等の計量標準の設定	<b>(第4領域)</b> 計測科学(計測工学、分析化学、ナノ計測、計測システムなど)の進展	<b>(第6領域)</b> 計測(機器、分析サービス等)の産業発展・ベンチャー創出



## ◆国内外の研究開発の動向と比較

- ナノテクプラットフォームなど、**先端計測分析機器の共用化**が進んでいる。(国内)
- 分析受託会社等への**アウトソーシング**も加速。(国内)



## ◆国内外の研究開発の動向と比較

### データ駆動型の研究開発が世界的に進展

データ駆動型の研究開発に対して、**2011年以降、主要国の政府や企業が投資を強化。**

#### 主要国政府のマテリアル×データの取組

国	概要
米国	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ <b>Materials Genome Initiative</b>を<b>2011年</b>に立上げ、マテリアル開発の短期化・低コスト化に向け、従来の実験、計算に加え、データの重要性に着目。2014年6月に「Strategic Plan」を公表。2016年までに約5億米ドル (約560億円) を投資。</li> <li>◆ NIST, NSF, DOE, DoDなどで関連プロジェクトを実施 (下記は代表例)。 CNGMD (ローレンスバークレー国立研究所, UCバークレーなど)、SUNCAT Center (スタンフォード大, SLAC国立研究所)、ChiMaD (NIST, ノースウエスタン大, シカゴ大など)、PRISMS (ミシガン大)</li> <li>◆ データプラットフォーム (レボジトリ) も各所で構築。</li> </ul>
欧州	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ EUの枠組みで<b>NOMAD (Novel Materials Discovery)</b> プロジェクト (2015~2018 : 約500万ユーロ (約7億円) ) を実施。マックスプランク協会フリッツ・ハーバー研究所が中核。</li> <li>◆ スイスは独自に<b>MARVEL (Materials' Revolution: Computational Design and Discovery of Novel Materials)</b> プロジェクト (第1フェーズ : 2014~2018で約1800万スイスフラン (約20億円) ) を実施。スイス連邦工科大学 (EPFL) が中核。</li> </ul>
アジア	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ 中国では、<b>2016年</b>、国家重点研究開発計画の一つとして、「材料ゲム工学のキーテクノロジーと支援プラットフォーム」(約3億元 (約50億円) /5年) を開始。上海、北京において大学を中心に拠点を構築。 ・上海大学に「Materials Genome Institute」(2015年)、上海交通大学に「材料ゲム共同研究センター」(2016年) を設立。 ・中国科学院物理研究所・北京科技大学、中国鋼研科技集団有限公司等が共同で「北京材料ゲム工学イノベーションセンター」(2017年) を設立。</li> <li>◆ 韓国では、<b>2015年</b>から10年計画で「Creative Materials Discovery Project」を実施 (採択課題あたり最大約2.4億ウォン (約2500万円) /6年)。2016年、韓国科学技術研究所 (KIST) に「Materials Informatics Database for Advanced Search (MIDAS)」を設置。</li> </ul>

【出典】 科学技術振興機構 (JST) 研究開発戦略センター作成資料を基に文部科学省作成

#### マテリアル開発をAIで支援するスタートアップ (例)

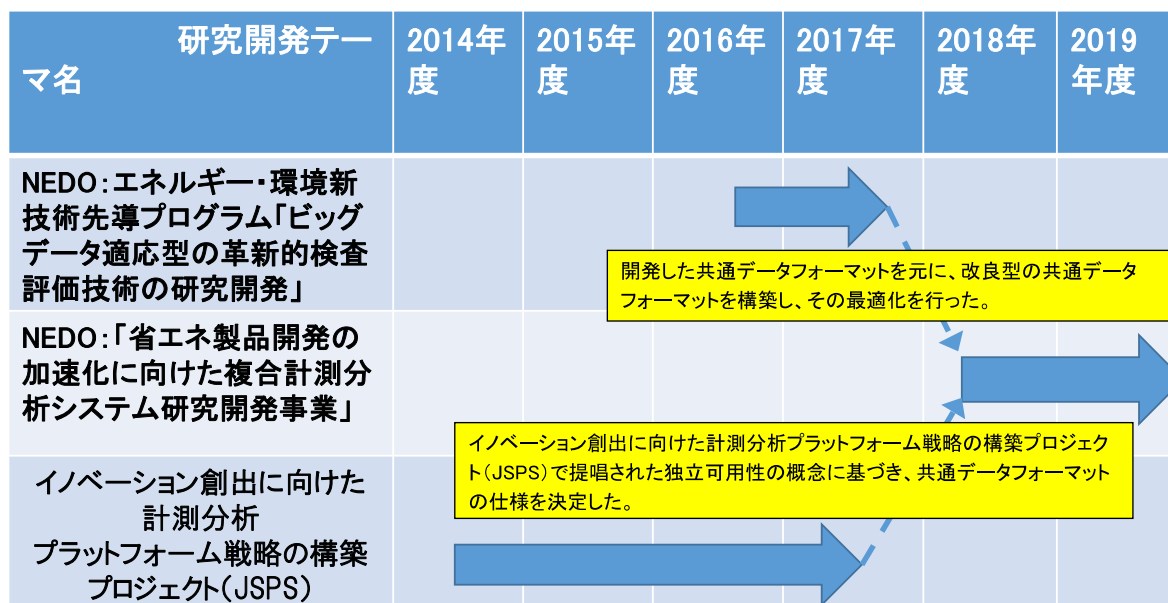
- シトリン・インフォマティクス@シリコンバレー
- **2013年**に創設されたスタートアップ企業
  - マテリアルデータベースにAIの機械学習機能を統合して、求められる条件に最適化された組成を選び出すなど、マテリアル開発を加速するソフトを開発。
  - 投資家にはアルファベット (ロゲール) 元会長のエリック・シュミット氏やヤフー創業者のジェリー・ヤン氏らが含まれている。
- 【出典】 三菱総合研究所「17号 プロネシス 知財誕生！」より文部科学省作成

#### 日本におけるマテリアル×データの取組動向

- 我が国政府では、**2013年**にJST研究開発戦略センターが戦略プロポーザル (※) においてデータ駆動型物質・材料開発の重要性について政府に提言を行ったこときっかけに、**2015年**にNIMSを中核機関とする「情報統合型物質・材料開発イニシアティブ」が発足。その後、内閣府 (SIP)、文科省、NIMS、経産省、AIST等が取組を強化。
- (※) 「データ科学との連携・融合による新世代物質・材料設計研究の促進 (マテリアル×インフォマティクス) ~物質・材料研究を飛躍的に発展させるための新たなパラダイムシフト~」
- 企業においても、特に**2017年以降**、素材メーカーで、11関連投資を拡大させる動き
- ・**2017年10月** 日立製作所  
新材料開発の期間・コストの削減を支援する「材料開発ソリューション」提供開始  
AIを活用したマテリアル×インフォマティクスに基づくデータ分析支援サービスなどを提供
- ・**2017年10月** 横浜ゴム  
インフォマティクス技術を活用したタイヤ設計技術を開発
- ・**2019年6月** 三菱ケミカル株式会社  
統計数理研究所と三菱ケミカル共同研究部門設置について
- ・**2019年10月** 住友ゴム工業株式会社  
タイヤの性能持続技術開発を加速させるAI技術「Tyre Leap AI Analysis」を確立

【出典】 各社ニュースリリースより文部科学省作成

◆他事業との関係



◆NEDOが関与する意義

社会的必要性が大きい

- ・本事業で開発される技術は、我が国が強みを有する素材開発技術、更には次世代ものづくりを支えるものであり、将来性が極めて高い。
- ・構造部材(カーボンコンポジット等)などの高性能化や、高効率製造技術の確立に寄与し、最終的に省エネに大きく貢献することが期待されるため、国民や社会のニーズを的確に反映している。

民間企業単独での実施が困難

- ・研究現場に限らず、開発・生産技術段階から量産へ向けたあらゆるシーン(生産、流通、故障解析等)に展開して、新規の市場の創出・獲得に繋げることが必要であり重要であるが、これを実現するためには、計測分析機器メーカー同士の連携、ユーザとの連携、研究機関との連携が必要であり、産官学の連携で実施する必要がある。
- ・長期的かつ多額の研究開発費が必要。投入し、産学官の連携で実施する必要がある。



**N E D O が も つ こ れ ま で の 知 識 、 実 績 を 活 か し て 推 進 す べ き 事 業**

◆実施の効果 (費用対効果)

プロジェクト費用の総額 3.8億円(2年間)

売上予測(2030年)  
年間売上額 1400億円  
(新規市場創出効果として)

CO<sub>2</sub>削減効果 11万tCO<sub>2</sub>/年  
(制御機器使用電力削減の効果として)

※売上、効果は全2030年度の推定値

◆事業の目標

複合計測分析システムとして、部素材のマイクロレベルの局所領域における各種計測分析機器のデータを統合し、AI等による高度な解析を可能とするハード・ソフトウェアプラットフォームを開発することで、ユーザが求める機能(機械特性、電気特性等)を有する部素材の開発を支援する

計測分析情報を統合し、且つAI等の解析を利用することで、未解決の複雑課題を解決



◆ 研究開発目標と研究内容

事業目標達成のため開発項目「複合計測分析システムの開発」に対し3つの課題を設定

研究課題名	技術開発の概要
課題1 CPS型複合計測「分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発	計測分析データの再現性、信頼性、遡及性が担保できる共通データフォーマットの開発を行い、データプラットフォームの構築を目指します。
課題2 CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発	共通試料ホルダーの開発と精密位置合わせ技術の開発により、同一試料の同一場所を分析対象にして、シームレスな空間情報の取得・利用を目指します。
課題3 AIを活用したビックデータ解析のモデル実証による評価技術の開発	統合解析を視覚的に実行できる統合ビューアおよび特徴量抽出などAI解析に向けたソフトウェアを開発します。

◆ 研究開発目標と研究内容

課題1：CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発

サブ課題名	研究開発目標	内容及び成果
[課題1-1]CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発	CPS型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保したデータフォーマットを開発する。	サイバー空間で遡及性、信頼性、再現性を保証した各分析装置共通のXMAILデータフォーマットの仕様を決定した。これにより共通データフォーマット(Ver.0)を開発した。
	タイヤ材料開発と磁石材料開発において活用が想定されるCPS型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。	XMAILフォーマットに変換できる分析装置(4社で計14種類)用のデータコンバータを開発した。
	放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるためのデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。	放射光施設(SACLA)のデータシステムに新規にデータフォーマットを変換するコンバータを作成、データを連携させることが最も適切であることを明らかにした。
[課題1-2]秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の確立	タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデル事例として、秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。	秘密性/安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成した。



2. 研究開発マネジメント (1) 研究開発目標の妥当性

課題2: CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発

研究サブ課題名	研究開発目標	内容及び成果
[課題2-1]CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作成技術の開発	各種分析装置に適用する試料ホルダを開発する。測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタも搭載可能な仕様を作成する。	同一試料を各種計測機器にて測定可能とする共通的な試料ホルダを製作し、試料観察の際に十分機能することを確認した。また測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能な環境アダプタの仕様を策定し、その仕様に基づく試料輸送用チャンバーを試作した。4計測機器メーカーによるラウンドロビン試験を実施し、仕様を満たす結果が得られることを確認した。
[課題2-2]測定位置精密位置合わせ技術の開発	研究課題2-1で開発・試作した共通試料ホルダを使用し、複数の機器において位置再現性を向上させる試料保持方法の共通化技術を開発する。装置間の位置再現精度は位置合わせマーカとアライメント法の確立により実現する。さらに、ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカとして3μm以下の精度で合わせこむ測定位置合わせ技術を開発する。	共通試料ホルダに各社計測機器メーカーの装置で観察可能なマーカを実装し、位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発。位置合わせマーカとアライメント法の確立で±3.0 μm以内の位置再現性を確認。 併せてナノ粒子によるフィンガープリント法で蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において±3.0 μm以内の精度が実現できることを確認し、測定位置合わせ技術を開発
[課題2-3]試料前処理技術の開発:均質な試料調整法とその評価法の開発	①安定かつ均一な分散液作成のため、ナノ材料分散に関与する影響因子を抽出し、分散性等の評価手法を検討する。 ②一次粒子のサイズと形状や二次粒子の形態など、多様な情報を顕微鏡観察で引き出すため、ナノ材料の顕微鏡用基板上展開法について、試料品質を左右する要因を確定し、表面展開試料品質の簡易評価法を確立する。	①液中ナノ材料分散に対する影響因子FBDとして整理し、液中分散試料作製に係る重要な影響因子を特定した。さらに微粒子を表面展開する方法と表面展開した試料粒子の分布の均一性についてFBDに整理した。 ②電子顕微鏡評価用試料の均質調製方法とその評価法の開発を行った。試料品質に影響を与える因子をFBDにまとめるとともに、蛍光顕微鏡を利用した粒子の均質展開状態を判定する迅速かつ簡易な評価法や、光学顕微鏡による白色光斜上照射暗視野顕微鏡を用いた孤立粒子試料部の簡易検出法などを開発した。

2. 研究開発マネジメント (1) 研究開発目標の妥当性

課題3: AIを活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

研究サブ課題名	研究開発目標	内容及び成果
[課題3-1]測定データの信頼性向上技術の開発	タイヤ材料の開発に使われる計測分析法4種類(ガスクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析計、液体クロマトグラフ、液体クロマトグラフ質量分析計)、磁石材料の開発に使われる3種類(走査電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置、蛍光X線分析装置)の手法について、信頼性に対して大きな影響を与えうる不確かさ因子を検討しFish-bone図(FBD)の基本骨格をまとめる。	タイヤ材料開発用(4種類)、磁石材料開発用(3種類)の計測分析法についてFBDにまとめるとともに、実データに基づいて主たる因子の寄与を評価した。
[課題3-2] 相関解析に向けた統合ビューア作成技術の開発	AI活用に必要な解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)を構築するため、A)タイヤ材料の研究開発に適用される複合階層構造解析用(マクロ-ミクロ分析結果の相関解析用)とB)磁石材料の研究開発に活用される粒界構造解析用(ミクロ-ミクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアを試作し、統合ビューア技術を開発する。	A) 複合階層構造解析用(マクロ-ミクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアを完成させた。B) 粒界構造解析用(ミクロ-ミクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアを完成させた。
	統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し、修正するための可視化ツールを試作する。	ある条件、電子顕微鏡で撮影した画像のデータ補償を行い、異なる条件、異なる電子顕微鏡で撮影された画像と比較できるようにするためのデータ補償ツールを開発し公開した。 複数のXMAIL内に記述された計測・分析のフローをベトリネットと呼ばれる離散分散システムを数式的に表現するための記法であるPNML形式と対応する形で記述することで可視化し、接続がおかしい部分を明確にすることで修正できるツールをXMAIL-Viewer(仮名)として試作した。



## 2. 研究開発マネジメント (1) 研究開発目標の妥当性

### 課題3: AIを活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

研究サブ課題名	研究開発目標	内容及び成果
[課題3-3] 相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価	磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性との相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。	ゴム材料の分子量分布推定の精度について、ベイズ推定を用いた精度と不確かさを定量化する手法についても検討し、マルコフ連鎖モンテカルロ(MCMC)法を用いて分子量分布の不確かさを定量的に評価可能な手法を開発した。 磁石材料に関して、多変量相関図を作成して特徴量間の関係性の強いものを選び出し、それを基に構造方程式モデリングを用いて相関解析を行い構造化ライブラリとした。また、製品性能を予測する評価項目を新たに示唆することができた。
	タイヤ材料、磁石材料を対象にファイラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発する。	タイヤ材料解析に向けて、ファイラー凝集状態に関わる特徴量を抽出し、それに基づき相関解析するソフトウェアパッケージを試作開発した。磁石材料開発に向けて、実際の結晶粒界画像から特徴量を自動抽出できるソフトウェアパッケージ、開発した関数パッケージとともにMatlab機能を利用する新たな変換・表示用ソフトウェアパッケージを試作開発した。
	タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。 A) タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。 B) 磁石材料開発の効率化に向けて、多種の計測分析装置で収集された複合・補間データと粒界構造解析用統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。	2種類の複合計測分析システムモデルを構築した。 A) 複合積層構造解析用統合ビューア これまで経験的にしか知られていなかった相関関係を明確化することが可能になり、新たなタイヤ材料開発の指針を得ることが可能になった。 B) 粒界構造解析用統合ビューア Nd系磁石5種類のモデル試料を用いて収集された多量の複合・補間データを活用して、構造と物性の相関を迅速に解明できることを明らかにした。

18

## 2. 研究開発マネジメント (2) 研究開発計画の妥当性

### ◆ 研究開発のスケジュール

#### 課題1 CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発

(課題リーダー: 島津製作所)	2018年度	2019年度
課題1-1 CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発		
・実データ/付加情報の提供 (住友ゴム、TDK)	・ユーザー視点でのコンバータ作成協力 ・実データの提供および必要なデータの新たな取得 ・データに付与すべき情報の選定および検証	
・データフォーマットの作成 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場、九工大)	・共通フォーマット仕様の作成	
・データコンバータ開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・データコンバータ要素開発	・データコンバータの開発と課題抽出
・CPS型計測分析高度化のための調査研究 (理研)	・放射光施設と計測分析器のデータ連携に関する調査研究 ・次世代検出器対応に関する調査研究 ・X線画像検出器の標準評価プロトコルの検討	
課題1-2 秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発		
・秘密性/安全性の提案 (住友ゴム、TDK)	・データの秘密性・安全性に関してユーザーの立場からの仕様提案	
・秘密性/安全性確保のための管理技術の開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場、九工大)	・DIを確保したデータ収集/管理方法の仕様作成	

19

## 2. 研究開発マネジメント (2) 研究開発計画の妥当性

### 課題2 CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発

(課題リーダー; 日立ハイテクノロジーズ)	2018年度	2019年度
課題2-1 CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダー作製技術の開発		
・試料ホルダー共通化技術 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・仕様検討および試作	・実証、課題抽出、改良版の試作品
・試料ホルダー共通化技術(クライオ電顕) (九工大)	・製品設計およびプロトタイプ	・改良、ドリフト補正検討、同一視野精度の向上
・試料状態モニター技術 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・技術調査、仕様検討	・試料環境測定アダプタの仕様決定
課題2-2 測定位置精密位置合わせ技術の開発		
・マイクロ解析装置とマクロ解析装置との位置合わせ (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場、九工大)	・先導研課題の抽出と改善法の検討	・アライメントマークの最適化アライメントのアルゴリズムの検討
課題2-3 試料前処理技術の開発:均質な試料調整法とその評価法の開発		
・ナノ材料の液体中への均質分散法・評価法の確立 (産総研)	・影響因子の抽出分散性、均質性の評価手法検討	
・顕微鏡用試料の均質試料調整法とその評価法 の開発 (産総研)	・SEM:課題整理、要員の確定 ・AFM:滴下法の評価	

20

## 2. 研究開発マネジメント (2) 研究開発計画の妥当性

### 課題3 AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発

(課題リーダー; 産総研)	2018年度	2019年度
課題3-1 測定データの信頼性向上技術の開発		
・FBD作成と不確かさ評価 (産総研)	・粒界判定の影響要因抽出とFBDの基本骨格まとめ	
課題3-2 相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発		
・データ補償ツールの開発 (九工大)	・データ補償ツール仕様検討と試作 ・フロー可視化ツール仕様検討と試作	
・有機材料系/無機材料系統合ビューアの開発 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・シロ-マロ系、ミク-シロ系の統合ビューア仕様検討とコンボ-ネット試作開発	
・有機/無機データの取得と統合ビューアの検証 (住友ゴム、TDK)	・タイプ、磁石材料の提供と各種測定 ・特徴量抽出の議論・提案	・AI解析に向けたタイプ、磁石材料用統合ビューアの検証
課題3-3 相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価		
・構造ライブラリーの作製 (名大)	・シロ-ミク、ミク-マロ構造や物性に関するデータ取得	・構造ライブラリーの作製
・AI利用環境のモデル化・構築 (島津、日本電子、日立ハイテク、堀場)	・タイプ材料、磁石材料の特性データ基本検討 ・データ間の特徴抽出、因果構造抽出	・各種解析前処理ツールの作成・検証
・特徴量抽出とベイズモデリングによる最適化 (産総研)	・課題把握と作業仮説作成 ・特徴量抽出と実証アルゴリズムの検討(主に磁石材料)	・結晶粒自動分割AI及び解析ソフトウェアパッケージ作成(磁石材料) ・フィラ形態、分散性の画像診断手法開発(リチウム)
・データの相関解析とAI解析による効率化検証 (住友ゴム、TDK)	・各種ゴム、磁石材料の提供と構造パラメータ化、ライブラリー化	・ゴム及び磁石材料の特性データ取得と各データの組み合わせ解析

