

研究報告 2026 目次

【機械・材料技術部】	2
【電子技術部】	7
【情報・生産技術部】	18
【化学技術部】	27
【川崎技術支援部】	37
【抄録】	45

研究報告 2026 目次【機械・材料技術部】

【ノート】

- ◆加熱を伴わないバルクセラミックスの焼結・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 3
高橋 拓実（機械・材料技術部 材料物性グループ）
- ◆同系色の色素色と構造色を組み合わせた色材の開発・・・・・・・・・・・・・・ 5
小野 洋介（機械・材料技術部 ナノ材料グループ）

加熱を伴わないバルクセラミックスの焼結

高橋拓実（機械・材料技術部材料物性グループ）

1. はじめに

バルクセラミックスの焼結は、1000 °C を超える高温焼成プロセスに依存して発展してきた。しかし、高温条件下では機能発現に必要な構造状態（微細構造や界面、結晶相、組成など）の保持が困難になる場合が多く、次世代機能材料創製の制約条件となっている。

焼結は、粒子接触部に形成される化学ポテンシャル差 ($\Delta\mu$) を駆動力とする物質移動現象である。したがって、低温あるいは非熱的条件下での焼結を実現するためには、熱に依存せず $\Delta\mu$ を形成・維持し、物質移動を駆動する原理を理解することが必要である。

これまで、粒子と溶媒の混合物を数百 °C の加温と数百 MPa の一軸加圧によって促進し、低温で緻密な複合構造を形成する焼結技術（Cold Sintering）などが提案されているが、非熱的条件下での高緻密化は達成されていない^{1,2}。加温の必要性は、加圧力不足に起因すると考えられる。また、特性を低下させる欠陥（気孔やき裂など）の形成を回避し、均一に緻密化を進行させるためには、等方的な加圧と、物質拡散を駆動する十分な圧力を内部に伝達する粒子集合構造制御が有効である。さらに、本来必要な機能を発現する粒子の消費を低減し、反応生成物の形成を必要最低限に留めるためには、粒子集合構造に基づく溶媒量の最適化と固液界面状態の制御が必要である。

本研究では、MgO をモデル材料とし、水を導入した成形体に対して、加温を伴わない 1 GPa の冷間静水圧加圧（CIP）を適用して緻密なバルク体を作製した。本研究の目的は、高緻密化の支配因子を明らかにするため、原料粉末の混合条件、成形体の相対密度、および CIP 圧力が緻密化挙動に及ぼす影響を系統的に解明することである。

2. 実験方法および結果

図 1 は、本実験で行った非熱的緻密化プロセスの概要である。まず、凝集体を解砕・除去した原料粉末を任意の方法で成形する（以降、この段階の試料を「UP 体」と表記する）。次に、成形体中の粒子集合構造の均質性と充填性の向上を目的とした CIP を行う（以降、この段階の試料を「P-CIP 体」と表記する）。ここまでの成形工程である。続く緻密化工程では、成形体に溶媒を導入してから再度、CIP を行う。静水圧下では粒子の再配列と溶媒への圧力溶解が生じ、粒子間の空隙に反応生成物が生じて緻密化する（以降、この段階の試料を「RS-CIP 体」と表記する）。溶媒の導入方法は様々な工夫が考えられるが、本研究では P-CIP 体の毛細管力を利用して水を含浸させる簡便な方法を採用した。

図 2 は、原料として用いた二種類の MgO 粉末の粒子形

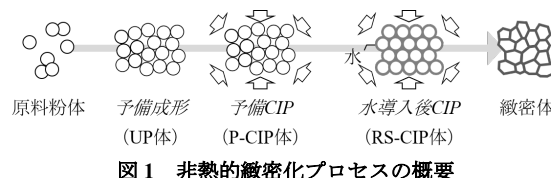


図 1 非熱的緻密化プロセスの概要

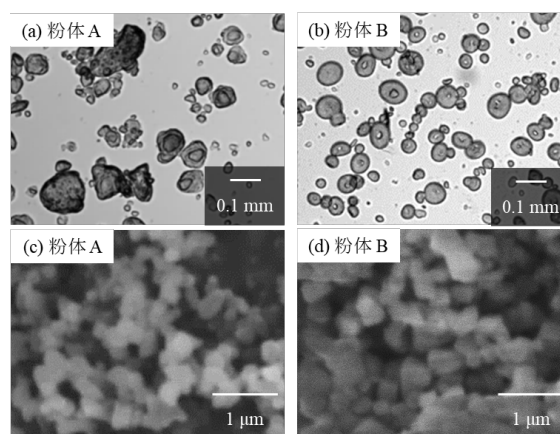


図 2 (a)(b)浸液透光法, (c)(d)走査型電子顕微鏡で観察した MgO 原料粉末の粒子形態

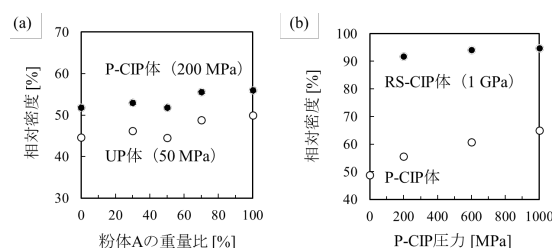


図 3 (a)粉体 A の重量比と UP 体・P-CIP 体の相対密度, (b)P-CIP 圧力と RS-CIP 体の相対密度の関係

態である。屈折率が MgO に近い液体を含浸し、背面から光を照射して透過観察する浸液透光法により、粉体 A は数 μm ～数百 μm 級の不定形の凝集体、粉体 B は数十 μm 級の球形顆粒で構成されることがわかった。さらに走査型電子顕微鏡（SEM）では、粉体 A と B の一次粒子径が同等（それぞれ 0.57, 0.54 μm ）であることがわかった。これらの粉末を遊星混合し、UP 体、P-CIP 体、RS-CIP 体を作製した。