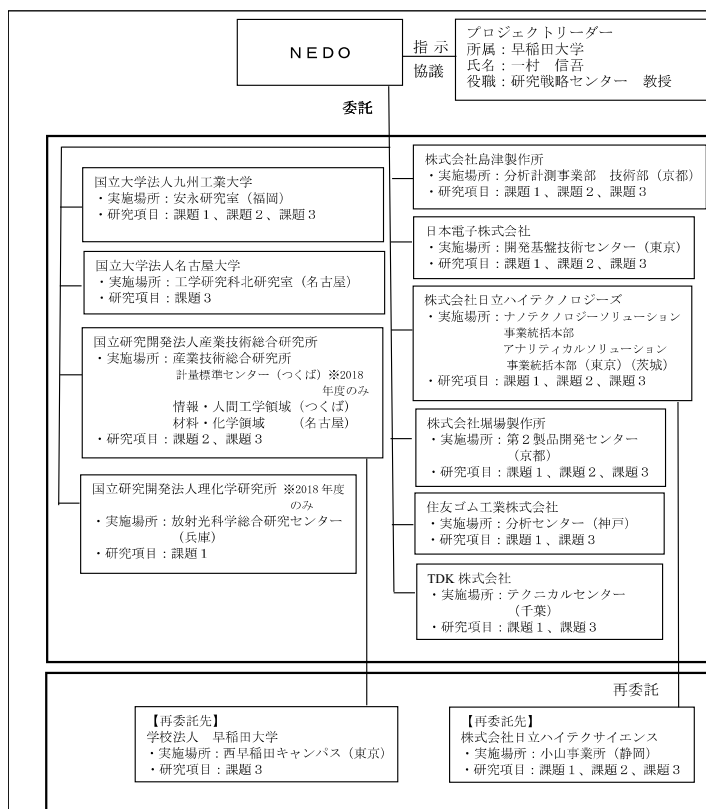
21

◆プロジェクト費用

(単位：百万円)

研究開発項目	2018年度	2019年度
複合計測分析システムの開発	281	102

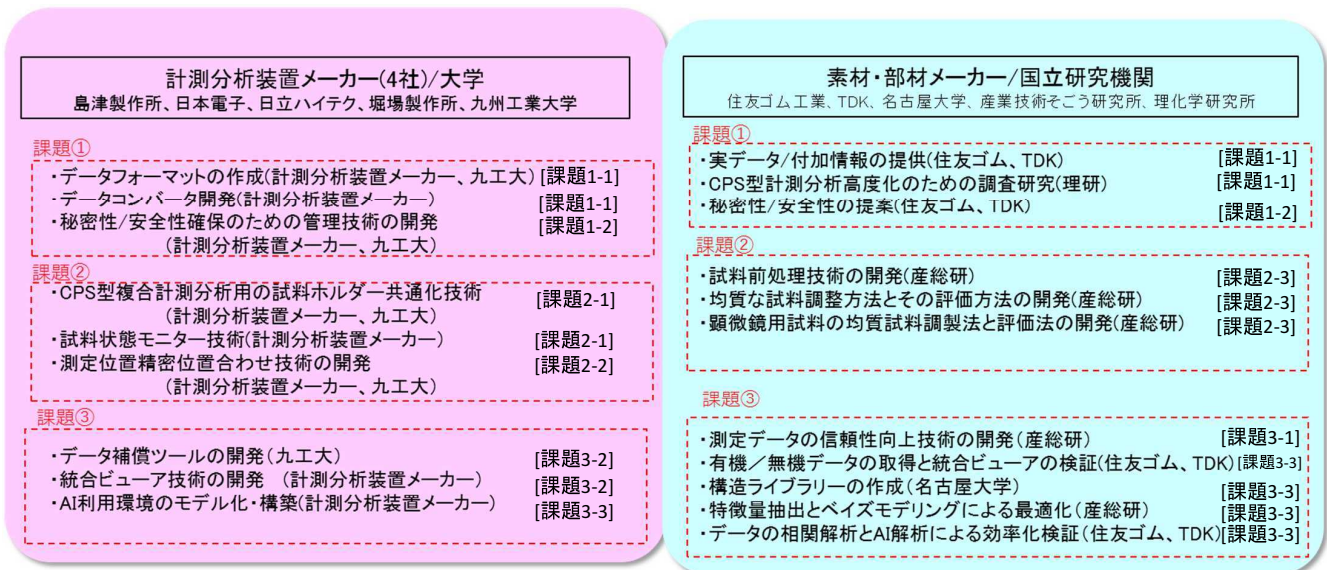
◆研究開発の実施体制



## 2. 研究開発マネジメント (3) 研究開発の実施体制の妥当性

### ◆研究開発の実施体制

研究開発項目に対して、3つの課題を設定し役割を分担



24

## 2. 研究開発マネジメント (4) 研究開発の進捗管理の妥当性

### ◆研究開発の進捗管理

主な会議	開催頻度	メンバー	内容	実績
技術推進委員会(NEDO主催)	年1回	実、P、外部委員、N	外部委員による進捗議論	1回(外部有識者の意見を運営管理に反映させ、研究開発を加速化した。)
プロジェクト進捗報告会	2か月に1回	実、P、N	プロジェクト推進のための検討委員会	12回
各実施者への訪問、ヒヤリング	年2回(1実施者)	実、N	進捗確認	20回(10実施者分)
個別課題打ち合わせ	随時	実、P、N	プロジェクト推進のための検討会議	随時
知財委員会	随時	実、P	知財に関する検討委員会	6回
展示会	随時	実、P、N	成果の普及	1回
シンポジウムでの講演	随時	P	成果の普及	3回

実：実施者、P：PL、委：外部委員、N：NEDO

25

◆ 動向・情勢の把握と対応

情勢	対応
政府予算方針の変更に伴い、事業期間を5年から2年に短縮した。	基本計画を変更した。
3年目以降に実施すべき項目から、特に重要な標準化については、経済産業省直轄事業「戦略的国際標準化加速事業」のテーマである「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のJIS開発」に移行した。	経済産業省産業技術環境局国際標準課、製造産業局産業機械課、NEDO標準化ユニットと連携し、経済産業省が設置するステアリンググループに、材料ナノテクノロジー部として参画し、相互にフィードバックしている

◆ 開発促進財源投入実績

年度	金額	目的	成果
2018年度	2百万円	ゴム系材料の特徴量抽出・評価の為に、微弱信号のノイズとの分離や高速データ処理に向けたソフトウェアを開発することを目的とした。	再委託先を新規に加えて、ゴム系材料のAI活用に向けたモデル実証の為に、AI等を利用した特徴量抽出のための解析パッケージ開発を行うことができた。



### ◆知的財産権等に関する戦略

課題1: CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発  
課題2: CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発  
課題3: AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発  
課題3-1: 測定データの信頼性向上技術の開発  
課題3-2: 相関解析に向けた統合ビューアー作製技術の開発  
課題3-3: 相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価



課題1、課題2: 研究成果のオープン化を基本方針⇒標準化への展開を進める方向;  
防衛的観点での取得にとどめ、成果の用途が確立した時点で、出願を進める。

課題3-1: オープン戦略に基づく広範な展開を図る。

課題3-2: 新たな素材を開発するグループの知見・ノウハウを活用することが想定される部分については限定的なメンバーでの利用を第一ステップとするセミクローズとする。統合解析に向けたソフトウェアやアルゴリズム、データベースシステムなどは、オープン戦略に基づいて積極的な活用を図る。但し、研究成果物の知的財産化には配慮する。

課題3-3: 新たな素材開発するグループの研究開発に係わる知見・ノウハウが集約されることが想定される部分については、クローズな運用を基本として研究開発を推進する。AI技術や開発されるソフトウェアなどは、基本フレーム部分のみをオープンな成果物の対象とする。

### ◆知的財産管理

#### ➤ 知的財産権取扱規程の制定

◇「知財及びデータの取り扱いについての合意書」を制定

- ・知的財産権の帰属
- ・知的財産権の組合員間での実施許諾
- ・成果の秘匿及び届出
- ・知財委員会の役割 等について規定

#### ➤ 知財委員会の運用

◇ 全実施者をメンバーとし、PLを委員長とした。

◇ 特許出願等の可否、論文等による**成果公表の是非**等について判断し決定した。

◇ 委員会を開催(PJ期間中、計6回開催)

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」  
(事後評価)

(2018年度～2019年度 2年間)

**5.2 研究開発成果、成果の実用化に向けた取組及び見通し**

**PL 一村信吾 (早稲田大学)**

**2020年11月18日**

省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業

## Ⅲ. 研究開発成果

- (1) 研究開発目標の達成度及び研究開発成果の意義
- (2) 成果の普及
- (3) 知的財産権の確保に向けた取組

3. 研究開発成果 (1) 研究開発課題・サブ課題と実施期間

- 3つの研究課題（各課題に複数のサブ課題）を設定して研究を推進
- 一部のサブ課題は、2年目の見直しで実施をとりやめ（実質1年間の研究遂行）

研究課題名	研究サブ課題名と実施期間	
	2018年度	2019年度
【研究課題1】CPS型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発	【課題1-1】CPS型複合計測分析用機種対応データコンバータの開発（注1）	
	【課題1-2】秘密性・安全性を確保したデータ収集・管理技術の開発	注記：実施しない
【研究課題2】CPS型複合計測分析用の試料保持、精密位置決め技術の開発	【課題2-1】CPS型複合計測分析に適応する試料ホルダ作製技術の開発	
	【課題2-2】測定位置精密位置合わせ技術の開発	
	【課題2-3】試料前処理技術の開発：均質な試料調製法とその評価法の開発	注記：実施しない
【研究課題3】AIを活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発	【課題3-1】測定データの信頼性向上技術の開発	注記：実施しない
	【課題3-2】相関解析に向けた統合ビューア作製技術の開発	
	【課題3-3】相関解析に向けたAI活用技術の開発とモデル実証による評価	

注1 課題1-1の中で理研が担当する調査研究は2018年度のみ（1年間）

次ページ以降に、各課題（サブ課題）に関する最終目標と成果を記載。  
 成果の達成度の表示 ◎:大きく上回って達成 ○:達成

3. 研究開発成果 (1) 最終目標1-①と研究成果、成果の達成度(意義)

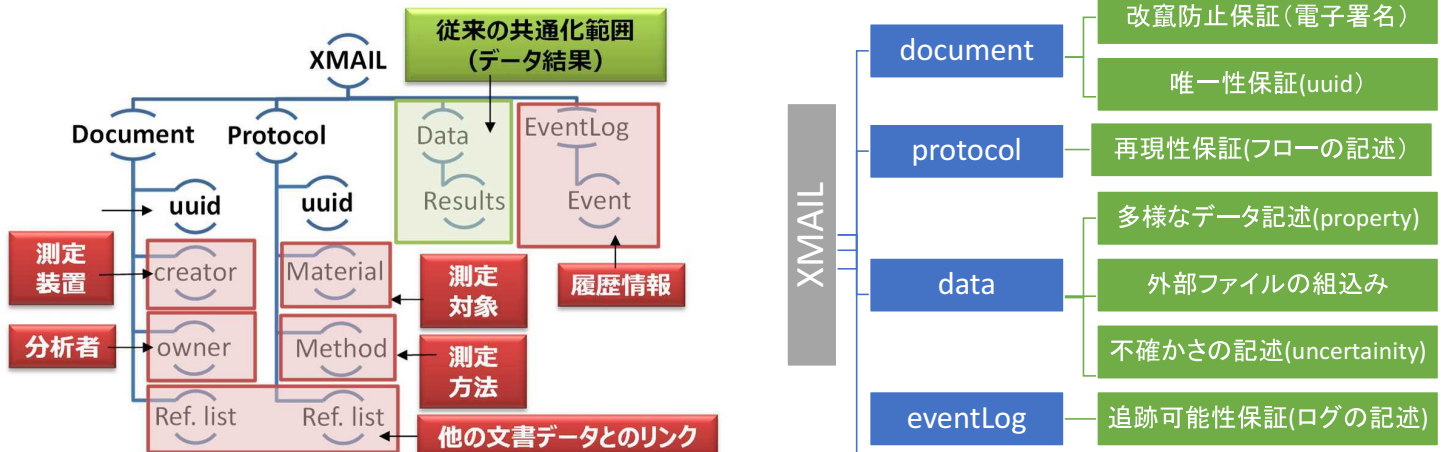
【最終目標1-①】（研究課題1-1関連）

CPS型複合計測分析システムを構成する個別の計測分析装置で測定した結果に測定条件、試料処理などの情報を付与し、データの遡及性、信頼性、再現性を確保した共通データフォーマットを開発する。

【研究成果1-①】 成果の達成度 ◎

独立可用性（注）を保証するため、4つの主タグ、即ちdocument、protocol、data、およびeventLogを規定し、サイバー空間で遡及性、信頼性、再現性を保証した各分析装置共通のXMAILデータフォーマットの仕様を決定した。これにより共通データフォーマット（Ver.0）を開発した。

注：データがサイバー空間に移行した際に、多様なデータ記述（不確かさを含む）に加えて、計測分析に関わる全ての情報（再現性、追跡可能性）が改変防止された状態で存在すること。



共通データフォーマットの特徴(従来との比較)

共通データフォーマット XMAILの構造

3. 研究開発成果 (1)最終目標1-②と研究成果、成果の達成度(意義)

【最終目標1-②】(研究課題1-1関連)

タイヤ材料開発と磁石材料開発において活用が想定されるCPS型複合計測分析システムをモデル例にして、研究開発に使用する異なる計測分析装置の測定データを変換して、共通に取り扱うことを可能にするデータコンバータを開発する。

【研究成果1-②】 成果の達成度 ◎

タイヤメーカーと磁石メーカーの要求を反映させて、測定データを前述のXMAILフォーマットに変換できる分析装置(4社で計14種類)用のデータコンバータを開発した。

コンバータを開発した装置名と開発担当機関

【株島津製作所】

液体クロマトグラフ(LC)、ガスクロマトグラフ(GC)、液体クロマトグラフ質量分析計(LCMS)、ガスクロマトグラフ質量分析計(GCMS)、赤外分光光度計(FTIR)

【日本電子株】

走査電子顕微鏡(SEM)、透過電子顕微鏡(TEM)、エネルギー分散型X線分析装置(EDS)、電子線プローブマイクロアナライザ(EPMA)、核磁気共鳴装置(NMR)、蛍光X線分析装置(XRF)、電子線後方散乱回折装置(EBSD)

【株日立ハイテクノロジーズ】

走査電子顕微鏡(SEM)、透過電子顕微鏡(TEM)、原子間力プローブ顕微鏡(AFM)、蛍光X線分析装置(XRF)

【株堀場製作所】

ラマン分光分析装置(ラマン)、蛍光X線分析装置(XRF)

3. 研究開発成果 (1)最終目標1-③、2と研究成果、成果の達成度(意義)

実施期間1年の目標、成果

【最終目標1-③】(研究課題1-1関連)

放射光施設での測定データとCPS型複合計測分析システムの測定データを連携させるためのデータフォーマット等に要求される機能・性能を明らかにする。

【最終目標2】(研究課題1-2関連)

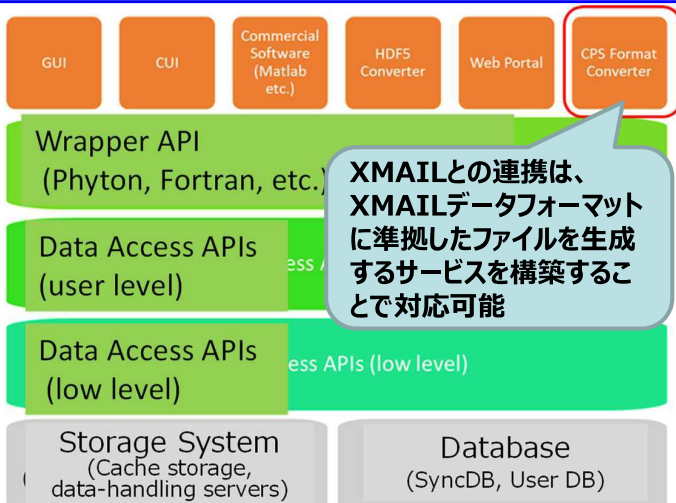
タイヤメーカーと磁石材料メーカーの研究開発をモデル事例として、秘密性・安全性を確保したデータ収集・データ管理技術の仕様を作成する。

【研究成果1-③】 成果の達成度 ○

放射光施設(SACLA)のデータシステムに新規にデータフォーマットを変換するコンバータを作成、データを連携させることが最も適切であることを明らかにした。

【研究成果2】 成果の達成度 ○

計測分析装置のユーザ企業である住友ゴムとTDKからのデータの秘密性/安全性に関する要望・意見に基づき、以下の仕様を決定した



XMAILとの連携は、XMAILデータフォーマットに準拠したファイルを生成するサービスを構築することで対応可能

- 改竄や差し替えを防ぐため、データファイル全体にXML署名を行う
- 同一条件での計測・分析が可能な情報は全てXMAIL上に持つ。但し公開したくない装置調整条件、中間データなどは非公開データとして、部分的に暗号化することができる
- 部分的な暗号化については、XMLエレメント暗号技術を使用する。(技術の進展や実際の運用に合わせた継続的に審議が必要)
- 暗号化に関しては、完全にデコードできるものとする。暗号化の方式については、SSL/TLS等を想定する(暗号化技術の進展がみられるため継続的に審議が必要)
- 上述の非公開情報は、そのまま外部ファイルとしてリンクできる仕様とする。ただし、外部ファイルのハッシュ値を持つことにより、外部ファイルの変更に耐えられるものとする。
- 外部ファイルが存在する場合には、ZIP形式によりXMAILと併せてひとつのファイルにまとめるものとし、相対パスネームとして記述するものとする。

SACLAのデータアクセスのためのレイヤ構成

決定した仕様の概要



### 3. 研究開発成果 (1)最終目標3と研究成果、成果の達成度(意義)

#### 【最終目標3】 (研究課題2-1関連)

走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤外分光光度計、ラマン分光分析装置間に適用する試料ホルダを開発する。測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能なアダプタも搭載可能な仕様を作成する。

#### 【研究成果3】 成果の達成度 ○

同一試料を走査電子顕微鏡、電子線プローブマイクロアナライザ、顕微赤外分光光度計、ラマン分光分析装置にて測定可能とする共通的な試料ホルダを製作し、4社の装置で試料観察の際に十分機能することを確認した。また測定中の温度、湿度、電子ビーム照射量が測定可能な環境アダプタの仕様を策定し、その仕様に基づく試料輸送用チャンバーを試作した。4計測機器メーカーによるラウンドロビン試験を実施し、仕様を満たす結果が得られることを確認した。

**共通試料ホルダを各社・各種装置に装着して観察 環境アダプターの試作とラウンドロビン試験の実施**

### 3. 研究開発成果 (1)最終目標4と研究成果、成果の達成度(意義)

#### 【最終目標4】 (研究課題2-2関連)

研究課題2-1で開発・試作した共通試料ホルダを使用し、複数の機器において位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発する。装置間の位置再現精度は位置合わせマーカとアライメント法の確立により実現する。さらに、ナノ粒子用の試料分散基材を開発し、蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において、同一試料の観察位置を分散したナノ粒子をマーカとして $3\mu\text{m}$ 以下の精度で合わせこむ測定位置合わせ技術を開発する。

#### 【研究成果4】 成果の達成度 ◎

共通試料ホルダに参画4計測機器メーカーの装置で観察可能なマーカを実装し、位置再現性を向上させる試料保持法の共通化技術を開発。位置合わせマーカとアライメント法の確立で $\pm 3.0\mu\text{m}$ 以内の位置再現性を確認。併せてナノ粒子によるフィンガープリント法で蛍光顕微鏡、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡において $\pm 3.0\mu\text{m}$ 以内の精度が実現できることを確認し、測定位置合わせ技術を開発



■ 各装置間の位置座標の比較  
蛍光粒子  $\phi 6\mu\text{m}$

	Alホルダ(蛍光粒子)	
	X方向ずれ( $\mu\text{m}$ )	Y方向ずれ( $\mu\text{m}$ )
FTIR(島津)	0.0	0.0
ラマン(堀場)	0.03	0.13
SEM(日本電子)	0.37	-0.17
SEM(日立)	-0.68	-0.48

アライメントマーカを搭載した試料ホルダと評価結果

#### ナノ粒子マーカを用いた精密位置合わせ結果 (目標とする $3\mu\text{m}$ 以下の精度を実現)



赤○、緑○は $3, 0.2\mu\text{m}$ のビーズ (蛍光+明視野) 顕微鏡とTEMのオーバーラップ像  
ターゲットは大腸菌(黒で表現)  
ステージ誤差補正後の精度: $240\text{nm}$  (黄と橙の十のズレ)

光学顕微鏡とTEMのビーズを用いた高精度位置合わせ

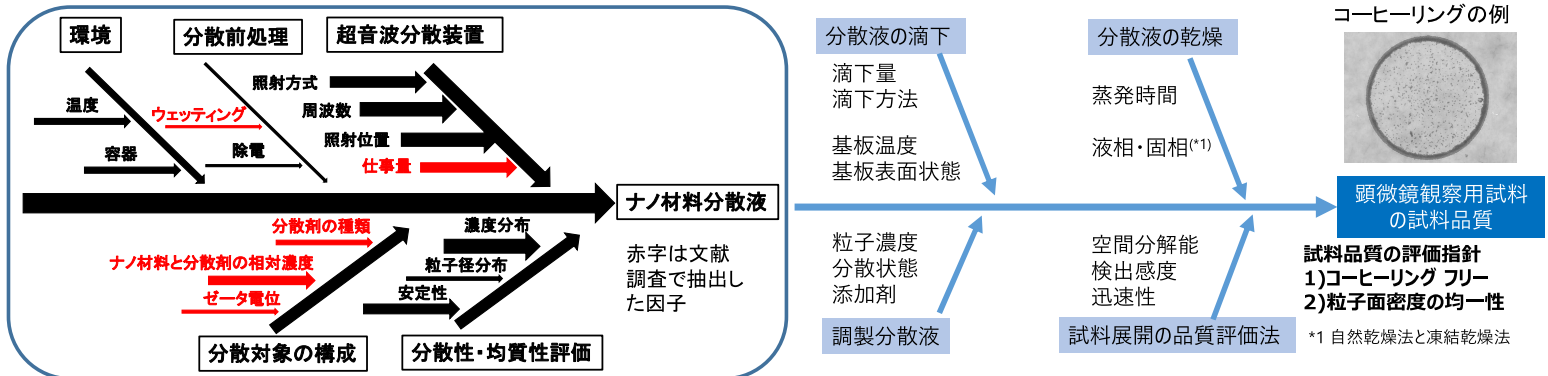


【最終目標5】(研究課題2-3関連)

- ①安定かつ均一な分散液作製のため、ナノ材料分散に関する影響因子を抽出し、分散性等の評価手法を検討する。
- ②一次粒子のサイズと形状や二次粒子の形態など、多様な情報を顕微鏡観察で引き出すため、ナノ材料の顕微鏡用基板上展開法について、試料品質を左右する要因を確定し、表面展開試料品質の簡易評価法を確立する。

【研究成果5】 成果の達成度 ○

- ①液中ナノ材料分散に対する影響因子FBDとして整理し、液中分散試料作製に係る重要な影響因子を特定した。さらに微粒子を表面展開する方法と表面展開した試料粒子の分布の均一性についてFBDに整理した。
- ②電子顕微鏡評価用試料の均質調製方法とその評価法の開発を行った。試料品質に影響を与える因子をFBDにまとめるとともに、蛍光顕微鏡を利用した粒子の均質展開状態を判定する迅速かつ簡易な評価法や、光学顕微鏡による白色光斜上照射暗視野顕微法を用いた孤立粒子試料部の簡易検出法などを開発した。



ナノ材料分散に関する影響相関のまとめ(FBD図)

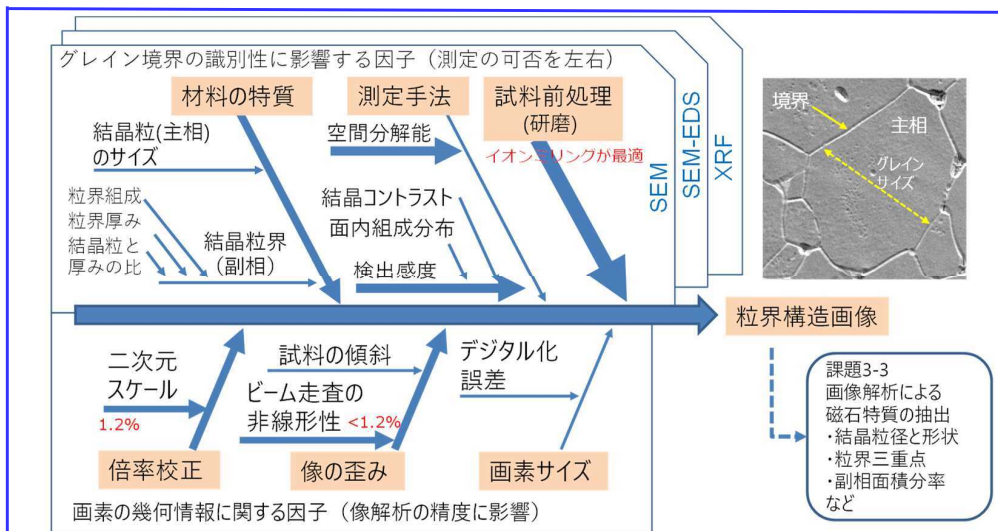
ナノ粒子分散液を基板上に展開するときの試料品質要因

【最終目標6】(研究課題3-1関連)

タイヤ材料の開発に用いられる計測分析法4種類(ガスクロマトグラフ[GC]、ガスクロマトグラフ質量分析計[GC-MS]、液体クロマトグラフ[LC]、液体クロマトグラフ質量分析計[LC-MS])、磁石材料の開発に用いられる3種類(走査電子顕微鏡[SEM]、エネルギー分散型X線分析装置[EDS]、蛍光X線分析装置[XRF])の手法について、信頼性に対して大きな影響を与える不確かさ因子を検討しFish-bone図(FBD)の基本骨格をまとめる。

【研究成果6】 成果の達成度 ○

タイヤ材料開発用(4種類)、磁石材料開発用(3種類)の計測分析法についてFBDにまとめるとともに、実データに基づいて主たる因子の寄与を評価した。**タイヤ材料開発用**では、①カップリング剤の定量に使われるGC-FIDと、タイヤ老化防止剤の定量に使われるLC-UVでは、主たる不確かさ因子が試料調製の不確かさであること、②ポリマータイプ分析に使われるPy-GC-FIDではPy機種間差や供試料量による差異が結果に影響を及ぼすことを明らかにした。また③LC-MSでは定性分析に影響を与える主たる因子を選定した。**磁石材料開発用**では、結晶粒境界を判定して結晶粒の面積や形状を測定するときに判定精度に影響を与える因子について検討し、SEM測定等に関する因子を抽出してFBDの基本骨格を完成した。



粒界構造の画像測定に影響するFBD図(SEM, SEM-EDS/XRF測定)

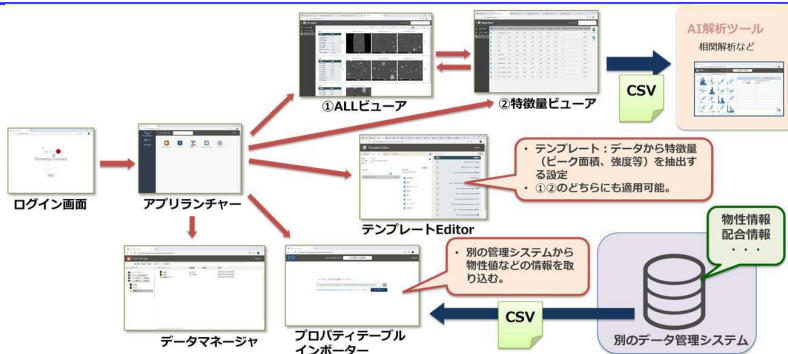
【最終目標7-①】(研究課題3-2関連)

①AI活用に必要な解析用ソフトウェア環境(アプリケーションフィールド)を構築するため、A)タイヤ材料の研究開発に活用される複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析の相関解析用)とB)磁石材料の研究開発に活用される粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析)用の統合ビューアを試作し、統合ビューア技術を開発する。

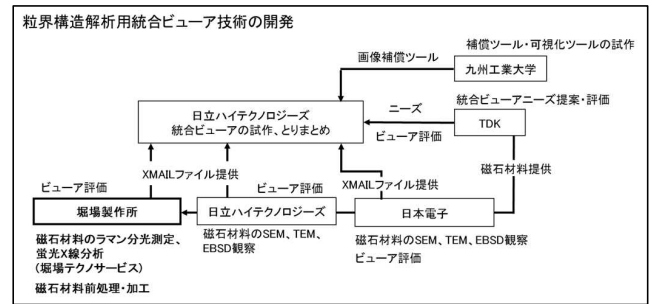
【研究成果7-①】 成果の達成度 ◎

A)クロマトグラフ、クロマトグラフ質量分析計、NMR、電子顕微鏡の各装置を構成要素とする複合階層構造解析用(マクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)の統合ビューアを完成させた。一般的なWebブラウザ上で動作可能なWebアプリケーションとして複数地点のユーザからの解析が可能となった。

B) SEM、EBSD、ラマン分光顕微鏡の核装置を構成要素とする粒界構造解析用(マイクロ-マイクロ分析結果の相関解析用)統合ビューアを完成させた。データをCPS環境(共通サーバー)から引き出し結果を戻す構造を構築し、CPSの安全性を確保しつつユーザがストレスなく解析が可能になる環境を提供する仕組みを開発した。



複合階層構造解析用統合ビューアの構成



粒界構造解析用統合ビューアの構成

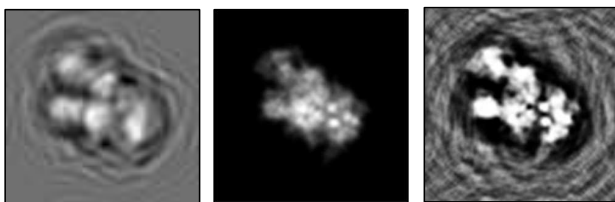
【最終目標7-②】(研究課題3-2関連)

②統合ビューアで活用される画像データを補償する補償ツールを試作し、計測・分析方法や試料作成等のフローを可視化し修正するための可視化ツールを試作する。

【研究成果7-②】 成果の達成度 ○

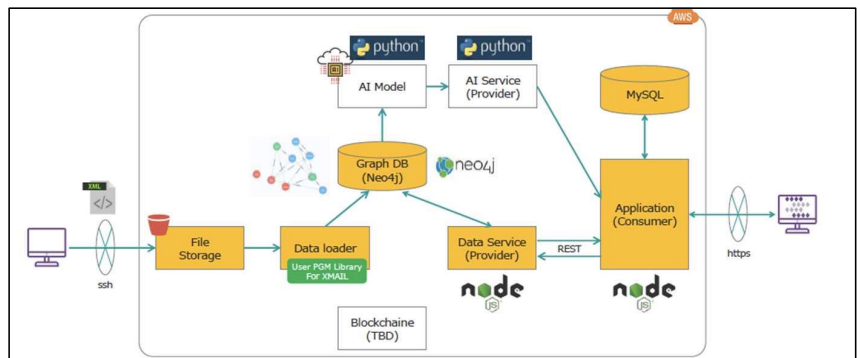
透過型電子顕微鏡画像のみに絞って、ある条件、ある電子顕微鏡で撮影した画像のデータ補償を行い、異なる条件、異なる電子顕微鏡で撮影された画像と比較できるようにするためのデータ補償ツールを開発し公開した。

複数のXMAIL内に記述された計測・分析のフローをペトリネットと呼ばれる離散分散システムを数学的に表現するための記法であるPNML形式と対応する形で記述することで可視化し、接続がおかしい部分を明確にすることで修正できるツールをXMAIL-Viewer(仮名)として試作した。



電子顕微鏡補償ツールの実際

左:電子顕微鏡画像、中央:真値の画像、右:補償画像



XMAIL-Viewerの概要。データローダとデータプロバイダを設計

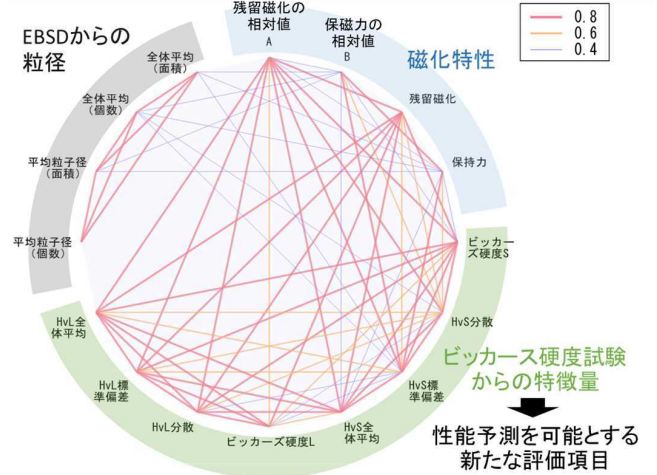
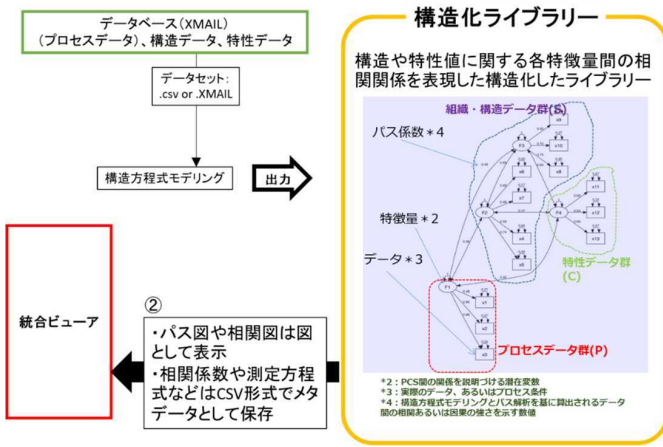
### 3. 研究開発成果 (1)最終目標8-①と研究成果、成果の達成度(意義)

#### 【最終目標 8-①】(研究課題3-3関連)

①磁石材料およびタイヤ材料を対象として、材料の組成や界面構造、欠陥等の因子に関する情報を多数の計測分析装置を使って収集した結果をもとに、構造化ライブラリを試作開発する。合わせて物性との相関を誤差要因も考慮して解析し、製品の性能の予測が可能となる評価項目の候補を決定する。

#### 【研究成果 8-①】 成果の達成度 ○

ゴム材料の分子量分布推定の精度について、ベイズ推定を用いた精度と不確かさを定量化する手法についても検討し、マルコフ連鎖モンテカルロ(MCMC)法を用いて分子量分布の不確かさを定量的に評価可能な手法を開発した。磁石材料に関して、多変量相関図を作成して特徴量間の関係性の強いものを選出し、それを基に構造方程式モデリングを用いて相関解析を行い構造化ライブラリとした。また、製品性能を予測する評価項目を新たに示唆することができた



構造化ライブラリおよび統合ビューとの連携に関する模式図

磁石材料における多変量相関図

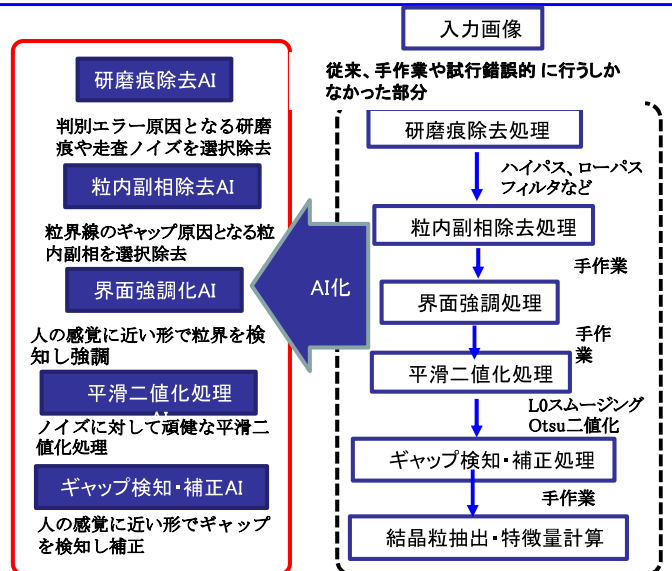
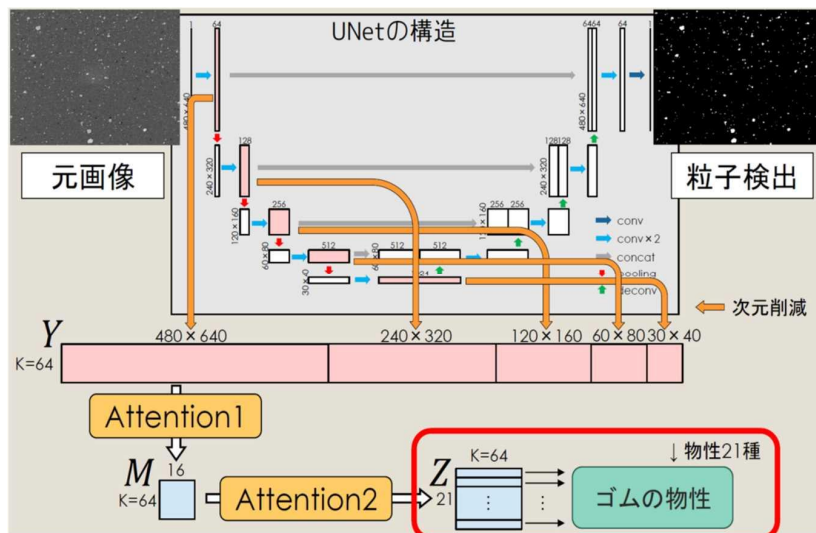
### 3. 研究開発成果 (1)最終目標8-②と研究成果、成果の達成度(意義)

#### 【最終目標 8-②】(研究課題3-3関連)

②タイヤ材料、磁石材料を対象にフィラー形態や粒界構造等に関する特徴量抽出とこれに基づく解析アルゴリズムを試作開発する。

#### 【研究成果 8-②】 成果の達成度 ○

タイヤ材料解析に向けて、フィラー凝集状態に関わる特徴量を抽出し、それに基づき相関解析するソフトウェアパッケージを試作開発した。磁石材料開発に向けて、実際の結晶粒界画像から特徴量を自動抽出できるソフトウェアパッケージ、開発した関数パッケージとともにMatlab機能を利用する新たな変換・表示用ソフトウェアパッケージを試作開発した。



【タイヤ材料】凝集状態学習モデルに基づく物性との相関解析

【磁石材料】必要なイメージフィルタ処理と対応AI



3. 研究開発成果 (1)最終目標8-③と研究成果、成果の達成度(意義)

【最終目標 8 -③】(研究課題3-3)

③タイヤ材料、磁石材料のビッグデータ・AI活用に向け、モデル計測データやモデル解析データの授受を通して複合計測分析システムモデルの評価を行う。

A)タイヤ材料開発の効率化に向けて共通フォーマットに変換されたデータ群の蓄積を進め、統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