図 3(a)は、粉体 A の重量比と UP 体・P-CIP 体の相対密度の関係である。UP 体と P-CIP 体の相対密度は、粉体 A の混合比が 70%以上の時に最も高くなった。粉体 A を 100%とした場合も同等の相対密度であったが、RS-CIP 後に割れが生じたため、粉体 A の最適な重量比は 70%とした。図 3(b)は、粉体 A を 70%として作製した P-CIP の圧

力と P-CIP 体・RS-CIP 体の相対密度との関係である。P-CIP 体の相対密度は P-CIP の圧力が高いほど高くなり、1000 MPa (1 GPa) では 65%まで向上した。各 P-CIP 体に水を添加し、1 GPa, 60 min 保持の条件で CIP を行った RS-CIP 体の相対密度は、P-CIP 体が高密度であるほど高くなり、最高で 95%に達した。ここで、RS-CIP 体の相対密度は、添加した水が 100%反応して $Mg(OH)_2$ が生成と仮定した場合の計算密度を理論密度として算出した。

図 4 は、(a) RS-CIP 体と、(b) P-CIP 後に水を添加せず 1 GPa で 60 min 保持の条件で作製した再 CIP 体の破面構造である。RS-CIP 体の破面で観察される MgO 粒子にはファセットが現れており、緻密な微構造を形成していることが明らかとなった。また、粒子径は、図 2 の原料粉体から大きく変化していなかった。一方、水添加なしの再 CIP 体の破面は RS-CIP 体と大きく異なり、原料粉体と同じ形態の MgO 粒子の充填構造が観察され、MgO 粒子間の接合は認められなかった。これは、1 GPa の加圧により MgO 粒子が塑性変形しなかったことを示しており、既報と一致する³。また、P-CIP 体に水を添加し、加圧せずに 60 min 放置した後の破面の観察でも、図 4(b)と同じ結果であった。

図 5 は、RS-CIP 体の XRD パターンである。P-CIP 体までは MgO に由来するピークのみであったが、RS-CIP 後は $Mg(OH)_2$ に起因するピークが現れた。一方、水を添加せずに 1000 MPa で 60 min 保持して加圧した再 CIP 体、水を添加して加圧せずに 60 min 放置した CIP 体は、いずれも $Mg(OH)_2$ に起因するピークは現れなかった。以上の結果から、水の添加と加圧の両方を行うことが MgO の水和反応を促進することが明らかとなった。

図 6(a)は約 0.4 mm まで薄片化し、背面から白色光を照射して撮影した RS-CIP 体の外観である。全体的に透光性はあるものの、数百 μm 級の不均質領域が形成している様子が観察された。図 6(b)は、近赤外線顕微鏡で透過観察した RS-CIP 体の内部構造である。透過観察では、気孔やき裂は光散乱源となるため、これらが存在する領域では透過光強度が低下する。一方、輝度の高い領域は相対的に緻密であることを示している。したがって、観察される輝度コントラストは構造不均質を反映している。図 6(b)では、数百 μm 級の輝度の高い領域が観察された。これは、粉体 A で観察された凝集体の大きさに相当することから、凝集体が密な構造であったことを示唆された(図 2(a))。すなわち、非熱的緻密化では粒子集合構造を強く反映した複合構造が形成されることが明らかとなった。

図 7 は、RS-CIP 体の TEM-EDX 分析結果である。数百 nm の MgO 粒子(高輝度領域)の間には、針状または板状の粒子(低輝度領域)が形成されていた。MgO の水和反応で生じる $Mg(OH)_2$ 粒子の形態は細長い形状であることが報告されている⁴。さらに酸素マッピング像では MgO 粒子間に酸素がより多く分布している様子が観察された。本結果より、静水圧場下で MgO の水和反応が促進され、MgO 粒子間に $Mg(OH)_2$ 粒子が針状または板状の粒子として生成し、MgO 粒子の空隙を充填して緻密な微構造を形成することが明らかとなった。