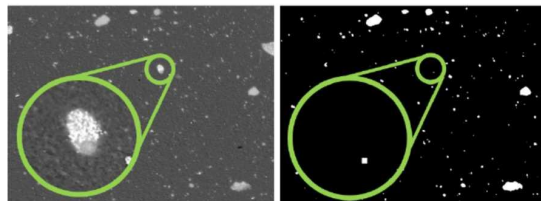
B)磁石材料開発の効率化に向けて、多種の計測分析装置で収集された複合・補間データと粒界構造解析用統合ビューア等を活用して、モデル部素材の構造と物性の相関を迅速に解明できるか検証する。

【研究成果 8 -③】 成果の達成度 ◎

A)島津製作所を責任機関とする計測機器メーカー4社の協力により、モデル計測データやモデル解析データの授受が可能な複合計測分析システムモデル(複合積層構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたにもかかわらず、住友ゴムによる実証評価を行い、モデルシステムを用いることで、これまで経験的にしか知られていなかった相関関係を明確化することが可能になり、新たなタイヤ材料開発の指針を得ることが可能になった。

B)日立ハイテクを責任機関とする計測機器メーカー4社の協力により、複合計測分析システムモデル(粒界構造解析用統合ビューアを用いた相関解析用ソフトウェア環境)を構築した。プロジェクト期間が2年に短縮されたため、扱える画像解析可能な計測分析装置の種類(機種)を限定する形になったが、Nd系磁石5種類のモデル試料を用いて収集された多量の複合・補間データを活用して、構造と物性の相関を迅速に解明できることを明らかにした。

AI技術を活用した顕微鏡画像解析  
(粒子の自動抽出、特徴量探索)



元画像

提案手法

<従来>

領域抽出には手作業で30分程度要していた

<AI活用>

領域抽出に要する時間が数秒へ短縮

得られる特徴量も大幅に向上

→構造と物性の相関が明確に

3. 研究開発成果 (2)成果の普及: 成果発表

2年間(一部の課題では1年間)という短い研究開発期間の中で、国立研究開発法人と大学等のアカデミア関係メンバーからの学会等での発表を中心に6件の実績。2件(発表1, 2)は国際シンポジウム・セミナーの場での英語による発表で、我が国発のプロジェクト成果を世界に紹介する良い機会になっている。

発表年月日	発表媒体(場所)	題名	発表者	所属	
1 2019年 9月16日 ~17日	Frontiers In Cellular, Viral and Molecular Microscopy - with Cryo-specimen Preparation Techniques -	Evaluation of correlation and alignment accuracy toward the same sample observation by CLEM	五味淵由貴 <sup>1)</sup> 江副里紗 <sup>1)</sup> 高橋寛子 <sup>1)</sup> 安永卓生 <sup>1)</sup>	1) 九州工業大学・情報工学研究院	サブ課題2-1
2 2019年 11月4日	8 <sup>th</sup> International Symposium on Practical Surface Analysis (PSA-19) (札幌) プレナリー招待講演	Toward Construction of Measurement/Characterization Platform for Open Innovation	一村信吾 <sup>1)</sup>	1) 早稲田大学	課題全般
3 2020年 3月14日	第67回応用物理学会 春季学術講演会(ウェブ)	光学顕微鏡等を用いた、基板上ナノ粒子分散状態の広域評価	重藤知夫 <sup>1)</sup> 加藤晴久 <sup>1)</sup> 時崎高志 <sup>1)</sup>	1) 産業技術総合研究所	サブ課題2-3
4 2020年 3月15日	第67回応用物理学会 春季学術講演会(ウェブ)	ナノ粒子のサイズ分布計測のための電子顕微鏡用調製試料の品質	黒河 明 <sup>1)</sup> 熊谷和博 <sup>1)</sup>	1) 産業技術総合研究所	サブ課題2-3
5 2020年 3月15日 ~17日	化学工学会第85年会(関西大学)	ゲル浸透クロマトグラフィーによる分子量分布推定の不確実性定量化	脇田耕輔 <sup>1)</sup> 矢鳥智之 <sup>1)</sup> 川尻喜章 <sup>1)</sup>	1) 名古屋大学	サブ課題3-3
6 2020年 3月18日 ~20日	日本セラミックス協会 2020年会(明治大学)	構造方程式モデリングを用いた磁石材料の構造・特性データの相関解析	山下誠司 <sup>1)</sup> 乗松 航 <sup>1)</sup> 北 英紀 <sup>1)</sup> 柳内克昭 <sup>2)</sup>	1) 名古屋大学 2) TDK株式会社	サブ課題3-3

### 3. 研究開発成果 (2) 成果の普及: シンポジウムの開催

本プロジェクトの成果を広く普及する活動として、下記3件のシンポジウムで講演。このうち①と③は、日本学術会議、日本学術振興会、日本分析機器工業会、日本分析化学会が共同主催するシンポジウムで、本プロジェクトに係わる研究構想を中心に紹介した。多数の参加者を集め、産業界を中心とした参加者に活動内容を紹介・普及した。

①2018年9月6日  
JASIS2018におけるシンポジウムでの講演  
主題: イノベーション創出に向けた計測分析プラットフォームの構築-これまでの取り組みと今後の展望

②2019年1月30日~2月1日  
第18回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議  
[nano tech 2019]におけるパネル展示とショートプレゼンテーション。

③2019年9月4日  
JASIS2019におけるシンポジウムでの講演  
主題: イノベーション創出に向けた計測分析プラットフォームの構築-どんな基盤をつくり何をを目指すか-



#### イノベーション創出に向けた計測分析プラットフォームの構築 -これまでの取り組みと今後の展望-

日時: 2018年9月6日 14:00~17:00 場所: 幕張メッセコンファレンス会場 301A会議室

主催: 日本学術会議・化学委員会・分析化学分科会、日本学術振興会 計測分析プラットフォーム第193委員会、日本分析化学会、日本分析機器工業会  
後援: 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO)、産総研COMS-NANO

##### プログラム

- 14:00~14:05 開会挨拶 (及び前半司会)  
佐藤 緑 (産業技術総合研究所)
- 14:05~14:25 「計測分析プラットフォームの構築: 学振第193委員会の設立経緯と今後の展望」  
一村 信吾 (早稲田大学)
- 14:25~14:45 「最先端分析・計測機器開発センターおよび共同利用プラットフォーム構想」について  
竹内 孝江 (奈良女子大学)
- 14:45~15:05 「ナノテク分野・先端計測のためのAI技術の適用と展望」  
宮尾 隆 (大阪大学)
- 休憩 15:05~15:20
- 【「ビッグデータが適応型の革新的検査評価技術の研究開発 (NEDO先導プログラム)」の活動報告】  
司会 保田芳輝 (堀場製作所)
- 15:20~15:30 ビッグデータ適応型の革新的検査評価技術の研究開発概要について  
中川 利久 (島津製作所)
- 15:30~15:50 CPS複合計測分析のプラットフォーム構築に向けて 1-データフォーマットの共通化とコンバータの試作-  
安永 卓生 (九州工業大学)
- 15:50~16:10 CPS複合計測分析のプラットフォーム構築に向けて 2-試料ホルダー共通化と精密位置合わせ技術の試行-  
大橋 秀実、杉沢 寿志 (日本電子)
- 16:10~16:30 ナノ材料用の統合的検査評価技術にむけて 1-統合的データ表示技術 (統合ビューアー) の開発-  
山本 聡 (島津製作所)
- 16:30~16:50 ナノ材料用の統合的検査評価技術にむけて 2-計量計測適性、信頼性評価に基づくビッグデータ解析基盤技術の開発-  
藤本 俊幸 (産業技術総合研究所)
- 16:50~17:00 総括質疑と閉会挨拶  
多持隆一郎 (日立ハイテクノロジーズ)

### 3. 研究開発成果 (3) 知的財産の確保に向けた取り組み

課題1と課題2はそれぞれ計測分析装置メーカー機関、計測分析装置ユーザ機関で共通利用可能な基盤的技術の開発を目指すものであるため、知的財産の出願の上で公知化し広く普及を図るよりも、後述のように標準化による普及を目指す方針を採用。この結果、知的財産の獲得対象は「課題3: AI活用したビッグデータ解析のモデル実証による評価技術の開発」の成果に限られることになった。

課題3に係わる知的財産の出願実績は、下表の通りである。いずれも、各種計測分析装置のデータを課題1で開発した共通データフォーマット構造に変換 (コンバート) して複合的・統合的な解析を行う際の、データ管理や表示、AI活用における利便性向上のための方法に係わる知的財産である。現時点で共通データフォーマットに変換できる計測分析装置が国内メーカーの装置に限定的であることから、知財出願先は国内のみにしている。

#### 知的財産 (特許) の出願実績

	出願年月日	出願番号	発明の名称等	出願人
1	2020年 4月30日	特願 2020- 080177	複合分析データ管理システム、複合分析データ管理方法 および 複合分析 データ管理プログラム	株式会社島津製作所
2	2020年 4月30日	特願 2020- 080347	解析用ビューア、表示システム、表示方法および表示プログラム	株式会社島津製作所 住友ゴム工業株式会社
3	2020年 5月21日	特願 2020- 088916	分析データ管理システムにおける教師用データ生成方法	株式会社島津製作所 住友ゴム工業株式会社
4	2020年 5月22日	特願 2020- 089675	複合計測統合ビューアおよびプログラム	株式会社島津製作所 住友ゴム工業株式会社



---

## IV. 成果の実用化に向けた取組及び見通し

- (1) 成果の実用化に向けた戦略
- (2) 成果の実用化に向けた具体的取組
- (3) 成果の実用化の見通し

---

### 4. 成果の実用化に向けた取組及び見通し

---

#### ◆本プロジェクトにおける「実用化」の考え方

本プロジェクトは複合計測分析システムの研究開発であり、本事業における実用化とは、当該研究開発に係る成果が、素材・部材を中心にした幅広い産業分野の計測分析装置に適用されることと定義する。

・計測分析技術は素材・部材を中心とする我が国のものづくり産業の基盤を構築。しかし、ものづくり産業は近年の中国をはじめとする各国のマテリアル関連分野への研究開発投資の影響もあり、国際的シェアを大きく落とす懸念が顕在化。この状況を打破するためマテリアルDX推進を目指し、省庁連携により「マテリアル革新戦略」をとりまとめた段階。

・本プロジェクトの成果の実用化戦略として、マテリアルDXにおける計測分析装置の位置づけを明確にすることが不可欠。即ち、マテリアルDXを支える上で各種計測分析装置の測定データが共通データフォーマット化されることの重要性を指摘。

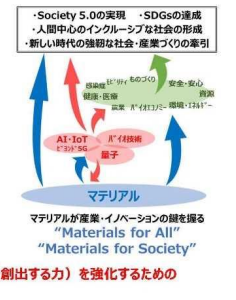
・この戦略方針のもと、戦略準備会合に意見を表出。その結果、共通データフォーマットの標準化の重要性が、戦略準備会合とりまとめ資料において明確に位置づけられたところ。マテリアル研究開発への貢献が期待できる。

マテリアル革新力強化のための政府戦略に向けて (戦略準備会合取りまとめ) 【概要】

- 検討の経緯**
- 令和2年2月、文部科学省及び経済産業省は、マテリアル革新力強化に向けた有識者会議を設置するなど、検討を開始。
  - 同年4月、「マテリアル革新力強化のための戦略策定に向けた準備会合」(座長：大野英男・東北大学校長)を設置し、検討を加速。新型コロナウイルス感染症の発生・拡大を踏まえた追加検討等を経て、同年6月、「マテリアル革新力強化のための政府戦略に向けて(戦略準備会合取りまとめ)」を策定・公表。
  - 本取りまとめは、**統合イノベーション戦略2020**及び第6期科学技術基本計画を視野に入れ、マテリアル革新力強化のための**政府全体の戦略策定**に向けた基本的な考え方、今後の取組の方向性等を示したものである。

1. 戦略策定の必要性～なぜマテリアル(物質・材料・デバイス)なのか

- Society 5.0の実現にデジタル・イノベーションを支えるマテリアル・イノベーションが不可欠。
- AI、バイオ、量子等の先端技術の強化から、SDGsやパリ協定の長期目標の達成、資源・環境制約の克服、安全・安心社会の実現等の社会課題解決に至るまで、マテリアルの革新が決定的に重要。新型感染症対策にもマテリアルの研究開発が貢献。
- 米中貿易摩擦や新型コロナウイルス感染症の世界的流行を踏まえ、経済安全保障上の観点から、**サプライチェーン強化**のためのマテリアルの革新が求められている。
- デジタルを駆使したデータ駆動型の研究開発が世界的に進展。我が国の産学官の良質なマテリアルデータを戦略的に収集・活用できれば、マテリアルが世界の産業・イノベーションをリード可能。
- 新型感染症の影響により人々の価値観・行動様式に変化が見られる中、産学官の研究開発・製造現場のデジタルトランスフォーメーションを一気に加速する機会でもある。
- 我が国にはマテリアル・イノベーションを生み出してきた多くの実績があり、大きな強みを持っている。その重要性が拡大している現状はチャンスである一方、**強みが失われつつある危機**。



4. 今後の取組の方向性

(1) データを基軸としたマテリアル研究開発のプラットフォーム整備

- マテリアル研究開発の効率化・高速化・高度化にはデータ駆動型研究開発に使う**高品質なマテリアルデータ**が決定的に重要。
  - 我が国最大のマテリアルの強みは、**世界最高水準の共用施設・設備**、産学官の優れた人材、成熟した産学官連携関係の存在。
  - マテリアルの研究開発現場や製造現場全体の**デジタル化、リモート化、スマート化、オンデマンド化**が急がれる状況。
- 我が国の強みを基盤に、産学官のマテリアルデータが**持続的・効果的に創出、共有化、蓄積、流通、利活用**される「**マテリアルDXプラットフォーム**」を日本全体で速やかに整備。研究開発成果の創出における**圧倒的な生産性向上**を実現するとともに、**データ有効活用のシヤパンモデル**を確立。
- 産学官のマテリアルデータの取扱いに関する共通指針策定**
    - 共通なデータ構造(データフォーマット含む)の開発、データ流通に関する輸出管理、データに関する権利等のルール整備を検討
    - 特許等公開情報についてAI学習用のデータベース化を推進
  - マテリアルデータの中核拠点・ネットワーク形成**
    - オープンデータ、シェアードデータを対象に、セキュアな環境の下、データ・データ構造を蓄積・管理する中核拠点を整備
    - 中核拠点、特色ある強みを持つ技術領域
    - 産学官連携を進める「**データ拠点連携**」を推進
  - データ創出・活用可能な共用施設・設備の整備・高度化**
    - 先端共用施設・設備群を活用し、高品質なデータとデータ構造を創出する共用基盤を整備・高度化するともに、データ専門人材、技術者を育成・確保
    - 次世代研究機器を開発・導入
  - 計測・分析機器の共通データフォーマットの開発・標準化**
    - 高品質なデータ創出の促進に向けて、計測・分析データの共通データフォーマットの開発・標準化を加速
    - プラットフォーム上で一元的、統合的な解析を可能に
  - データ創出・活用型研究開発プロジェクトの推進**
    - 我が国が強みを持つ重要技術・実装領域を対象に、データ創出・活用と理論・計算・実験が融合する研究開発プロジェクトを推進
    - 高品質データを生み出すスマートラボリタリを促進
- この取組を基軸的に推進し、産学官のマテリアル研究開発プラットフォームユーザーが利活用できるプラットフォームを整備。研究開発活動の**停滞リスク**にも対応。
- 研究開発期間の短縮化・低コスト化、若手への魅力ある研究開発環境の提供、産学官の連携・融合の加速等を実現

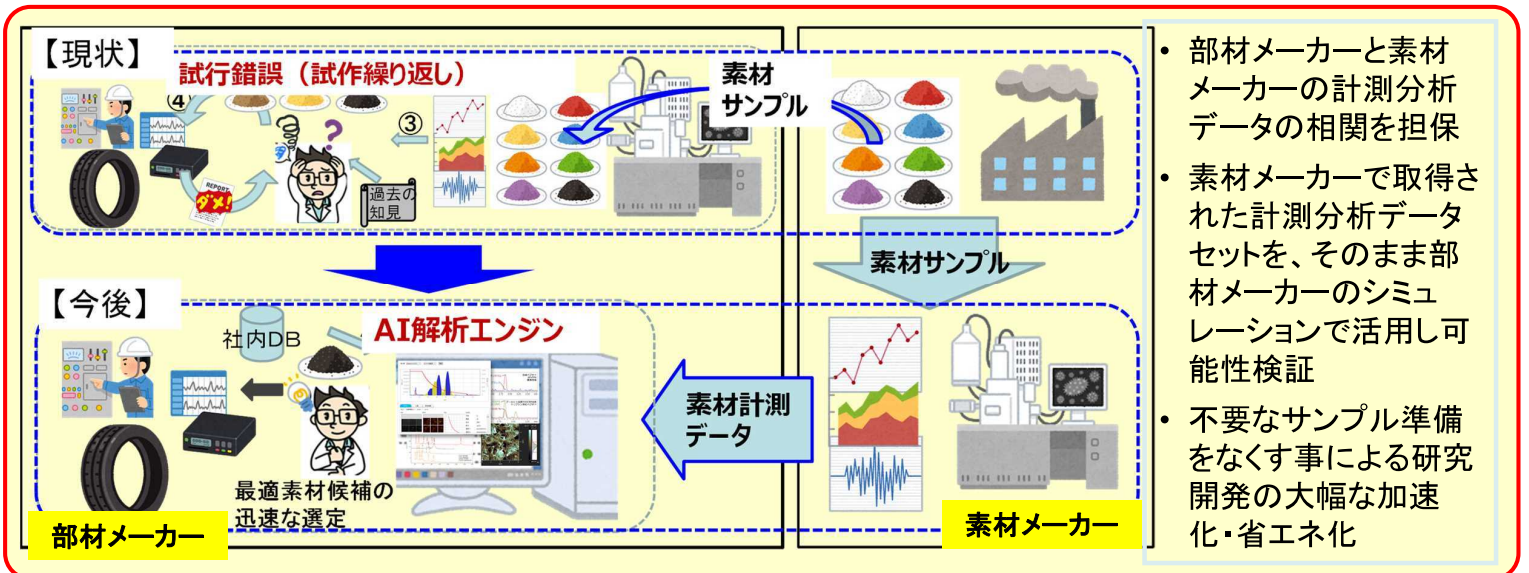
【概要版】マテリアル革新力強化のための線府戦略に向けて(戦略準備会合とりまとめ)

[https://www.mext.go.jp/content/20200602-mxt\\_nanozai-000007507\\_2\\_2.pdf](https://www.mext.go.jp/content/20200602-mxt_nanozai-000007507_2_2.pdf) から引用

・戦略準備会合への意見提出では、今後の展開課題として①サプライチェーンにまたがるデータの品質評価・品質保証の枠組み作り、②組織の枠を超えたCPS型複合計測分析の構築による、計測分析データのトレーサビリティ、信頼性、再現性の確保、を提案。

・いずれも、本プロジェクトの成果である共通データフォーマット技術、精密位置合わせ技術や、サプライチェーン間での情報共有ポリシーに沿った計測分析データの秘密保持技術(鍵構造の設定)の普及・展開が不可欠

・マテリアル革新戦略に基づく産学官の連携プロジェクトの推進で、本事業の成果が発展的に継承され、研究開発の加速化が推進されることを期待

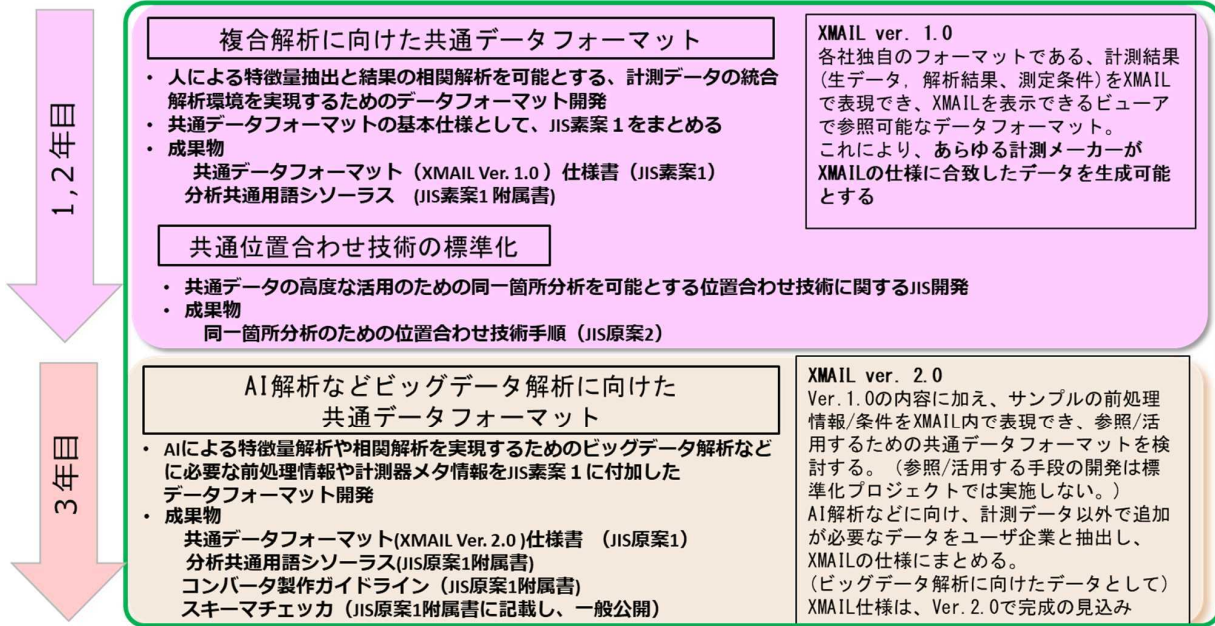


マテリアル革新戦略準備会合への提案構想 ([https://www.mext.go.jp/content/20200424-mxt\\_nanozai-000006785\\_2-2.pdf](https://www.mext.go.jp/content/20200424-mxt_nanozai-000006785_2-2.pdf))



#### 4. 成果の実用化 (2) 成果の実用化に向けた具体的取り組み その1

- ・本事業成果の実用化に向けて、標準化の積極的な推進を計画。このため、戦略的国際標準化加速事業のテーマとして「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」を提案し受託中。受託期間は2020年度からの3年間。
- ・受託機関は、計測装置メーカー4機関、計測装置ユーザ機関4機関と日本分析機器工業会（代表機関）。事業推進に際しては、事業実施者に加えて計測分析機器ユーザ、メーカ、アカデミアのより幅広いマテリアル関連分野の関係者を招聘した委員会からなる実施体制を構築。本事業成果の幅広い広報・普及を図る計画。



#### 本プロジェクトを継承する標準化プロジェクトの目標と年次展開

#### 4. 成果の実用化 (2) 成果の実用化に向けた具体的取り組み その2

- ・計測分析機器のユーザーである素材・部材産業界は、国内メーカーの計測分析装置だけではなく、海外メーカーの装置も幅広く活用。このため、共通データフォーマット等の標準化において、国際標準化も重要である。
- ・国際標準化（ISO化）に向けて、次の方針で展開する計画
- ✓ 構造解析から物性解析まで、マイクロからマクロまで、幅広い領域をカバーする計測分析装置群を主対象に、JIS規格の普及・浸透を推進
- ✓ 国際市場で日本が高いシェアを持つ計測分析装置群への展開をトリガーとして、JIS標準に準拠する海外メーカー製の計測分析装置ニーズを喚起し、国際標準化の原動力に。
- ✓ VAMAS（新材料及び標準に関するベルサイユプロジェクト）の枠組みを活用して欧米等の研究機関と共同研究等を実施し国際コンセンサスの形成を図りつつ、国際標準化を目指す。



#### 4. 成果の実用化 (3) 成果の実用化の見通し

本事業ではユーザ企業 2 機関（タイヤ関連、デバイス関連）が参画し統合的なデータ解析等の検証を行ったが、本事業の開発成果は自動車、情報通信機械、医薬品、電気機械、業務用機械、化学、電子部品・デバイス・電子回路などの分野における研究開発で使用される。したがって、本事業の成果をより多くの分野に浸透させることが実用化へ向けた取組として非常に重要。マテリアル革新戦略などの次段階構想のもと、いくつかの業界団体の参画を含めた体制で関連研究を実施することは、国内へ本事業の成果を浸透させるための適切な展開。これらの展開を通して、プロジェクト提案時に記載した次の項目の実現を目指す。

CPS型複合計測分析に関わる電子顕微鏡装置の世界市場規模は、2015年に約1,200億円、2030年には、2,717億円の約1,500億円の増加が見込まれている（注）。そのうち日本メーカーの市場占有率は2015年で35%（約420億円）。CPS型複合計測分析の実現および、その他の企業努力により、2030年には市場占有率約50%（1,359億円）、売上増額約940億円と想定。

素材・部品の研究開発に係わる計測分析装置群（分子分光装置、原子分光装置、質量分析装置などを含めた）全体で考えると、その世界市場規模は2015年に約1.8兆円（電子顕微鏡装置の約15倍。）2030年の計測分析装置群の日本メーカーの売上増は、電子顕微鏡装置の売上増額約940億円の15倍とすると、約1.4兆円と想定される。この売上増分の1割がCPS型複合計測分析の寄与とすると約1,400億円の国内生産の増加が期待できる。

注) SDI Global Assessment Report

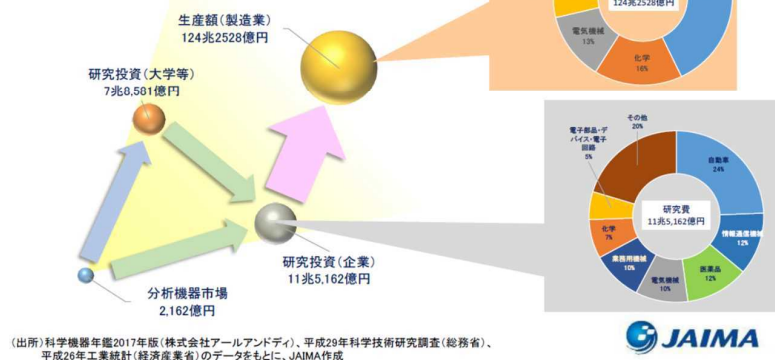
#### 1. 分析機器技術に期待される役割

##### 分析機器技術の役割・必要性

#### 3. 生産性の高い研究開発を支える基盤

- 分析機器への研究投資は、その数十倍の研究開発、数百倍の製造業市場に波及

⇒非常に高いレバレッジで投資対効果が期待



(出所)科学機器年鑑2017年版(株式会社アルアンドディ)、平成29年科学技術研究調査(総務省)、平成26年工業統計(経済産業省)のデータをもとに、JAIMA作成

JAIMA

#### 計測分析装置の使用が想定される業界分野

(平成30年1月26日 文部科学省「第4回ナノテクノロジー・材料分野の研究開発戦略検討作業部会」資料

# ご清聴有難うございました

## 参考資料 1 分科会議事録及び書面による質疑応答



## 研究評価委員会

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」

(事後評価) 分科会議事録及び書面による質疑応答

日 時：2020年11月18日(水) 13:25～17:20

場 所：NEDO川崎 2301, 2302 会議室 (オンラインあり)

出席者(敬称略、順不同) ※リモート参加者

### <分科会委員>

分科会長	原田 明	九州大学大学院 総合理工学研究院 IFC 部門・物質科学部門 教授
分科会長代理	山根 常幸	株式会社東レリサーチセンター 取締役 研究部門 副部門長 技術・特許調査研究部 部長 ※
委員	大野 雄高	東海国立大学機構名古屋大学 未来材料・システム研究所 附属未来エレクトロニクス集積研究センター 教授 ※
委員	柴山 環樹	北海道大学大学院工学研究院 附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センター 量子エネルギー変換材料分野 教授 ※
委員	陣内 浩司	東北大学 多元物質科学研究所 計測部門 高分子物理化学研究分野 教授 ※

### <推進部署>

今田 俊也	NEDO 材料・ナノテクノロジー部 部長
長島 敏夫 (PM)	NEDO 材料・ナノテクノロジー部 主査
田名部 拓也	NEDO 材料・ナノテクノロジー部 統括主幹
松井 克憲	NEDO 材料・ナノテクノロジー部 主査

### <実施者>

一村 信吾 (PL)	早稲田大学リサーチイノベーションセンター 教授
井上 信介	株式会社島津製作所 課長
白川部 喜春	株式会社 日立ハイテク 部長代理
加藤 晴久	国立研究開発法人産業技術総合研究所 企画主幹 ※
山田 宏明	住友ゴム工業株式会社 課長 ※
永井 詩織	株式会社島津製作所
山本 聡	株式会社島津製作所 課長 ※
山下 誠司	東海国立大学機構 名古屋大学 助教 ※

大堀 謙一	株式会社堀場製作所	科学・半導体製品開発センター検出器担当	※
保田 芳輝	株式会社堀場製作所	科学・半導体製品開発センター担当部長	※
杉沢 寿志	日本電子株式会社	経営戦略室 副室長	※
岸本 浩通	住友ゴム工業株式会社	センター長	※
福地 将志	住友ゴム工業株式会社	主査	※
海野 祐馬	住友ゴム工業株式会社		※
初井 宇記	国立研究開発法人理化学研究所	チームリーダー	※
藤本 俊幸	国立研究開発法人産業技術総合研究所		※
赤穂 昭太郎	国立研究開発法人産業技術総合研究所		※
丸山 豊	国立研究開発法人産業技術総合研究所		※
安永 卓生	国立大学法人九州工業大学	教授	※
柳内 克昭	T D K株式会社品質保証本部	リーダー	※

<オブザーバー>

池田 秀俊	経済産業省 製造産業局 産業機械課	課長補佐	※
永井 健寛	経済産業省 製造産業局 産業機械課	係長	※
徳岡 麻比古	NEDO TSC PM室	室長（統括調査員）	
岡田 明彦	NEDO TSC	研究員	※
鹿嶋 誠	NEDO 総務部	課長代理	※
栗原 陽平	NEDO 総務部	職員	※
福田 奈那美	NEDO 総務部	職員	※

<評価事務局>

森嶋 誠治	NEDO 評価部	部長	
塩入 さやか	NEDO 評価部	主査	
緒方 敦	NEDO 評価部	主査	

## 議事次第

(公開セッション)

1. 開会、資料の確認
2. 分科会の設置について
3. 分科会の公開について
4. 評価の実施方法について
5. プロジェクトの概要説明
  - 5.1 事業の位置付け・必要性、研究開発マネジメント
  - 5.2 研究開発成果、成果の実用化に向けた取組及び見通し
  - 5.3 質疑応答

(非公開セッション)

6. プロジェクトの詳細説明
  - 6.1 本事業の研究課題と発表内容の区分について
  - 6.2 C P S型複合計測分析用のデータプラットフォーム構築技術の開発
  - 6.3 C P S型複合計測分析用の試料ホルダー作製と精密位置決め技術の開発
  - 6.4 試料前処理・測定結果の信頼性向上技術の開発
  - 6.5 統合ビューア作成・AI活用技術の開発とモデル実証による評価
7. 全体を通しての質疑

(公開セッション)

8. まとめ・講評
9. 今後の予定
10. 閉会

## 議事内容

(公開セッション)

1. 開会、資料、議事進行の確認
  - ・開会宣言（評価事務局）
  - ・配布資料確認（評価事務局）
  - ・議事進行に関わる説明（評価事務局）
2. 分科会の設置について
  - ・研究評価委員会分科会の設置について、資料1に基づき評価事務局より説明。
  - ・出席者の紹介（評価委員、推進部、事務局）
  - ・NEDO 材料ナノテクノロジー部 今田部長より挨拶。
3. 分科会の公開について

公開、非公開の場における発言、議事録について確認のほか、評価事務局からの紙媒体とスライドショー資料による事前説明、質疑応答をもって行われたこととした。
4. 評価の実施方法について

まとめ、講評時の説明のほか、評価事務局からの紙媒体とスライドショー資料による事前説明、質疑応答をもって行われたこととした。
5. プロジェクトの概要説明
  - 5.1 事業の位置付け・必要性、研究開発マネジメント  
推進部署より資料5に基づき説明が行われた。
  - 5.2 研究開発成果、成果の実用化に向けた取組及び見通し  
引き続き、推進部署より資料5に基づき説明が行われた。
  - 5.3 質疑応答  
推進部署からの5.1及び5.2の説明に対し、以下の質疑応答が行われた。

【原田分科会長】 ただいまの説明も含めまして、議題5. プロジェクトの概要説明について、意見、ご質問等がありましたらお願いいたします。

【山根分科会長代理】 東レリサーチセンターの山根です。

【原田分科会長】 お願いいたします。

【山根分科会長代理】 基本的なところかもしれないのですが、費用対効果のところのご説明のところでも出ておりました売上げの予測と、それとCO<sub>2</sub>の削減効果のところでの試算についてなのですが、ここで言っています年間売上額について、新規市場創出効果というところはどういう項目といいますか、これは分析機器を主に扱ったプロジェクトだと思うので、多分、その分析機器自身の売上げなのか、それとも、それに伴って生まれるいろいろな新しい材料とか、そういう研究テーマの開発に伴って、これぐらいのものが生まれるということで推算をされているのか、それを教えていただきたい。

CO2 の削減効果も同じような質問になりますが、よろしくお願いします。

【NEDO\_長島 PM】 こちらは、分析機器の規模が拡大するという事で考えております。

ここで、1,400 億円の根拠としては、2030 年度の世界市場を 9 兆円としております。その根拠としては、2013 年度に 4 兆円という規模があつて、年率が 5%成長するという仮定であります。その伸び高ということで、9 兆円から 4 兆円を引いて 5 兆円伸びるといふことで、仮にですが、CPS（今回の分析装置が）ですが、新しい技術を導入する効果を数パーセント、これを 3%程度と見込んで約 1,400 億円になるだろうといふことで想定しております。

CO2 削減効果のほうですが、先ほどの金額 1,400 億円が新しく創出できると仮定して、この新しく創出できるものに対して、仮に CPS の装置が 1 台当たり 500 万円と仮定して、2.8 万台の装置が新しく出来るといふことで、それをこのサイバーでつなげることによつて、PC 削減によつて消費電力を削減できるだろうといふことで見込んだ数字を考えています。これが新たに増える分析装置分として、それにプラスして、今、既存にある装置がどれぐらい置き換わるだろうかといふことを想定して、これは 2030 年に国内で 18 万台置き換えるだろうといふ想定で計算を行つておいて、既存の装置が置き換わる分と新しく創出される分をプラスしたものが 11 万トンといふ想定となっております。

以上です。ちょっと分かりづらい説明となつてしまい、申し訳ございません。

【山根分科会長代理】 分かりました。ありがとうございます。

【早稲田大\_一村 PL】 一村から補足をよろしいでしょうか。

1,400 億円のほうは、資料 5-2 の 25 ページにて詳しく説明されていますので、そちらをご覧くださいと思います。

【山根分科会長代理】 ありがとうございます。

【原田分科会長】 よろしいでしょうか。ほかに何かございますでしょうか。

では、今の質問でちょっと気になったことを私のほうからよろしいですか。

2030 年という年度で想定したといふのは、これは何か考えるところがあつたのでしょうか。

計測機器は時とともに古くなっていくと質問票にも書かせていただきましたけれど、接続性が悪くなる、データ転送性が悪くなる、PC とのつながりが悪くなる等々ありますので、2030 年といふことをある程度の目安にして全ての計画を立てているといふことなのかなと今、理解をいたしましたけれども、それは正しいですか。

【早稲田大\_一村 PL】 一村からお答えいたします。

基本的には、計測分析機器市場の市場予測といふのがございまして、その市場予測の数値が 2030 年といふことになっていました。それをベースにして、これぐらいの効果があるといふのを積算させていただいたといふのが背景でございます。

【原田分科会長】 特に開発したものの寿命とか、そういうことを考えてといふわけではな



いのですね。

【早稲田大\_一村 PL】 世の中のマーケット動向を調査している会社がありまして、その2030年度の数字を参考にいたしました。

【NEDO\_今田】 材ナノ部の今田ですけれども、一点だけ補足してもよろしいでしょうか。

【原田分科会長】 お願いいたします。

【NEDO\_今田】 この基本計画にも、一応ターゲットの年次、アウトカムの年次ということで2030年と掲げさせていただいていますが、このプロジェクト自身が立ち上がったのは2018年ということで、ちょうど2020年の手前の段階で立ち上がったナショナルプロジェクトについては、当初計画した5年間のプロジェクトが終了してからさらに5年ちょっと経過をした2030年をある程度のターゲットに据えて、横並びではないですけれども、そのようなアウトカムの目標設定をさせていただいたという背景もございます。

【原田分科会長】 ありがとうございます。ほかに何か質問はよろしいでしょうか。

大野先生、陣内先生はいかがでしょう。

【陣内委員】 陣内です。今のところ、私も特に質問はございません。

詳細のところでは幾つかお聞きすることが出てくるかと思っておりますので、そこで質問させていただきます。

【原田分科会長】 柴山先生いかがでしょうか。

【柴山委員】 私のほうからも、特にいまのところはございません。

先ほど、市場規模のことについてご質問がもう既に出ましたので、こちらからも聞こうかなと思ったことについてはお答えいただき、解決しておりますので大丈夫です。ありがとうございます。

【原田分科会長】 それでは、皆さんから質問が特にないということでしたので、議題5は終了といたします。

(非公開セッション)

#### 6. プロジェクトの詳細説明

省略

#### 7. 全体を通しての質疑

省略

(公開セッション)

#### 8. まとめ・講評

【原田分科会長】 議題8 まとめ・講評です。陣内委員から始めて、最後に私という順序で講評をいたします。それでは、陣内委員、お願いします。

【陣内委員】 まずはこのような計測機器のデータを集めて、特性を理解しようというのは、企画として素晴らしいアイデアだと思います。これだけ産学官の研究者が集まって、2年間、実際には基礎基盤開発の当初計画3年のところが2年になったということですが、最初の一步としては非常に大きい動きだと思います。ただ、議論の中にもありましたように、フォーマット等についてはまだ検討の余地があると感じましたが、今後のプロジェクトの中で検討がなされているということで、そちらでもっと詰めていただければと思います。

もう一つは、ほぼ皆さんが質問として書いていたことですが、展開をどうするかという点ですね。早く海外に展開を行って欲しいなと思います。規格はISOになると思いますが、是非提案していただいて、まず日本主導でやってください。ある分野の先生から、ISOの規格を取られた経験を伺ったことがあるのですが、議長にならなければいけないということでした。早く提案していただいて、日本が議長になって、言い方は悪いですが牛耳れるということはあるので、我が国に有利なように海外展開を図れた方がいいと思います。

最後にNEDO推進部の方がお話になったように、計測機器の分野というのは、海外が強くなっているというか日本が弱くなっているというか、確実に地盤沈下が起きていると思うのです。かつての強みを失っているという危険性をはらんでいると書かれていましたが、はらんでいるのではなく、もう危険水域に突入しているのだろーと思います。それは電子顕微鏡だけ見てもそうですので、他の分野も恐らくそうなのではないかと思います。機器計測自体に、ぜひ国として注力していただきたい。なぜかというと、新しいサイエンス・技術というのは新しい計測機器がないと進まないからです。サイエンスにしても、新しい計測機ができると、新しい側面から新しいサイエンスになるということになりますので、ここはNEDOなので産業なのかもしれませんが、産業も基礎からできるものなので、そういう機器そのものの開発にも注力していただけないかと思います。