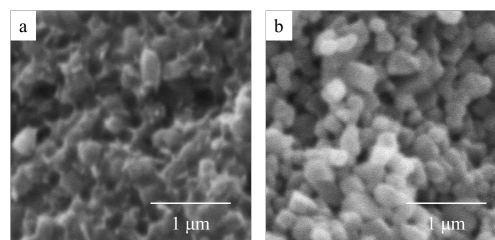


図 4 (a)RS-CIP 体と(b)水添加なし再 CIP 体の破面構造

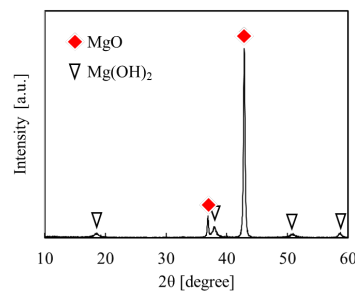


図 5 RS-CIP 体の XRD パターン

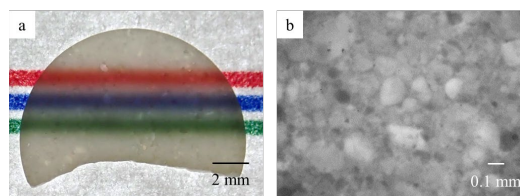


図 6 RS-CIP 体の(a)外観と(b)内部構造

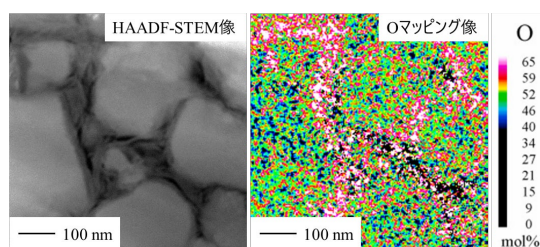


図 7 RS-CIP 体の HAADF-STEM 像と O マッピング像

3. 考察および今後の展開

本研究により、加熱を伴わない条件下でも固液界面反応が顕著に進行し、粒子間および空隙に反応生成物が形成され、緻密な複合構造を形成できることが明らかとなった。これらの結果は、粒子集合構造・固液界面状態・溶媒環境の連成により、 $\Delta\mu$ 場が形成され、非熱的物質移動が誘起されることを示唆している。

今後は、構造(粒子集合構造と固液界面状態)が局所 $\Delta\mu$ の空間分布の形成にどのように関与しているのかを明らかにしていく。

【参考文献】

1. J. Guo, et al., *Angew. Chem. Int. Ed.*, 55, 11457-11461 (2016)
2. A. Galotta, et al., *J. Eur. Ceram. Soc.*, 41, 1-17 (2021)
3. H. Kamiya, et al., *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, 19, 220-229 (1992)
4. J. J. Thomas, et al., *J. Am. Ceram. Soc.*, 97, 275 - 282 (2014)

同系色の色素色と構造色を組み合わせた色材の開発

小野 洋介（機械・材料技術部ナノ材料グループ）

1. はじめに

光は波の性質を持つ。個人差はあるが、波長がおおよそ 400 nm から 800 nm の範囲にある光を私たちは見ることができ、光の波長の違いを色として見分けている。それぞれの色が持つ印象は異なり、色はデザインの基本要素の一つと言える。

身の回りにある物の多くは、顔料や染料で着色されている。色素による色であるため、色素色とも呼ばれている。色素が可視光の一部を吸収し、その他の光を反射すると、私たちの目には反射された光の色（有彩色）が見える。全ての可視光を反射すると白に、全ての可視光を吸収すると黒に見える。色素色を混ぜるほど吸収する色の光が増え、灰色や黒色に近づく。つまり、色素色は「色の三原色」の法則に則ると表現できる。色材の中でも耐候性や耐熱性、耐久性が求められる用途には、無機物質の顔料が用いられている。これらの色は、重金属化合物による光吸収を原理としており、コバルトブルーやカドミウムイエローなどと呼ばれるように、いわゆるレアメタルが使われている顔料が多い。

一方、可視光を吸収しない物質も、その構造が特定の条件を満たすと有彩色を生じる。構造による色であるため、構造色と呼ばれる。図 1 の模式図に示すように、ある波長の可視光を構造が強め合うように反射すると、その波長に応じた色を生じる。身近な事例では、無色の石鹸水の薄膜構造がシャボン玉の干渉色を生じる現象がイメージしやすい。構造色を混ぜるほど反射する光が増えるため、白色に近づく。この観点では色素色と対照的であり、構造色は「光の三原色」に則ると言える。構造色は構造で発色する原理上、化学組成の縛りが無い。

KISTEC では、酸化ケイ素粒子による構造色技術を開発してきた（図 2）¹⁾。酸化ケイ素は、クラーク数において資源豊富な上位 2 元素である酸素とケイ素の化合物である。宝石のオパール²⁾の構造色を人工的に模倣した物質であり、人工オパールなどと呼ばれている。人工オパールの塊は人工宝石として販売されているが、KISTEC では人工オパールの粒子を塗って使う研究を進めている。構造色の原理を利用して、見る角度によって色が変わる特徴を持つ国宝「曜変天目茶碗」のレプリカ³⁾や、水を注ぐと下地の花模様が見える花器³⁾を制作してきた。これまでは人工オパール単体を対象に研究してきたが、今回、普遍的な絵具（色素色）と人工オパール（構造色）を組み合わせることで、濡れると色が変わる色材や、下地の色に影響されずにほぼ一定の色を呈する色材が得られた。前者の色材は既に他で発表⁴⁾したため、ここでは後者の色材を紹介する。