【柴山委員】 非常に短い期間で、かなり広範囲のところを色々取り組まれて、大きな成果を得られたということで、取り組まれた皆様に敬意を表します。我々も試料ホルダーを自分達で作成して、いろいろな装置にて、他社であっても使えるようにしていたのですが、それが市販化されて、広く使われるというのは、ユーザーにとっていいことだと思っています。また、我々の大学の中ですと、機器の高度利用或いは共通化して利用率を上げるということで、全国横断でナノテクノロジー・プラットフォーム事業に携わっているのですが、そういうところで共通化すれば。データのやり取りだけではなく、試料のやり取りも容易にできて、多方面から一つのことに取り組めるので非常にいいことだと思っています。

陣内先生からもありましたが、国際標準化に向けていくと、非常に大きな市場があ

ると思いますので期待しています。それとともに、電子顕微鏡に限ってなのかもしれませんが、試料の移動装置について、各社が注力して独自のシステムで精度を上げているので、そこで海外企業も含めて、連携してできれば、真の共通化という言い方が正しいかわかりませんが、できればいいなと思っています。ありがとうございました。

**【大野委員】** 新産業開発において、複合的な計測分析技術は絶対に必要で、分析技術は最近とても高度になってきていて、それぞれの計測技術において、高度な技術・知識が必要になってきていますが、AI を活用して、材料開発者自身が容易に複合解析を実現していくという面で、このプロジェクトはとても評価できると思います。特に基盤技術のようなデータの共通フォーマット化や、サンプルホルダーの共通化、ユーザーインターフェースの開発の基盤となる開発に注力したというところは、非常に重要なことだったと思います。短い時間の中で、データの信頼性や信ぴょう性に対する取り組みや、実施例を示しながら丁寧にこのプロジェクトの成果物を実証していく進め方は、非常に効果的な進め方で意義のあるものだと思います。出口として、新しく標準化を目指すプロジェクトが始まったということで、非常に期待できる出口戦略が見つかっていると思います。

一方で、さらにその先で標準化すればいいのか、というところも気になっているところで、いかにこれが世界に普及して使われるか、というところも目指して、出口戦略をしっかり練る必要があると感じました。特に分析装置、日本ではまだ強いというところはあるのですが、他のヨーロッパ、アメリカ、中国も色んなものを作っていますが、そういったところまで普及をしないと、せっかくいい基盤技術を作ったのにガラパゴス化しかねない技術になる可能性があるので、ぜひこれを早く世界に普及させる方法を考えていく、次のプロジェクトで検討してほしいと思います。以上です。

**【山根分科会長代理】** 始めにご紹介しましたように、私どもの会社では、分析を生業としている会社として、分析事項が多岐にわたっていて、従来から今回ご依頼頂いたような、一つのところにデータを集約してそれを横並びに比較しながら見ていくということは実際やっているのですが、それを効率よくできればと思って、装置メーカーの方にも相談したことがあったのですが、なかなかメーカーさんも競争領域というのか難しい面があったので、今回の NEDO のプロジェクトという形で、一村先生がリーダーシップをとって装置メーカーの方と協力して、2年間という短期間の間にここまでものを作られたというのは素晴らしいなと思っておりました。私もデモで見ながら実際にこれを売っていただけるなら、という話もできればと思った次第です。

お願いとしましては、標準化の話も出ていましたので、ここの部分にある意味コアという形で纏めて、国際的な競争力の部分で生かして頂いて、そうは言っても各社には競争領域、独自性を出していく部分はあると思うので、このシステムを一つの起点にしてここから各社が、リンクできるようなシステムができればいいと思いました。陣内先生も言われましたが、今回ある意味、入れ物の部分がこのプロジェクトででき

たのかなと、その元になるのは分析機器自身が非常に良質なデータを提供できる、というのが根幹にあり、それがないと今回の成果にも繋がらないのでその辺も、NEDOの方や参加の皆さんでできればいいと思います。よろしくお願いします。

【原田分科会長】 各委員の先生方の意見に尽きているので、繰り返しになりますが、今回のプロジェクトをよくぞ進めていただいたという気がいたします。こういったことを進めていただくと、ユーザーにとっては有難い話ですので、ぜひとも標準化・プラットフォームを作ってください、データ・コンバートもきちんとやり易くなって、統合等もできて、なおかつAIで判断できるなんて、本当に夢のような話だなと思っています。プロジェクトの趣旨が優れていて、期待もすごく大きいので、どのように進んでいくか楽しみなのですが、一つだけ気になっていたことがあります。データ処理の話というのは時代とともにどんどん進化していくので、いつの時代・タイミングをターゲットに持っていくかが重要だと思います。それを即作って、普及して標準化しつつ、それを改良していくという発想が要るのかなと思いました。2030年がまず目標なんだと思いますが、ちょうど国連のサステイナブル・デベロップメント・ゴールズ（SDGs）の年代なので、それに合わせていくのもいいのではないかと思いますし、その先を見据えてさらに進めていくことも考えて頂ければと思います。

【事務局】 分科会を振り返って、推進部・今田部長およびプロジェクトリーダーから一言、ございますでしょうか。

【NEDO\_今田部長】 本日は熱心に御審議いただき、誠にありがとうございました。このプロジェクトはもともと5カ年で計画していたものを、2年に短縮するという一方で、本来ならばこのタイミングで中間評価をして、皆さんの意見を今後の研究開発にフィードバックするタイミングなのですが、今回は2年に短くなったので今回事後評価をいただくことになりました。今回いただいた意見・質問・講評は今後進めていく上で参考になりますし、こういう取り組み自体を評価していただき、有難いお言葉もいただきました。プロジェクトは終了していますが、今後も経済産業省の方で進めているプロジェクトですとか、それ以外の取り組みについても積極的に進めて参りたいと思いますので、引き続きよろしくお願いいたします。

【早稲田大\_一村 PL】 本日評価にあたっていただいた先生方に御礼申し上げたいと思います。事前質問を含めまして、本日も非常に的確なコメントをいただきましたし、ご好評では今後の方向性も含めて温かいお言葉をいただきまして、改めて御礼申し上げます。冒頭、今田部長がお話になったDXを進めるにあたって、このプロジェクトは最初の飛び台になるような位置付けだったと言われました。実際、今年と2021年度の予算を見ますと、非常に大きな予算がついている、まさに全体が加速されるような方向性が見えていまして、その一つの位置付けに戦略会合等を通して、このプロジェ

クトの意義を説明させていただいたところ、それが国の方向性にしっかり描かれています。そういう意味では、少しタイミングが早すぎたという言い方ができるかもしれませんが、早すぎたために、全体の位置付けで2年間のプロジェクトで纏めさせていただくことになりました。今日の話聞いて、ますますこのような計量技術の重要性を再認識しましたし、その中における基盤的な取り組みの方向性或いは各社の協調領域と競争領域をしっかり設計し、日本が今後どのように展開していくべきか、いろいろご示唆をいただきましたので、それを踏まえて実施者の中で議論させていただきたいと思います。今日はどうもありがとうございました。

## 9. 今後の予定

### 10. 閉会

#### 配布資料

資料1 研究評価委員会分科会の設置について

資料2 研究評価委員会分科会の公開について

資料3 研究評価委員会分科会における秘密情報の守秘と非公開資料の取り扱いについて

資料4-1 NEDOにおける研究評価について

資料4-2 評価項目・評価基準

資料4-3 評点法の実施について

資料4-4 評価コメント及び評点票

資料4-5 評価報告書の構成について

資料5 プロジェクト／事業の概要説明資料（公開）

資料6 プロジェクト／事業の詳細説明資料（非公開）

資料7 事業原簿（公開）

資料8 評価スケジュール



以下、分科会前に実施した書面による公開情報に関する質疑応答について記載する。

資料番号 ・質問箇所	質問の内容	回答	委員 氏名
資料 5-1、 全般	<p>&lt;事業目的の妥当性&gt;関係。 資料全般を通して、プロジェクト名称冒頭の“省エネ製品の開発の加速化”は、“製品の省エネ開発の加速化”と読み取る方が適切とも思われる部分がある。特にこの資料では、具体的な開発内容は省エネ製品に関係しているものの、“省エネ製品の開発”を前面に出していないように思われる。両側面とも重要な観点であり、意識してのこととは思われるが、前面に出す出さないの使い分けに考えがあれば伺いたい。</p>	<p>本プロジェクトでは、複合計測分析技術の研究開発がプロジェクトの目指すところで、CPS 型の複合計測分析技術の実現により研究開発が加速化され、製品開発のサイクル等に係わる様々な過程での省エネに繋がることに意義をおいています。</p> <p>但し、エネルギー特別会計予算でのプロジェクトであることから、省エネ効果を具体的に打ち出す必要があり、プロジェクト名称に「省エネ製品」を入れ、省エネタイヤを製品開発の中核に位置づけました。このような背景で説明を使い分けています。</p>	原田 明
資料 5-1、 10 頁、15 頁	<p>&lt;NEDO 事業としての妥当性&gt;関係。 2016 年度末から開始された NEDO プロジェクトの成果が、課題 1-1 の成果と重複しているかを見て取れるが、本プロジェクトで進展が強調できる特徴が何処にあるかを伺いたい。</p>	<p>2016 年度末の NEDO プロジェクト（先導研究）では、モデルとして設定したナノ粒子計測の装置群に対して独立可用性のコンセプトのもとに XMAIL 共通フォーマットの適用を試行しました。但し先導研究の構成装置は限られ（6 機種）、また汎用性の高い統合ビューアーへの展開もできない状態でした。本プロジェクトでは、多機種への展開、汎用性の高い XMAIL フォーマットの実現と関連ソフトウェアの開発に進展（成果）があります。</p>	原田 明
資料 5-1、 15 頁 および 資料 5-2、 4 頁【研究 成果 1- ①】	<p>&lt;研究開発成果の意義、成果の実用化に向けた戦略&gt;関係。 課題 1-1 の成果に関して。計測にある程度長く携わってきた全ての技術者、科学者が直面してきたであろう問題として、データ処理端末（PC）の種類や OS、通信方式、データ記録媒体の更新に、計測機器</p>	<p>計測分析・解析といった一連のフローの中で、データがサイバー空間で利用されるときに完全性（独立可用性）を保証することが必要で、そのために計測分析・解析データがもつべき汎用的な枠組みとして規定したものが今回の共通データフォーマット XMAIL です。採用した XML 形式は、データ処理端末の種類や OS、データ記録媒体の更新の影響を受けにくい、インターネット上での汎用データ形式です。よって、懸念される H/W と制御ソフトウェアとの整合性の問題は回避できると考えています。</p> <p>様々な計測分析機器が共通データフォーマットに対応し</p>	原田 明

	<p>本体ハードウェアや制御ソフトウェアとの整合性が追いつかない点がある。今後も同様であると容易に予想されるが、今回開発したデータフォーマットはどの程度の年限での利用を想定しているものであるか伺いたい。(例えば、“2025年まで等の回答を期待する。)</p>	<p>た結果データを出力できることが成果の実用化で重要なポイントであり、本事業後に取り組む共通データフォーマットのJIS化(2023年度目標)やISO化が進めば、近々に実用化できると考えています。本データフォーマットは、現在のWeb/インターネット技術が陳腐化するような技術革新が起こらない限りは使用継続可能であると考えています。</p>	
<p>資料5-1、15～18頁</p>	<p>&lt;研究開発成果の意義&gt;関係。 それぞれの個別課題で優れた成果が得られているが、望むらくは、普遍性・一般性・発展性に関する知見・提言であろう。既存の分析装置のデータを現時点で統合したとしても、新規の分析手段が現れたときに、一から見直すようでは心許ない。これから先もっと先に必要となるもの指針が得られているようであれば、その具体的内容では無く、有無を伺いたい。</p>	<p>今回のプロジェクトで開発を目指したのは、様々な計測分析装置を駆使して得られた測定結果をサイバー空間で集約・解析するためのシステム作りで、共通データフォーマット形式はそのシステムの主要構成要素です。共通データフォーマット形式は個々の計測装置が固有に持つデータ構造の開示や変換を要請するものではなく、固有データ形式から共通データフォーマットへの変換に係わる取り決めであります。このため新規の分析手段が現れたとしても、開発した共通データフォーマットが有する柔軟性(XML言語を用いていること)、汎用性(外部データの参照を可能にしていること)などから、十分に対応できる枠組みであると考えています。 この意味で、本当に必要な指針はこの枠組みを維持・発展させていく体制作りと考えており、現在ISO/JISなどの標準化と並行してその検討を進めています。</p>	<p>原田明</p>
<p>資料5-1、16頁、資料5-2、8頁【研究成果4】、および資料7、132、142頁他</p>	<p>&lt;研究開発目標の妥当性&gt;関係。 課題2-2で、3μm以下との具体的な数値目標があるが、これを目標とした根拠、これが実現したことに意義、特に製品開発との関わりでの優れたアウトカムがあれば(または期待できれば)伺いたい。</p>	<p>同一試料を、機種・メーカー・原理の違いなどを含む複数の異なる装置に装着して、試料の同一位置の同定を行う場合、従来は試料の取り外しをとまなう為、外形形状や色調などの外観特徴をよりどころにして位置を同定していました。このため、容易に探し出すことができず多くの時間的なロスがありました。これが解消されることが今回の共通位置合わせ技術開発の意義になります。 本研究を行うにあたって、目標数値の設定はランドロビン試験に選定したそれぞれの機器におけるステージ精度を約1μmとするとともに、マーカー観察分解能から規定しました。 マーカー観察は電子顕微鏡像および光学顕微鏡像に依ります。 基準点3点がそれぞれに1μm程度の誤差をもつとする</p>	<p>原田明</p>

		<p>と、それからアフィン変換で求められた測定点は誤差が積み上がり、かつ、最後に観察しようとする場所のステージ精度が加算されるために、ステージ精度より悪くなることが想定されます。これらの理由から目標数値を 3 <math>\mu\text{m}</math> としました。</p> <p>また真核生物の典型的な大きさが 10 <math>\mu\text{m}</math> 程度、磁性体等における磁壁等も 5~10 <math>\mu\text{m}</math> 程度であることから、3 <math>\mu\text{m}</math> はメソスケールで機能を発揮する材料等の観察に適した分解能と考えられます。</p>	
資料 5-2、 15 頁【研究成果 8-③】 および 資料 7、 232 頁	<p>&lt;研究開発成果の意義&gt;関係 “これまで経験的にしか知られていなかった相関関係”の内容は何か。具体的な内容を知りたいわけでは無く、経験としての信頼性レベル（確実な指標として活用されていた経験則か、なんとなく囁かれていた経験則か）を伺いたい。</p>	<p>今回の AI 解析からは複数の関係が見出されています。中には構造から容易に推定可能な物性（例えば、フィラー粒子の分散不良があれば破断強度が低下する等）もあります。一方で、様々な要素が組み合わさって発現する物性において、今回の検討でこういった要素の寄与が大きいかを見積もることができた事例もあります。</p>	原田明
資料 5-2、 24 頁 および 資料 7、 251 頁	<p>&lt;成果の実用化。具体的な取り組み&gt;関係。 国際標準化に向けた取り組み、障壁、見込みを伺いたい。</p>	<p>① JIS の制定（2023 年）、②並行した VAMAS 活動による国際的な認知の獲得、③JIS、VAMAS を踏まえた国際標準化の推進を想定しており、②に関しては VAMAS の関連領域の日本代表が JIS 化プロジェクトメンバーに加わっています。JIS の制定に向けた規格原案検討委員会に多数のユーザー企業が計測メーカー（一部海外計測メーカー）とともに参加していることも、XMAIL の国内外の認知を加速すると期待しています。</p> <p>国内外製の計測装置群を活用するユーザー機関が海外メーカーに JIS 準拠の計測分析装置を求めれば、国際標準化の加速要因となります。ユーザー機関の求めるスピード感にいかにか合致できるかが鍵を握ると考えています。</p>	原田明
資料 5-2・ スライド 7	<p>共通試料ホルダーは今回検討した分析装置以外にも適用可能でしょうか？適用可能だった場合、クリアすべき課題は何でしょうか？</p>	<p>適用可能です。しかしながら今回試作した共通試料ホルダーの外形寸法は <math>\square 30\text{mm}</math> であり、分析・観察装置によっては搭載できないものもあります。</p> <p>このため、試料ホルダーの外形寸法を限定せず、ユーザーが扱う装置群によって最適な外形寸法・形状と材質を選定することと、共通試料ホルダーの中に、明確に確認</p>	山根常幸

		<p>し得る大きさと形状の基準座標 3 点を付与して試料の座標を導出するアルゴリズムを標準化することが最大の課題になります。</p> <p>また測定中の環境計測におけるセンサの信号取り出しについても標準化が課題となります。</p> <p>透過型電子顕微鏡の場合には、当該共通試料ホルダー内に透過型電子顕微鏡で流通しているグリッド (3 mm) を置き、ナノ粒子の配置から位置関係を相対的に決定することで、適応できています。</p>	
資料 5-2・スライド 8	<p>測定位置合わせ技術について、目標値 3 μm 以下が達成されていますが、現時点の本技術で達成可能な位置合わせ精度の限界は、どの程度と見積もられますか？</p>	<p>位置合わせ精度の限界は、ステージの機械精度に依存します。今回の研究において選定された機器のステージの機械精度としての再現性は 1 μm 前後です。</p> <p>基準点 3 点がそれぞれに 1 μm 程度の誤差をもつとすると、それからアフィン変換で求められた測定点は誤差が積み上がり、かつ、最後に観察しようとする場所のステージ精度が加算されるために、ステージ精度より悪くなることが想定されます。</p> <p>一方、本研究ではステージのバックラッシュ誤差を最小限にするために、送り方法は一方向と規定したうえで実証実験を行いました。</p> <p>この結果装置のもつステージ位置再現性精度と同等の値となり、今回の装置による計測結果として目標の 3 μm を下回る 1 μm 以下の精度を得ることができました。</p> <p>補足ですが、更に高い精度の高い位置合わせには、画像を使う必要があります。ビーズ等も使った画像を利用するものでは、現在、光学顕微鏡を使った一分子計測法では、十分な大きさのビーズ等を利用した場合、ビーズの位置計測の精度がナノメートル・オーダーであることが知られています。今回は、そのビーズそのものではなく、その位置関係性からビーズ近傍の位置を推定することから、撮影位置の同定のための位置精度は下がるのが想定されます。しかし、ビーズ位置が近くに存在していれば、位置合わせとして 10 nm 程度の実現が可能であると考えられます。</p>	山根常幸
資料 5-2・スライド 9	<p>本課題の成果（ナノ材料分散に関する影響相関、ナノ粒子の顕微鏡観察）について、一次粒子、二次粒子、何れに対しても適用可能でしょうか？</p>	<p>一次粒子/二次粒子の状態に問わず、電顕試料用に展開した試料の状態評価を実施することが可能となります。</p>	山根常幸

<p>資料 5-2・ スライド 17</p>	<p>3 件のシンポジウム講演について、参加者から出された意見、コメント等あれば、紹介下さい。</p>	<p>①2018 年のシンポジウムコメント</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ナノ粒子複合計測システムへの取組はよい。ぜひ海外メーカーも巻き込んでデファクトスタンダードになって欲しい。</li> <li>・ 共通化の有効性が理解でき良かった。データの活用についていろいろな課題、進捗が聴けて面白かった。</li> <li>・ ビッグデータ、AI を考える上で通信、ネットワーク、データ構造に関してのプレイヤーがないのが気になる。解決すべき（社会的）課題は何か、そのクオリティを上げる必要がある。</li> </ul> <p>②2019 年のシンポジウムコメント</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ステージ毎にかなり高いハードル感がある事業。スピード感が重要で、具体的事例をある程度絞って成果を追求すべき。</li> <li>・ プラットフォームを構築する途上ではどうするか、実用上はそこが重要。人材を再教育する方法についても考えるべき。</li> <li>・ データの信頼性が無いと出来ず、この精度が結果を高める。データの標準化について現状のグレードではまだ難しい。</li> <li>・ 計測ファシリティのプラットフォーム、データフォーマットのプラットフォーム、材料や創薬の合成プラットフォームを組み合わせたトータルプラットフォームを想定し、各プラットフォームへどのように注力するかバランスをとるのが重要。</li> <li>・ 国際的とりくみの難しさ。</li> </ul> <p>③ナノテク展での発表</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 共通試料ホルダーができれば使用したい。特に、TEM まで繋がる共通試料ホルダーはすぐにでもほしい。</li> <li>・ 社内に多くのデータがあるが活用されていない。方向性は全く求めているものであり、将来とても重要な技術になる。</li> <li>・ 構造材の耐久性評価等に役立つのでは。複合解析で数日のうちに構造材の評価ができれば状況が一変する。</li> <li>・ 競合する企業をどのように連携させているか興味がある。</li> </ul>	<p>山根 常幸</p>
--------------------------------	---	--	------------------