2. 実験結果及び考察

人工オパール粒子分散液は、既報¹⁾と同様に、オルトケイ酸テトラエチルをエタノール水溶液と混ぜ、アンモニア水を添加して作製した。試薬の混合比を変えると図 2 における粒子の大きさが変わり、粒子の配列構造が強く反射する光の波長が変わる。つまり、試薬の混合比で構造色の色味を制御できる。詳細は前述の既報を参照いただきたい。

人工オパール粒子分散液を筆で黒い紙に塗ると、構造色を明瞭に視認できたが、白い紙では色がほとんど見えなかった。一例として、緑色の構造色を持つ人工オパール粒子分散液の実験結果を、分光光度計（（株）島津製作所、SolidSpec-3700i）で測定した全光線反射スペクトルと併せて図 3 に示す。真ん中の図が外観写真であり、左側が黒い紙に塗った場合の反射スペクトル、右側が白い紙に塗った場合の反射スペクトルである。黒い紙に人工オパールのみを塗った場合（図中の青色のスペクトル）は、緑色に相当する 500 nm 付近にピークが確認できるのに対し、白い紙に塗った場合では下地に用いた白い紙にスペクトルの形状が似ており 500 nm 付近にピークは確認できなかった。図 1 に示したように構造色は光反射を発色原理とするため、光を吸収し反射率の低い黒い紙に塗った方が、白い紙に塗った場合に比べて紙と塗布面の反射率のコントラストが大きくなり、色を視認しやすくなると考えられる。一方、色素色である緑色の市販絵具（（株）サクラクレパス、ACW12）の場合（図中の橙色のスペクトル）は、黒い紙では色が見づらく、白い紙に塗ると色を視認しやすい結果となり、人工オパールの実験結果と対照的であった。

粒子レベルで人工オパール粒子に黒のベース色を付与すれば白い紙上でも構造色が視認できると考え、分散液に黒色の市販絵具（（株）サクラクレパス、KGW6A）を混ぜた。しかし、これを白い紙に塗ると、特に塗布部の縁に絵具の黒色が顕在してしまい、本研究の目的とする「一定の色」とかけ離れていた。そこで、黒色の絵具に加えて、

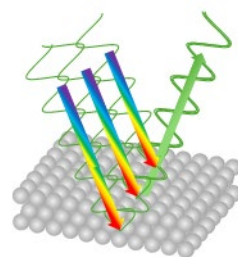


図 1 粒子充填構造による構造色の原理

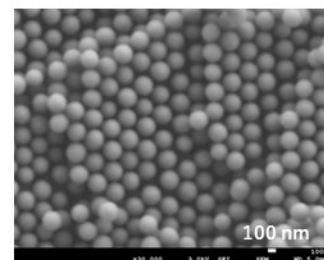


図 2 人工オパール塗布面の電子顕微鏡観察像



図3 黒い紙と白い紙に緑系の粒子分散液を塗布した外観と分光光度計で測定した反射スペクトル

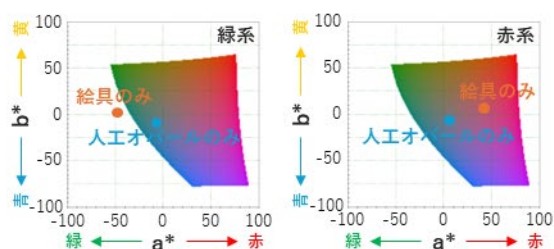


図4 実験に使用した人工オパールと市販絵具の a*b* 色座標



図5 黒い紙と白い紙に赤系の粒子分散液を塗布した外観



図6 開発品を黒い紙に重ね塗りした外観

人工オパール粒子分散液の構造色と同系色の絵具を添加した。また、明度の調整を主な目的として、白色の絵具も添加した。一例として、緑色の構造色を持つ人工オパール粒子分散液に、黒色、白色、緑色の絵具を添加して緑色の構造色と色素色を持つ分散液を作製した。この分散液（開発品）は、図3に示すように、黒い紙に塗っても白い紙に塗っても緑色を明らかに視認でき、その色はほぼ同じに見えた。

図3の開発品に用いた人工オパール粒子分散液と市販絵具について、分光光度計で測定した色座標 ($L^*=50$) を図4aに示す。色座標では、横軸の $+a^*$ が赤方向、 $-a^*$ が緑方向、縦軸の $+b^*$ が黄方向、 $-b^*$ が青方向を表し、数値が大きいほど彩度が高いことを表す。つまり、この色座標において、色味（色相）は原点からプロット点を結んだ直線の角度で表せる。人工オパール粒子分散液の緑色の色相角度は 229.2° であり、市販絵具の緑色の色相角度は 176.7° であった。同様に、赤系の人工オパール粒子分散液と市販絵具を用いた実験結果を図4bと図5に示す。これらの実験結果から、人工オパールと絵具の色相角度の差が 60° 以内であれば、黒い紙に塗っても白い紙に塗っても目視でほぼ同一に見える色を出せると判断した。また、緑系の開発品を黒い紙に重ね塗りした外観写真を図6に示す。蛍光灯の光を正反射する条件下においては緑色がキラキラ輝いて見えた。つまり、本研究の開発品は、色素色には無い、構造色特有の色の特徴を発現したことが分かった。

3. おわりに

「色の三原色」に則る色素色と「光の三原色」に則る構造色を組み合わせることで、下地の色に影響されることなく、視認しやすいほぼ一定の色を呈する色材が得られた。色素色のみを利用した同様の製品が知られているが、本研究の開発品は構造色特有のキラキラ輝く色を出せる点で異なる。また、構造だけでなく化学組成もオパールを模倣しているため、「人工宝石の色」と謳える点にもメリットがある。一例として、“どんな色の紙にも使える”ボールペンや絵具への利用を想定している。色材メーカーだけでなく、自社製品の加飾に使っていただくケースも含め、技術移転先となる企業を募集している。

【参考文献】

1. Y. Ono, *Journal of Asian Ceramic Societies*, 8, 578-585 (2020)
2. 小野洋介, 日本デザイン学会第70回研究発表大会 デザイン学研究, 70, 520-521 (2023)
3. 小野洋介, 日本デザイン学会第71回研究発表大会 デザイン学研究, 71, 522-523 (2024)
4. 小野洋介, 日本デザイン学会第73回研究発表大会 デザイン学研究, 73, in press

研究報告 2026 目次 【電子技術部】

【ノート】

- ◆チップレットアプリケーションに向けた有機インターポーザ内配線の電気的特性評価・・・8
根本俊介（電子技術部電子デバイスグループ）
林瑛瑛、馮ウェイ、野村健一（(国研)産業技術総合研究所）
青柳昌宏（熊本大学）
- ◆パワーデバイスの超音波映像観察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・10
田口勇，八坂慎一（電子技術部 電子デバイスグループ）
- ◆電子線照射によるPDMSの親水化に関する検討・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・12
安井 学，黒内正仁，塩尻大士，金子智（電子技術部 電子材料グループ）
- ◆パワー半導体薄膜の低温・低毒性微細加工技術の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・14
塩尻大士，三橋雅彦，安井学，黒内正仁，金子智（電子技術部 電子材料グループ）
- ◆水を用いた周波数可変型電波吸収体の検討・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・16
村瀬正恭，土屋明久（電子技術部 電磁環境グループ）

チップレットアプリケーションに向けた 有機インターポーザ内配線の電気的特性評価

根本俊介（電子技術部電子デバイスグループ）

林瑛瑛，馮ウェイ，野村健一（（国研）産業技術総合研究所）

青柳昌宏（熊本大学）

1. はじめに

生成 AI アプリケーションの急増に伴い、高性能計算を支える強力な GPU やコア、および高帯域幅メモリ

(HBM) 技術の需要が高まっている。HBM モジュールの実装手法として、ロジックチップと CPU/GPU コアを高密度配線で接続する EMIB (Embedded Multi-die Interconnect Bridge) などのアプローチが採用されている。ここではシリコンインターポーザが一般的であるが、さらなる低コスト化に向けて有機インターポーザへの関心が高まっている。

しかし、低誘電率 (low-k) ポリマーは表面が平滑であるため、アンカー効果が弱く、金属との密着性が極めて低い。従来の表面粗化や化学的修飾などのプロセス的アプローチは、高周波損失の増加や工程の複雑化といった欠点を持つ。そこで本研究では、図 1 に示す有機インターポーザのブリッジ構造部において、材料開発や複雑な表面処理を必要としない設計アプローチとしてメッシュグラウンドを導入した。この手法は、密着性を向上させるだけでなく、金属密度の低減を通じて反り (warpage) の抑制にも寄与する [1]。

本報告では、メッシュグラウンド構造の電気的特性に焦点を当て、メッシュの充填率を変化させることでキャパシタンスを調整可能であること、ならびにその結果としてインピーダンス制御が可能となる点など、特徴的な電気的機能性について評価した結果を報告する。

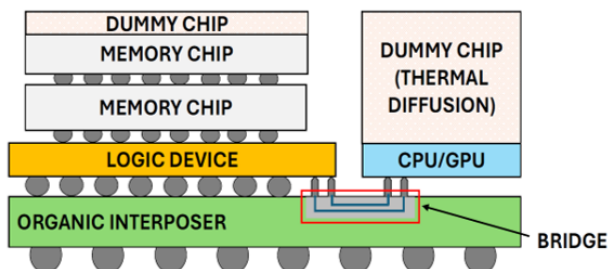


図 1 有機インターポーザに組み込まれる
メモリと CPU 間を繋ぐブリッジ構造部

メッシュグラウンドを適用するブリッジ構造部は、シリコン基板(厚さ 380 μm 、導電率 2 S/m)上に low-k 誘電体層を積層した構造である。パターンの角における応力集中を最小限に抑えて信頼性を最優先するため[2]、メッシュの形状には円形ユニットセルを採用した[3-4]。製造上の制約を考慮し、ピッチは 25 μm 、メッシュ穴間の最小間隔は 4 μm とした。