資料 5-2・ スライド 24	今回のプロジェクトで対象としなかった分析装置について、今後の取り組みに対する腹案が有れば、紹介下さい。	現在、経産省国際標準課予算で共通データフォーマットの JIS 化に取り組んでおり、そのプロジェクトには日本分析機器工業会が参画し、国内計測メーカーへ共通データフォーマットの実現と普及を働きかけて、新たに 4 社がプロジェクトの委員会に参画しています。また新化学技術推進協会や日本学術振興会第 193 委員会の企業に協力をお願いし、ユーザ企業 9 社が共通データフォーマットの評価に参画しています。共通データフォーマットが JIS/ISO と標準化され、ユーザ企業での採用が進めば、多くの分析装置が共通データフォーマットに対応したデータを出力するようになると考えています。	山根 常幸
資料 5-2・ スライド 24	国際標準化について、進展があれば紹介下さい。	①JIS の制定 (2023 年)、②並行した VAMAS 活動による国際的な認知の獲得、③JIS、VAMAS を踏まえた国際標準化の推進を想定しており、②に関しては VAMAS の関連領域の日本代表がプロジェクトメンバーに加わっています。JIS の制定に向けた規格原案検討委員会に多数のユーザ企業が計測メーカー (一部海外計測メーカー) とともに参加していることも、XMAIL の国内外の認知を加速すると考えています。国内外製の計測装置群を活用するユーザ機関が海外メーカーに JIS 準拠の計測分析装置を求めれば、国際標準化の加速要因となると期待しています。	山根 常幸
資料 5-2・ スライド 25	今回のプロジェクトの成果を実用化するには、分析装置メーカーの事業面 (販売している分析装置への実装など) での協力が必要と判断します。この点について、本プロジェクトに参画している企業および参画していない分析装置メーカーの考えを把握しておられましたら、紹介下さい。	JIS 化のプロジェクト開始に際して、「JIS 制定後、製品化された計測分析機器で共通データフォーマット形式のデータ供給機能搭載機種数とそれらの機種における搭載率、および JIS 制定前の既存計測分析機器への共通データフォーマットのデータ供給機能追加数を KPI として設定する」と明記されています。これから、参加企業については KPI 最大化の取り組みが行われるものと考えています。一方参加していない企業も個別に説明を始めていますが、意見交換の際に、データ形式共通化の流れは必須で最優先の対応次項とのお考えをお聞きしています。	山根 常幸
資料 6-2	XMAIL の開発において、CPS 型解析 PF を実現することよりも、改竄防止や唯一性保証など、データの信頼性に主眼が置かれているように見えますが、どのような背景や議論があったのでしょうか。	サイバー空間で情報を共有する場合に重要な点としてデータの完全性 (独立可用性) を設定し、そのため解析前の生データも含めることが可能で多様な計測分析装置に対応できる汎用フォーマットとして XMAIL を提案しました。 その議論の過程で、サイバー空間でデジタルデータを取り扱う際、ファイルに含まれるデータが信頼性を持つこ	大野 雄高

		とが必須とされました。この観点から、①生データを含めてデータの改竄防止が重要であること、②サイバー空間において、機器等から出てきたデータが大量かつ自動的にサイバー空間に登録される前提に立ち、データ自身の唯一性の保証と、トレーサビリティの保証が必要であること、が指摘されたことが背景になっています。	
資料 6-2	XMAIL は上記の点において、Nature 等の論文誌において最近求められるようになってい る Data availability statement に対応できる信頼性の高いフォーマットとして需要があるのではないのでしょうか。本事業の目的とは直接関係ないかもしれませんが、そのような分野から世界標準となるべく、早急にオープンウェア化する予定はありますでしょうか。	ご指摘の「信頼性の高いデータフォーマットとしての需要」は、我々実施者も認識しています。このため、XMAIL を核とする共通データフォーマットの規格化 (JIS 化) を現在進めると同時に国際標準化 (ISO 化) も視野に入れています。並行して、XML スキーマ (XSD フォーマット) の提案と公開を行っています。この XSD フォーマットに依れば、開発言語に応じてライブラリを自動生成するツールが各種存在することから、オープンウェアとして利用することも可能となると考えています。	大野 雄高
資料 6-3	共通試料ホルダの試作品や位置決め方法は従来から多くの研究機関で実現されていたものと思います。本事業では、そのようなノウハウを保有しない研究機関・企業においても、それを容易に実現できるようにすることが重要かと思いますが、この点において、開発された試作品等にどのような工夫がなされていますでしょうか。	本事業では、基準マーカの観察と座標計測を行う方法が様々な装置に装着され活用されることを想定して研究開発を進めてきました。そのため観察手法 (光学顕微鏡、レーザー顕微鏡、電子顕微鏡における 2 次電子や反射電子など) に影響を受けない形状のマーカを考案し、それを公開・標準化することによって、本事業に参画していない (ノウハウを持たない) メーカーやユーザーでも、同様の数値精度を確保できることを目指しています。 標準化活動においては、さらにこれらの検証を重ねて汎用性と精度の確保を検討し、一般化していきます。	大野 雄高
資料 6-4, 6 頁	分散においてゼータ電位は重要なパラメータと思いますが、これを重要因子に含めなかった理由は何でしょうか。	FBD に赤字で記載の通り、ゼータ電位も因子として評価しました。6-4、12 ページでは分散に際する影響を赤矢印の太さで表現しており、その中で特徴的な項目について実施例を挙げて説明しております。なお、今回の評価におけるゼータ電位の変動範囲は絶対値で 30-50 mV の範囲であり、分散性に対する大きな寄与が観測できなかったため、ゼータ電位に係る赤矢印は太くなっておりません。	大野 雄高

<p>資料6-2 8ページ</p>	<p>・「データ表現」の「不確かさ」を付加とは具体的には何を示しているのか教えてください。</p>	<p>「不確かさ」には複数の要素があるため、厳密な定義は今後なされることとなります。今回は、全ての&lt;property&gt;で表現される数値、文字列等に対して&lt;uncertainty&gt;で、不確かさをつけることができると明示した段階で終了しています。今後、数値、文字列等の信頼区間、若しくは、信頼水準を指すことになる予定です。前者の場合、測定結果の疑わしさを指し、真値との誤差として、平均の標準誤差などがそのひとつの値となると考えています。</p> <p>不確かさの導入は、今後進展するビッグデータ解析、AI解析でデータの品質を評価する重要な指標になると考えています。</p>	<p>柴山 環樹</p>
<p>資料6-2 9ページ</p>	<p>・時刻管理とデータの取得タイミングは同期しているのか教えてください。</p> <p>・将来、時間分解能が高い機器のデータ取得についても対応可能か教えてください。</p> <p>・赤字の2行目の後半は消し残りでしょうか？</p>	<p>① 計測分析・解析のプロセスを&lt;eventLog&gt;の中の&lt;protocol&gt;内の&lt;instruction&gt;として定義し、プロセスの状態に応じた時刻を定義できるようにしています。従って時刻管理とデータ取得のタイミングは同期しています。更に詳細に述べれば、各計測分析に対する”complete”（活動の実行の終了）は必須項目であるとしていますし、”schedule”、“start”、“suspend”、“resume”なども記述可能にしています。このように各々のファイルが作成されたときの時刻を記述することも必須項目としています。</p> <p>② 時刻は、XMLスキーマの標準のプリミティブ型dateTimeとして定義されています。これは、秒の小数点以下は、自由にフォーマットとして定義され、利用できます。従って、時間分解能の高いデータの取得を表現できます。また、時間分解能が更に高く大量なデータには、XMLのようなASCII型のデータではなく、フォーマットの決まったバイナリ型のデータが適しています。XMAILでは、それらは外部ファイルとして、そのファイルのハッシュ、URI、フォーマットをもつことでリンクして利用できるものとしています。一方で、高速・大容量に対応した各々ファイルフォーマットの中でも、条件等でXMAIL上に記述できる情報は&lt;condition&gt;や&lt;property&gt;として、記述することができます。</p>	<p>柴山 環樹</p>

		<p>③ ご指摘の赤字の2行目後半は消し忘れです。修正版を再提出しました。</p>	
<p>資料6-2 22ページ</p>	<p>・I/O性能とは、Input/Outputのことでしょうか。ファイルサイズが小さいとI/O性能が著しく劣化する理由は具体的には何か説明して下さい。</p> <p>・前述の質問と関連して、大量の高い時間分解能を有するデータへの展開は、現実的ではないとしている様ですが、デジタルトランスフォーメーションの時代では、重要な課題であると思います。</p>	<p>① I/O性能という略語を使用してしまい申し訳ありませんでした。おっしゃる通りInput/Output性能のことです。ファイルサイズが小さい場合、ファイルシステムによるファイルのオープン・クローズのオーバーヘッドが大きすぎるため、Input/Output性能が劣化します。</p> <p>(回答詳細) ファイルシステムは論理ファイルシステム、物理ファイルシステム等の数レイヤにまたがるシステムとなっています。ここでオーバーヘッドとは、例えばオープン時にファイルパスを指定したときに、以下の動作シーケンスのA)、B)が毎回必要になることにより発生します。</p> <p>(ア)メモリ上に格納された論理ファイルシステム情報から当該ファイルの物理的ファイルシステム上のアドレスを得る(メモリアクセス)。</p> <p>(イ)物理ファイルシステム上のアドレスを用いてデータ記憶媒体からファイルの先頭アドレスを得る。</p> <p>(ウ)データ記憶媒体のファイル情報を読み始める。</p> <p>② 本事業のデータフォーマットは、大量データの検索や解析を行うシステムを構築するうえで極めて重要な規格となります。該当部分で述べていたのは、今回のデータフォーマットをそのままファイルシステムに書き込むだけでは、特に大量の小さなファイルサイズのデータセットに対してInput/Output性能が得られない、という課題であります。ここで大量とは1000万以上のファイル数を想定しています。(回答詳細)これを解決する方法として様々な技術が知られています。理化学研究所ではデータベースとファイルシステムを組み合わせた独自システムを開発しています。近年普及しているものとしてはオブジェクトストレージなどがあります。いずれもファイルのオープン・クローズのオーバーヘッドを削減できるような仕組みを備えています。これらの実装は、データの検索や解析サービスを構築・提供する組織が、データの特徴や解析サービスニーズを考慮して最適な形で実装したサービ</p>	<p>柴山 環樹</p>

		<p>スとして提供するのが一般的で、かつ最適と考えられています。一方、組織ごとに異なる独自サービスを構築するとサービス間の互換性が失われます。本事業のデータフォーマットは互換性を担保する極めて重要な規格となります。</p>	
資料6-3	<p>・FIBで小さな穴を彫ったりデポすることによって画像認識して、FIB加工の自動化やTEMのEDSマッピングのドリフト補正は一般的だと思います。このプロジェクトでは、試料ホルダー自身にマークをして位置合わせをして、目標値を定めそれを超える1<math>\mu</math>m以下のデータを示しています。試料ステージの位置合わせとその後の試料ステージの微動装置の精度（ギヤ駆動のバックラッシュやピエゾ素子利用の場合のヒステリシス）の関係について教えていただけないでしょうか。</p>	<p>長時間のFIB加工やSEMの同一視野観察において、試料の一部の特徴点を基点としたドリフト補正は一般的に使われており、この場合の精度は画像補正能力とステージ精度に依存します。一方、本研究では、試料ホルダーに3点の基準点を設け、異種装置における各装置での3点の座標情報からアフィン変換によって、試料の特定座標を共通化させています。</p> <p>本研究を行うにあたって、目標数値の設定はランドロビン試験に選定したそれぞれの機器におけるステージ精度を約1<math>\mu</math>mとするとともに、マーカー観察分解能から規定しました。</p> <p>マーカー観察は電子顕微鏡像および光学顕微鏡像を用いました。</p> <p>基準点3点がそれぞれに1<math>\mu</math>m程度の誤差をもつとすると、それからアフィン変換で求められた測定点は誤差が積み上がり、かつ、最後に観察しようとする場所のステージ精度が加算されるために、ステージ精度より悪くなることが想定されます。これらの理由から目標数値を3<math>\mu</math>mとしました。</p> <p>この座標情報取得の際に、ステージのバックラッシュを考慮して、誤差を最小限にするために送り方法は一方向と規定したうえで実証実験を行いました。この結果精度は装置のもつステージ位置再現性精度と同等の値となり、今回の装置による計測結果として目標の3<math>\mu</math>mを下回る各装置のステージ位置再現性精度と同等の1<math>\mu</math>m以下の精度を得ることができました。</p> <p>今回評価された機器はすべてボールねじ送り機構などであり、ピエゾ素子を用いていないため、ピエゾ素子特有のクリープによる誤差は含まれておりません。ピエゾ素子を組み込んだ微動機構をもつステージの場合、クリープの影響を最小限にするための通電電圧の工夫も必要となります。</p>	柴山環樹
資料7 事業原簿	<p>前述の資料に対する質問と同じ「不確かさ」と「不確かさ</p>	<p>ここで述べる不確かさの保証とは、全ての数値や文字列に対して、&lt;uncertainty&gt;というタグを付して、表現で</p>	柴山環樹



<p>【公開】 P39、P59</p>	<p>の保証」を具体的に説明して下さい。</p>	<p>きることを保証することです。不確かさについては、さまざまな情報が含まれるため、今後明確に定義していくこととしています。</p>	
<p>資料7 事業原簿 【公開】 P59</p>	<p>時刻は、開始、終了時刻と記述が有りますが、画像を記録した時刻は、記録されないということなのか教えてください。</p>	<p>ファイルとして画像を記録した時刻は、ファイル作成の時刻として&lt;document&gt;タグ内に記述されます。 個々の画像の取得時刻に関しては、計測分析・解析のプロセスを&lt;protocol&gt;内の&lt;instruction&gt;として定義し、そのプロセスが開始、終了した時刻を“start”、“complete”として、&lt;eventLog&gt;に記述することになります。画像を記録した時刻という表現は、通常は開始した時刻”start”に対応すると考えられます。あるいは、”start”と”complete”で記述される時刻区間が画像を記録した時刻となる場合も有ります。 また、計測のプロセスを更に詳細に記述し、画像取得の開始時刻、終了時刻、その後、画像をディスクに記録する時刻の開始、終了といった記述が可能です。</p>	<p>柴山 環樹</p>
<p>全般として</p>	<p>XMAILの国際標準化について見直しを教えてください。</p>	<p>①JISの制定(2023年)、②並行したVAMAS活動による国際的な認知の獲得、③JIS、VAMASを踏まえた国際標準化の推進を想定しており、②に関してはVAMASの関連領域の日本代表がプロジェクトメンバーに加わっています。JISの制定に向けた規格原案検討委員会に多数のユーザー企業が計測メーカー(一部海外計測メーカー)とともに参加していることも、XMAILの国内外の認知を加速すると考えています。国内外製の計測装置群を活用するユーザー機関が海外メーカーにJIS準拠の計測分析装置を求めれば、国際標準化の加速要因となると期待しています。</p>	<p>柴山 環樹</p>
<p>資料5-2 「研究成果 1—①」</p>	<p>各分析装置共通のXMAILフォーマット(Ver.0)の使用を決定とありますが、今後、この仕様は参画されている企業の製品に搭載されるのでしょうか？また、プロジェクトに参画されていない計測機器メーカーへの導入支援などはお考えですか？</p>	<p>本事業を踏まえて進められているJIS化事業の実施計画書には、「JIS制定後、製品化された計測分析機器で共通データフォーマット形式のデータ供給機能搭載機種数とそれらの機種における搭載率、およびJIS制定前の既存計測分析機器への共通データフォーマットのデータ供給機能追加数をKPIとして設定する。」ことが明記されています。即ち本プロジェクトに参画された装置メーカーの製品に搭載されることが決まっています。 またXMAILフォーマットを核にした標準化(JIS制定)後は、プロジェクトに参画されていない計測機器メーカーも採用する上での支障はなくなります。その導入支援に向けて、各計測分析装置の固有データをXMAIL形式の</p>	<p>陣内 浩司</p>

		<p>共通データフォーマットに変換するために必要な「コンバータ作成ガイドライン」や、コンバータソフトがXML型のフォーマットに準拠しているかをチェックする「スキーマチェッカー」などを併せて準備し公開することになっている。</p>	
資料 5-2 「研究成果 1—③」	<p>「放射光施設 (SACLA) のデータシステムに新規にデータフォーマットを変換するコンバータを作製…」とありますが、Spring8 の他のビームライン、あるいは東北の次世代放射光施設のビームラインへの拡大はお考えですか？</p>	<p>本事業には理化学研究所も参画しました。</p> <p>理化学研究所としては、SACLA/SPring-8 について国から運営を委託されている立場として、ユーザの詳細なご要望をお聞きするとともに適切な予算獲得を行うことにより SACLA/SPring-8 ユーザへのサービスとしてコンバータを作成し提供していきたいと考えています。</p> <p>次世代放射光施設については、設置主体が量子科学技術研究開発機構となっており理化学研究所が決定する権限はございませんが、技術的交流を行っております。理化学研究所がコンバータ等の技術開発を完了しサービスを提供していけば、次世代放射光施設へも導入する流れになるものと期待しております。</p>	陣内 浩司
資料 5-2 「研究成果 3」	<p>同一試料の同一視野を異なる分析手法で観察することはデータベース作製のうえで非常に大事であり、4 計測機器メーカーによるラウンドロビン試験も良い試みと思います。</p> <p>ただし、試料によっては特定の計測によりダメージを受ける場合もあります（例えば、電子線による試料変質など）。試料搬送時の環境データ記録だけでなく、このような計測における試料の変質のモニタも考えておられますか？</p>	<p>輸送履歴とともに、測定・計測環境の測定は重要なパラメータの一つであると認識しています。温度・湿度の他、試料ホルダ近傍にファラデーカップを具備させるなどの工夫によって観察時の電流モニタリングも検討しました。また、観察前後での試料形状の比較によってビーム照射の影響を把握することも考慮に入れ、試料変質のモニタリングを行う考えでした。</p> <p>本研究における当初計画の目標では、上記のような観察計測時の環境モニタリングを掲げていましたが、研究期間が短縮された為、仕様の提案による成果を示しています。</p>	陣内 浩司
資料 5-2 「研究成果 4」	<p>共通試料ホルダの位置再現精度が <math>\pm 3.0 \mu\text{m}</math> というのですが、この数字の設定の根拠は何でしょう？電子顕微鏡の分解能を考えると位置再現精度は <math>1.0 \mu\text{m}</math> 以下でも良いように思います。</p>	<p>本研究を行うにあたって、目標数値の設定はラウンドロビン試験に選定したそれぞれの機器におけるステージ精度を約 <math>1 \mu\text{m}</math> とするとともに、マーカー観察分解能から規定しました。</p> <p>マーカー観察は電子顕微鏡像および光学顕微鏡像に依ります。</p> <p>ステージの機械精度（バックラッシュ等も含む）としての再現性は <math>1 \mu\text{m}</math> 程度になりますので、ご指摘の「位置</p>	陣内 浩司