多層インターポーザ内におけるメッシュグラウンドの影響を評価するため、厚さ 1 μm の誘電体層上に、線幅 6 μm の単純な 50 Ω ストリップ線路 (銅厚 0.5 μm 、線路長 1 mm) を構築し、0.1-10.1 GHz の範囲でシミュレーションを行った。誘電体材料には、ポリミド 20 GHz で誘電率 2.8、誘電正接 0.0067 を使用した。最低のクロストーク条件を模倣するため、信号線はメッシュ穴の直上に配置した。

図 2 は、ソリッドグラウンドと比較して、充填率の異なるメッシュグラウンド上のストリップ線路のインピーダンス特性を示している。金属充填率が低下するメッシュグラウンドを用いると、インピーダンス値が上昇することが確認された。これは、信号線とグラウンド間のキャパシタンスの減少に加え、リターンパスが長くなることによるインダクタンスの増加に起因し、その結果として特性インピーダンスが上昇したためと考えられる。

挿入損失としては、メッシュ充填率 74% の条件では、ソリッドグラウンド (充填率 100%) とほぼ同等の損失となった。一方で、充填率 50% のメッシュグラウンドでは特性インピーダンスが 50 Ω に近づき整合が取れたため、10 GHz において 0.35 dB という低い挿入損失が得られた。

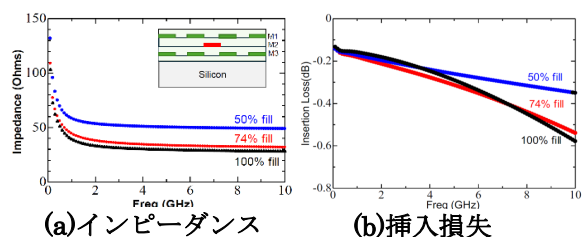


図 2 ブリッジ構造部の電気的特性

2. 解析条件及び結果

2.1. 電気的設計およびシミュレーション

2.2. UC1e 規格に基づくシグナルインテグリティ解析

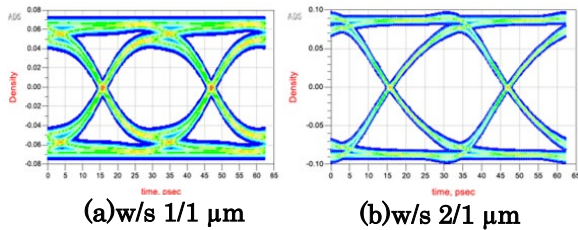
複数のダイを接続する実用的な検証として、1つのUC1e モジュール (x64 バージョン, 計 156 本の信号線, チャンネル長 2 mm) を想定し[5], 4層のマイクロストリップ線路構造[6-7]を設計した。層間の誘電体厚は 1 μm である。評価は, 表 1 に基づいて UC1e 規格に準拠し, 最も影響の大きい配線に対してクロストークを含めて行った。

表 2 VTF 損失とクロストークの仕様

Data rate (Gbps)	4,6,8,12,16	24,32
VTF loss (dB)	$L(f_0) > -3$	$L(f_0) > -5$
VTF crosstalk (dB)	$XT(f_0) < 1.5L(f_0) - 21.5$ and $XT(f_0) < -23$	$XT(f_0) < 1.5L(f_0) - 19$ and $XT(f_0) < -24$

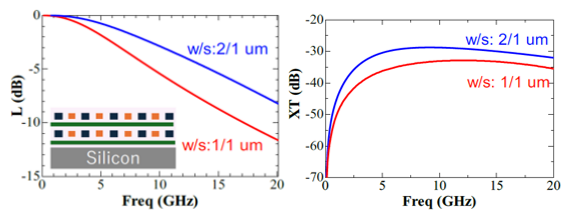
2.2.1 ソリッドグラウンドの場合

VTF のクロストークとアイパターンについては, 配線幅/スペース(w/s)が 1/1 μm と 2/1 μm 共に表 1 の 32 Gbps の仕様を満たしているが(図 3(a)(b)(d)), w/s が 1/1 μm の場合, VTF 損失が規格 $L(f_0) > -5$ dB を満たすのは 9.4 GHz 以下にとどまり, レーンあたり 18 Gbps のデータレートしか, 達成できなかった。これに対し, 配線幅を 2 μm にし, w/s = 2/1 μm に拡張したところ, VTF 損失が大幅に改善され, 14.3 GHz 約 29 Gbps まで規格を満たすことが可能となった(図 3(c))。



(a)w/s 1/1 μm (b)w/s 2/1 μm

G-S インターコネクットのアイダイアグラム



(c)VTF 損失 (d)G-S インターコネクットの VTF クロストーク

図 3 マイクロストリップ線路構造 (ソリッドプレーン)

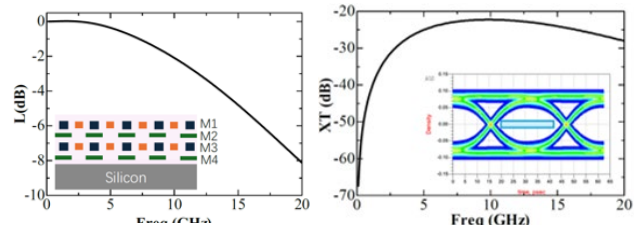
2.2.2 メッシュグラウンドプレーンの場合 (充填率 76%)

VTF 損失の改善としてメッシュグラウンドを導入した場合, VTF 損失はソリッドグラウンドよりもわずかに改善し, 最大 31 Gbps のデータレートまで規格をクリアした。

これは, シミュレーションにおいて 20 個のチャンネルが 2つのメッシュグラウンド (M2 層と M4 層) に分散配置されたことに起因すると考えられる。M2 層と M4 層のメ

ッシュグラウンドは互いに接続されて並列回路を形成するため, リターンパス全体の抵抗値がソリッドグラウンド伝送時よりも低下し, 結果として伝送損失が抑制された。一方で, メッシュ穴を介した上下層間での電磁結合 (カップリング) により, VTF クロストーク特性は大幅に悪化した。規格を満たせる周波数は 6 GHz データレート換算で 12 Gbps 以下に制限された。

このメッシュグラウンド起因のクロストークを改善するためには, 配線層間の誘電体厚を増して結合を弱めるか, メッシュの金属充填率を高めるか, あるいは配線層数を増やすリスクを受け入れて配線ピッチ (間隔) を広げる必要がある。



(a)VTF 損失 (b)VTF クロストーク

図 4 マイクロストリップ線路構造 (メッシュグラウンド)

3. 考察及び今後の展開

本研究では, 有機インターポーザにおける配線の電気特性に対するメッシュグラウンドの影響を評価した。先行研究により, メッシュ設計が構造的な密着性を向上させることが示されている。単純な伝送線路構造 (ストリップ線路) においては, 金属充填率を変化させることで特性インピーダンスの調整が可能であることを確認した。さらに, 高密度配線への適用についても検討し, UC1e 規格に対する信号品質を評価した。

その結果, 最大 32 Gbps の UC1e 仕様を完全に満たすためには, 誘電体厚や配線ピッチの調整といったさらなる構造最適化が不可欠であることが明らかとなった。

【謝辞】

この研究は次世代電子実装システム技術研究会 (NEP STECH) の研究開発プロジェクトによって実施した。

【参考文献】

1. W. Feng, Y. Y. Lim, S. Nemoto., *JJAP*, vol.65, no.5, 05SP23, 2026.
2. S.H. Wong et al., *IEEE Trans. UFFC*, vol. 55, no. 9, pp. 2053-3065, 2008.
3. Y.Y. Lim, S. Nemoto, *Proc. IEEE EPTC*, pp. 364-370, 2024.
4. Y.Y. Lim, S. Nemoto, *Proc. IEEE EDAPS*, 2025.
5. *Universal Chiplet Interconnect Express (UC1e) Specification-Revision 1.1*, Ver 1.0, July 10, 2023.
6. M.D. Rotaru, *Proc. EPTC*, pp. 392-396, 2024.
7. S-F Yang et al., *Proc. ECTC*, pp. 1098-1103, 2024.

【外部発表】 口頭発表 1 件, 招待講演 1 件

パワーデバイスの超音波映像観察

田口勇，八坂慎一（電子技術部電子デバイスグループ）

1. はじめに

近年，SiC パワーMOSFET などの高耐圧・高耐熱パワーデバイスが市販され普及してきており，さらなる高品質化が期待されている。

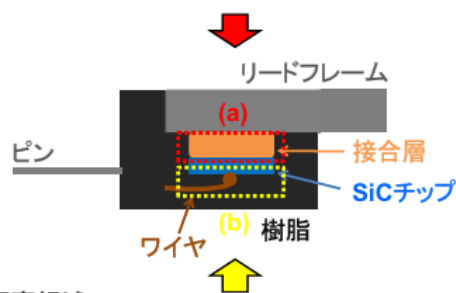
電子部品の内部欠陥には，ボイド，剥離・クラックがあるが，外観では判別しにくく信頼性低下や突然の故障原因となるため，その発生状況や進行状況を把握することで品質向上と長期安定動作の確保が可能となる。そのため非破壊検査による内部欠陥の把握は重要である。

現在，内部欠陥の発生状況を把握するために様々な非破壊検査が行われており，X線などを使用せず安価・安全であるとともにボイド，剥離・クラックの全ての欠陥を検出できる可能性がある手法として超音波映像観察が行われ，普及してきている¹⁾。また，パワーデバイスの耐久性を評価する方法として，断続的に通電することにより熱ストレスを加えるパワーサイクル試験が行われている²⁾。

本報告では，市販の SiC パワーMOSFET について，パワーサイクル試験を行った際に発生した内部欠陥の様子を超音波映像観察によって取得した結果について紹介する。

2. サンプルと実験方法

まず，市販の SiC パワーMOSFET(3 ピンの TO-220 パッケージ)の未使用品を用意した。



観察領域(a)

50MHzトランスデューサーを使用し，リードフレーム側から超音波を入射した。
走査ピッチ12 μ m，走査速度76.2mm/sec

観察領域(b)