		<p>再現精度は 1.0 <math>\mu\text{m}</math> 以下」も設定可能です。</p> <p>一方で基準点 3 点がそれぞれに 1 <math>\mu\text{m}</math> 程度の誤差をもつとすると、それからアフィン変換で求められた測定点は誤差が積み上がり、かつ、最後に観察しようとする場所のステージ精度が加算されるために、ステージ精度より悪くなるのが想定されます。これらの理由から目標数値を 3 <math>\mu\text{m}</math> としました。</p> <p>座標情報取得の際に、ステージのバックラッシュを考慮して誤差を最小限にするために送り方法は一方向と規定したうえで実証実験を行いました。この結果精度は、装置のもつステージ位置再現性精度と同等の値となり、今回の装置による計測結果として目標の 3 <math>\mu\text{m}</math> を下回る各装置のステージ位置再現性精度と同等の 1 <math>\mu\text{m}</math> 以下の精度を得ることができました。</p>	
資料 5-2 「研究成果 7—②」	透過型電子顕微鏡画像について、異なる条件・異なる顕微鏡で撮影された画像の相互比較のためのデータ補償ツールを開発したと言うことですが、どのような原理でしょうか？	<p>透過型電子顕微鏡法では、加速電圧、デフォーカス量等により、像の変調関数としてのコントラスト伝達関数 (CTF) が想定出来ます。そこで、この CTF の補正 (位相補正を中心に、強度補正は SN 比を想定した Wiener フィルタ) を行い、その後、指定した条件での CTF による変調を行うことで実施しました。加えて、3 次元像の再構成までおこなった場合には、その 3 次元像の構築の際に上記の補正を加え、その後投影画像を作成する際に、指定した条件の画像を作製できるものとなりました。</p>	陣内 浩司
資料 5-2 「研究成果 8—③」	AI 技術を活用した粒子抽出技術については、既に市販されているものもあります。今回の開発品との比較をなさったことはありますでしょうか？	<p>ディープラーニングによるものとの比較はありませんが、標準的な画像処理ソフト (ImageJ など) や Matlab (ImageToolBox) の関数での比較は行っています。いずれも、今回対象とした画像中で界面が擦れて、途切れているような状況に対しては全く無力であり、そのような状況に対応するべく今回の開発に至りました。</p> <p>特にゴム材料における従来の解析では、市販のソフトウェアを使用した後、分析対象としている物質のみについて検出するように、手作業で修正を行っておりました。今回の開発品のメリットは、市販品+手作業と同等の作業を自動で行うことができる点です。また、市販品+手作業において、間違った検出を行ったと思われる部分についても開発品は自動で修正をかけていることが確認されました。</p>	陣内 浩司
資料 5-2 「研究成果」	タイヤ用ゴムの材料の構造には階層性があります。今回、	<p>ご指摘のようにまだ十分ではないと認識しています。今回は時間的制約から充填剤の凝集構造を対象にしまし</p>	陣内 浩司

<p>8—③」</p>	<p>ディープラーニング手法では、そのうちの一つの階層構造（充填剤の凝集構造）のみを対象として材料特性との相関を取られているようです。これで十分でしょうか？あるいは、まだ改善の余地があると考えておられるのでしょうか？</p> <p>タイヤ用ゴム材料のような階層性のある材料への本技術の適用について、本技術の将来像をお聞かせ下さい。</p>	<p>たが、それ以外の階層構造も性能に寄与していると考えています。</p> <p>様々な階層の特徴量を統合解析することでより高い精度の解析が可能になると考えており、現在継続して検討を行っているところです。</p>	
-------------	---	--	--

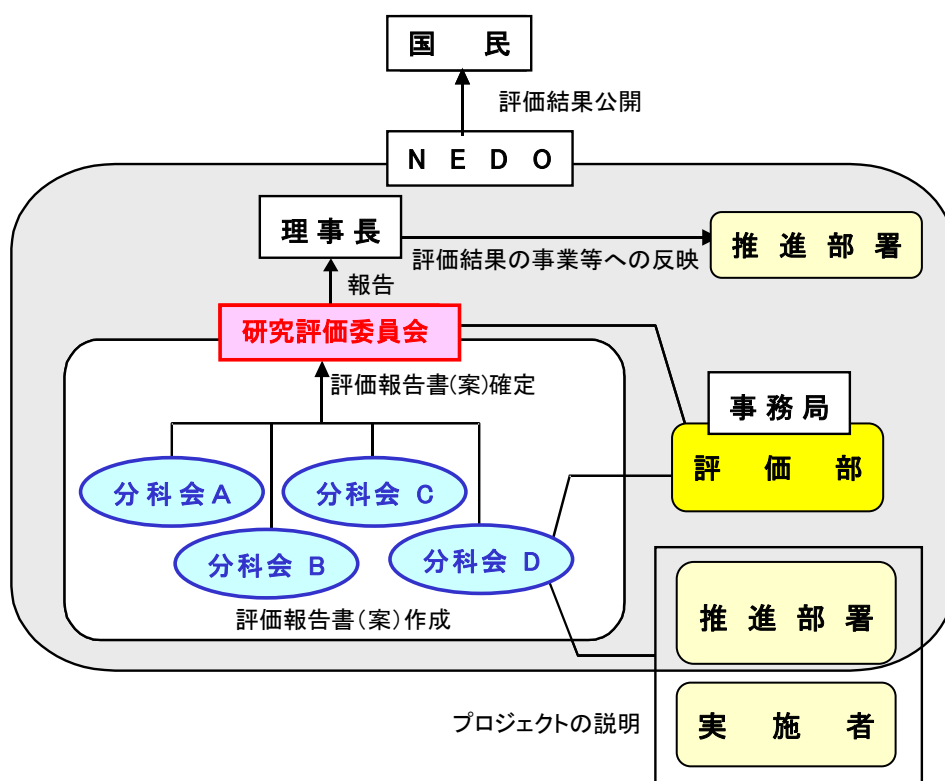
## 参考資料 2 評価の実施方法



本評価は、「技術評価実施規程」（平成 15 年 10 月制定）に基づいて実施する。

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)における研究評価では、以下のように被評価プロジェクトごとに分科会を設置し、同分科会にて研究評価を行い、評価報告書（案）を策定の上、研究評価委員会において確定している。

- 「NEDO 技術委員・技術委員会等規程」に基づき研究評価委員会を設置
- 研究評価委員会はその下に分科会を設置



## 1. 評価の目的

評価の目的は「技術評価実施規程」において

- 業務の高度化等の自己改革を促進する
  - 社会に対する説明責任を履行するとともに、経済・社会ニーズを取り込む
  - 評価結果を資源配分に反映させ、資源の重点化及び業務の効率化を促進する
- としている。

本評価においては、この趣旨を踏まえ、本事業の意義、研究開発目標・計画の妥当性、計画を比較した達成度、成果の意義、成果の実用化の可能性等について検討・評価した。

## 2. 評価者

技術評価実施規程に基づき、事業の目的や態様に即した外部の専門家、有識者からなる委員会方式により評価を行う。分科会委員は、以下のような観点から選定する。

- 科学技術全般に知見のある専門家、有識者
- 当該研究開発の分野の知見を有する専門家
- 研究開発マネジメントの専門家、経済学、環境問題、国際標準、その他社会的ニーズ関連の専門家、有識者
- 産業界の専門家、有識者

また、評価に対する中立性確保の観点から事業の推進側関係者を選任対象から除外し、また、事前評価の妥当性を判断するとの側面にかんがみ、事前評価に関与していない者を主体とする。

これらに基づき、委員を分科会委員名簿の通り選任した。

なお、本分科会の事務局については、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構評価部が担当した。

## 3. 評価対象

「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」を評価対象とした。

なお、分科会においては、当該事業の推進部署から提出された事業原簿、プロジェクトの内容、成果に関する資料をもって評価した。

#### 4. 評価方法

分科会においては、当該事業の推進部署及び実施者からのヒアリング及び実施者側等との議論を行った。それを踏まえた分科会委員による評価コメント作成、評点法による評価により評価作業を進めた。

なお、評価の透明性確保の観点から、知的財産保護の上で支障が生じると認められる場合等を除き、原則として分科会は公開とし、実施者と意見を交換する形で審議を行うこととした。

#### 5. 評価項目・評価基準

分科会においては、次に掲げる「評価項目・評価基準」で評価を行った。これは、NEDOが定める「標準的評価項目・評価基準」をもとに、当該事業の特性を踏まえ、評価事務局がカスタマイズしたものである。

評価対象プロジェクトについて、主に事業の目的、計画、運営、達成度、成果の意義、実用化に向けての取組や見通し等を評価した。

# 「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」 に係る評価項目・評価基準

## 1. 事業の位置付け・必要性について

### (1) 事業目的の妥当性

- ・内外の技術動向、国際競争力の状況、エネルギー需給動向、市場動向、政策動向、国際貢献可能性等の観点から、事業の目的は妥当か。
- ・上位の施策・制度の目標達成のために寄与しているか。

### (2) NEDO の事業としての妥当性

- ・民間活動のみでは改善できないものであること又は公共性が高いことにより、NEDO の関与が必要とされる事業か。
- ・当該事業を実施することによりもたらされると期待される効果は、投じた研究開発費との比較において十分であるか。

## 2. 研究開発マネジメントについて

### (1) 研究開発目標の妥当性

- ・内外の技術動向、市場動向等を踏まえて、戦略的な目標を設定しているか。
- ・達成度を判定できる明確な目標を設定しているか。

### (2) 研究開発計画の妥当性

- ・目標達成のために妥当なスケジュール及び研究開発費（研究開発項目の配分を含む）となっているか。
- ・目標達成に必要な要素技術の開発は網羅されているか。
- ・計画における要素技術間の関係、順序は適切か。
- ・継続または長期の「プロジェクト」の場合、技術蓄積を、実用化の観点から絞り込んで活用を図っているか。

### (3) 研究開発の実施体制の妥当性

- ・技術力及び事業化能力を有する実施者を選定しているか。
- ・指揮命令系統及び責任体制は明確であり、かつ機能しているか。
- ・成果の実用化の戦略に基づき、実用化の担い手又はユーザーが関与する体制を構築しているか。
- ・目標達成及び効率的実施のために実施者間の連携が必要な場合、実施者間の連携関係は明確であり、かつ機能しているか。
- ・大学または公的研究機関が企業の開発を支援する体制となっている場合、その体制は企業の取組に貢献しているか。

### (4) 研究開発の進捗管理の妥当性

- ・技術の取捨選択や技術の融合、必要な実施体制の見直し等を柔軟に図っているか。
- ・研究開発の進捗状況を常に把握し、遅れが生じた場合に適切に対応しているか。
- ・社会・経済の情勢変化、政策・技術の動向等を常に把握し、それらの影響を検討し、

必要に応じて適切に対応しているか。

(5) 知的財産等に関する戦略の妥当性

- ・ 知的財産に関する戦略は、明確かつ妥当か。
- ・ 知的財産や研究開発データに関する取扱についてのルールを整備し、かつ適切に運用しているか。

**3. 研究開発成果について**

(1) 研究開発目標の達成度及び研究開発成果の意義

- ・ 成果は、中間目標を達成しているか。
- ・ 中間目標未達成の場合、達成できなかった原因を明らかにして、解決の方針を明確にしているか。
- ・ 成果は、競合技術と比較して優位性があるか。
- ・ 世界初、世界最高水準、新たな技術領域の開拓、汎用性等の顕著な成果がある場合、積極的に評価する。
- ・ 設定された目標以外の技術成果がある場合、積極的に評価する。

(2) 成果の最終目標の達成可能性

- ・ 最終目標を達成できる見通しはあるか。
- ・ 最終目標に向けて、課題とその解決の道筋は明確かつ妥当か。

(3) 成果の普及

- ・ 論文等の対外的な発表を、実用化の戦略に沿って適切に行っているか。成果の活用・実用化の担い手・ユーザーに向けて、成果を普及させる取組を実用化の戦略に沿って適切に行っているか。
- ・ 一般に向けて、情報を発信しているか。

(4) 知的財産権等の確保に向けた取組

- ・ 知的財産権の出願・審査請求・登録等を、実用化の戦略に沿って国内外で適切に行っているか。

**4. 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて**

**本事業における成果の実用化の考え方（定義）**

本事業における実用化とは、当該研究開発に係る成果が、素材・部材を中心にした幅広い産業分野の計測分析装置に適用されることと定義する。

(1) 成果の実用化に向けた戦略

- ・ 成果の実用化の戦略は、明確かつ妥当か。

(2) 成果の実用化に向けた具体的取組

- ・ 実用化に向けて、課題及びマイルストーンの検討は進んでいるか。



(3) 成果の実用化の見通し

- ・ 想定する製品・サービス等に基づき、市場・技術動向等の把握は進んでいるか。
- ・ 顕著な波及効果（技術的・経済的・社会的効果、人材育成等）を期待できる場合、積極的に評価する。

## 「プロジェクト」の事後評価に係る標準的評価項目・基準

※「プロジェクト」の特徴に応じて、評価基準を見直すことができる。

「実用化・事業化」の定義を「プロジェクト」毎に定める。以下に例示する。

### 「実用化・事業化」の考え方

当該研究開発に係る試作品、サービス等の社会的利用(顧客への提供等)が開始されることあり、さらに、当該研究開発に係る商品、製品、サービス等の販売や利用により、企業活動(売り上げ等)に貢献することをいう。

なお、「プロジェクト」が基礎的・基盤的研究開発に該当する場合は、以下のとおりとする。

- ・「実用化・事業化」を「実用化」に変更する。
- ・「4. 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて」は該当するものを選択する。
- ・「実用化」の定義を「プロジェクト」毎に定める。以下に例示する。

### 「実用化」の考え方

当該研究開発に係る試作品、サービス等の社会的利用(顧客への提供等)が開始されることをいう。

## 1. 事業の位置付け・必要性について

### (1) 事業の目的の妥当性

- ・内外の技術動向、国際競争力の状況、エネルギー需給動向、市場動向、政策動向、国際貢献可能性等の観点から、事業の目的は妥当か。
- ・上位の施策・制度の目標達成のために寄与しているか。

### (2) NEDO の事業としての妥当性

- ・民間活動のみでは改善できないものであること又は公共性が高いことにより、NEDO の関与が必要とされた事業か。
- ・当該事業を実施することによりもたらされると期待される効果は、投じた研究開発費との比較において十分であるか。

## 2. 研究開発マネジメントについて

### (1) 研究開発目標の妥当性

- ・内外の技術動向、市場動向等を踏まえて、適切な目標であったか。

### (2) 研究開発計画の妥当性

- ・開発スケジュール(実績)及び研究開発費(研究開発項目の配分を含む)は妥当であったか。
- ・目標達成に必要な要素技術の開発は網羅されていたか。

### (3) 研究開発の実施体制の妥当性

- ・実施者は技術力及び事業化能力を発揮したか。

- ・指揮命令系統及び責任体制は、有効に機能したか。
- ・目標達成及び効率的実施のために実施者間の連携が必要な場合、実施者間の連携は有効に機能したか。【該当しない場合、この条項を削除】
- ・目標達成及び効率的実施のために実施者間の競争が必要な場合、競争の仕組みは有効に機能したか。【該当しない場合、この条項を削除】
- ・大学または公的研究機関が企業の開発を支援する体制となっている場合、その体制は企業の取組に貢献したか。【該当しない場合、この条項を削除】

#### (4) 研究開発の進捗管理の妥当性

- ・研究開発の進捗状況を常に把握し、遅れが生じた場合に適切に対応したか。
- ・社会・経済の情勢変化、政策・技術の動向等を常に把握し、それらの影響を検討し、必要に応じて適切に対応したか。

#### (5) 知的財産等に関する戦略の妥当性

- ・知的財産に関する戦略は、明確かつ妥当か。
- ・知的財産に関する取扱(実施者間の情報管理、秘密保持及び出願・活用ルールを含む)を整備し、かつ適切に運用したか。
- ・国際標準化に関する事項を計画している場合、その戦略及び計画は妥当か。【該当しない場合、この条項を削除】

### 3. 研究開発成果について

#### (1) 研究開発目標の達成度及び研究開発成果の意義

- ・成果は、最終目標を達成したか。
- ・最終目標未達成の場合、達成できなかった原因を明らかにして、最終目標達成までの課題及び課題解決の方針を明確にしている等、研究開発成果として肯定的に評価できるか。
- ・投入された研究開発費に見合った成果を得たか。
- ・成果は、競合技術と比較して優位性があるか。
- ・世界初、世界最高水準、新たな技術領域の開拓、汎用性等の顕著な成果がある場合、積極的に評価する。
- ・設定された目標以外の技術成果がある場合、積極的に評価する。
- ・成果が将来における市場の大幅な拡大又は市場の創造につながると期待できる場合、積極的に評価する。

#### (2) 成果の普及

- ・論文等の対外的な発表を、実用化・事業化の戦略に沿って適切に行ったか。
- ・成果の活用・実用化の担い手・ユーザーに向けて、成果を普及させる取組を実用化・事業化の戦略に沿って適切に行ったか。
- ・一般に向けて、情報を発信したか。

#### (3) 知的財産権等の確保に向けた取組

- ・知的財産権の出願・審査請求・登録等を、実用化・事業化の戦略に沿って国内外に適切に行ったか。
- ・国際標準化に関する事項を計画している場合、国際標準化に向けた見通しはあるか。【該当しない場合、

この条項を削除】

4. 成果の実用化・事業化に向けた取組及び見通しについて【基礎的・基盤的研究開発の場合を除く】

(1) 成果の実用化・事業化に向けた戦略

- ・成果の実用化・事業化の戦略は、明確かつ妥当か。
- ・想定する市場の規模・成長性等から、経済効果等を期待できるか。

(2) 成果の実用化・事業化に向けた具体的取組

- ・実用化・事業化に取り組む者が明確か。
- ・実用化・事業化の計画及びマイルストーンは明確か。

(3) 成果の実用化・事業化の見通し

- ・産業技術として適用可能性は明確か。
- ・実用化・事業化に向けての課題とその解決方針は明確か。
- ・想定する製品・サービス等は、市場ニーズ・ユーザーニーズに合致しているか。
- ・競合する製品・サービス等と比較して性能面・コスト面等で優位を確保する見通しはあるか。
- ・量産化技術を確立する見通しはあるか。
- ・顕著な波及効果(技術的・経済的・社会的効果、人材育成等)を期待できる場合、積極的に評価する。

4. 成果の実用化に向けた取組及び見通しについて【基礎的・基盤的研究開発の場合】

(1) 成果の実用化に向けた戦略

- ・成果の実用化の戦略は、明確かつ妥当か。

(2) 成果の実用化に向けた具体的取組

- ・実用化に向けて、引き続き、誰がどのように研究開発に取り組むのか明確にしているか。
- ・想定する製品・サービス等に基づき、課題及びマイルストーンを明確にしているか。

(3) 成果の実用化の見通し

- ・想定する製品・サービス等に基づき、市場・技術動向等を把握しているか。
- ・顕著な波及効果(技術的・経済的・社会的効果、人材育成等)を期待できる場合、積極的に評価する。

【基礎的・基盤的研究開発の場合のうち、知的基盤・標準整備等を目標としている場合】

(1) 成果の実用化に向けた戦略

- ・整備した知的基盤・標準の維持管理・活用推進等の計画は、明確かつ妥当か。

(2) 成果の実用化に向けた具体的取組

- ・知的基盤・標準を供給・維持するための体制を整備しているか、又は、整備の見通しはあるか。
- ・実用化に向けて、引き続き研究開発が必要な場合、誰がどのように取り組むのか明確にしているか。

【該当しない場合、この条項を削除】

(3) 成果の実用化の見通し

- ・整備した知的基盤について、利用されているか。
- ・顕著な波及効果(技術的・経済的・社会的効果、人材育成等)を期待できる場合、積極的に評価する。

本研究評価委員会報告は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）評価部が委員会の事務局として編集しています。

NEDO 評価部

部長 森嶋 誠治

担当 緒方 敦

\* 研究評価委員会に関する情報は NEDO のホームページに掲載しています。

([https://www.nedo.go.jp/introducing/iinkai/kenkyuu\\_index.html](https://www.nedo.go.jp/introducing/iinkai/kenkyuu_index.html))

〒212-8554 神奈川県川崎市幸区大宮町1310番地

ミューザ川崎セントラルタワー20F

TEL 044-520-5160 FAX 044-520-5162