15MHzトランスデューサーを使用し，樹脂側から超音波を入射した。
走査ピッチ40 μ m，走査速度152.4mm/sec

※装置名：超音波映像装置

※メーカー・型式：Sonoscan社・C-SAM D9600

※測定方式：水浸型，パルス反射方式

図1 超音波映像観察条件

図1に示す条件で超音波映像観察を行ったところ，図2のような超音波画像が得られた。

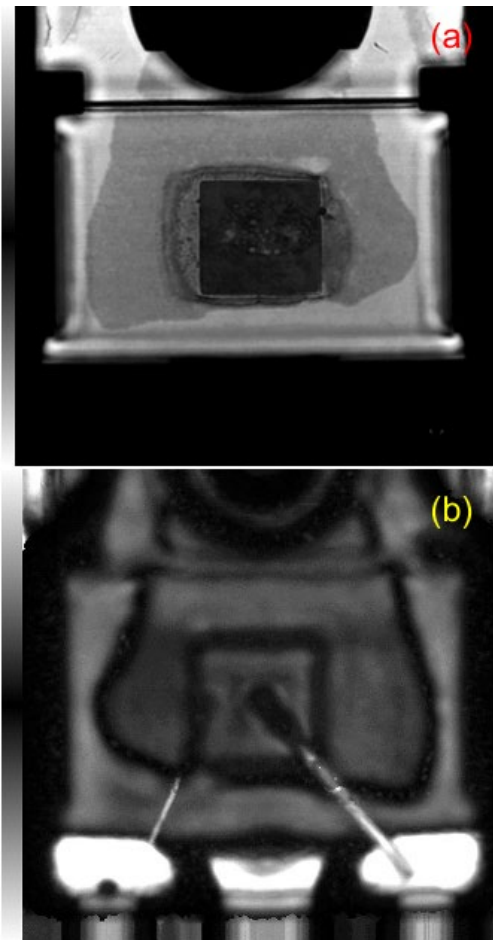


図2 超音波画像(未使用品)

次に，1サイクルのON/OFF時間を2sec/18secとして断続的に通電することによるショートタイムパワーサイクル試験を行い，SiCチップ部周辺に熱ストレスを加えたところ，約2,500サイクルでドレイン・ソース間電圧が異常値となり故障した。なお，当該デバイスの最大使用可能温度は200℃であるが，このパワーサイクル試験による加熱時は最大接合部温度が250℃となるように電流値制御を行った。

3. 評価結果

パワーサイクル試験を行って故障したサンプルについて

て超音波映像観察を行ったところ、図3のような超音波画像が得られた、なお、このときの超音波映像観察条件は図1に記載したものである。

まず、図3(b)より、ワイヤが破断していないことが確認できた。また、ワイヤとチップの接続部にポイド状の欠陥が発生しており、導通不良などが発生した可能性が高いことがわかった。

次に、図3(a)より、接合層の中央部と端部の領域の広範囲に欠陥が発生しており、放熱性能が低下した可能性などが高いことがわかった。

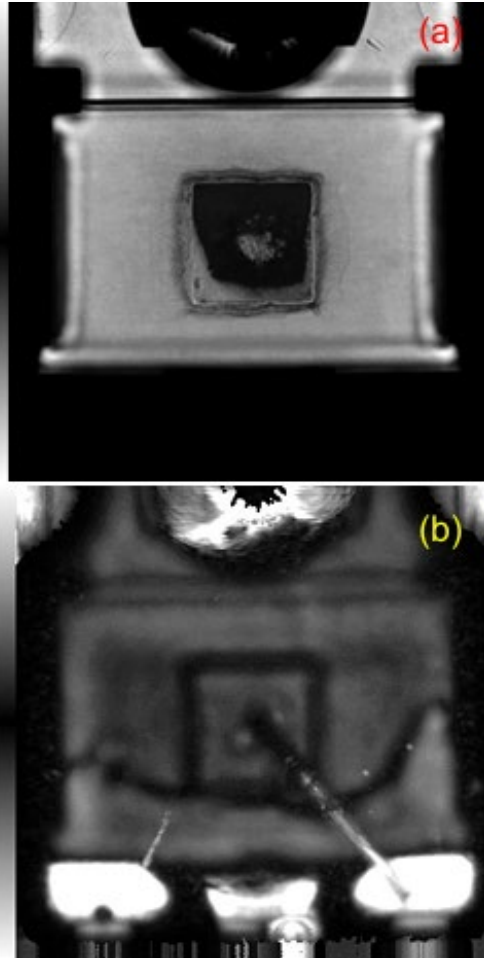


図3 超音波画像(試験後)

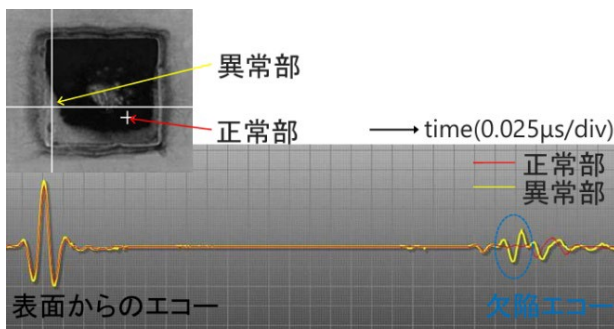


図4 超音波反射波形

図3(a)の接合層の中央部と端部の領域に広範囲に見られた欠陥の様子を把握するため、この欠陥からの超音波反射波形を調べてみたところ、図4に示すようになっていた。図4より、音響インピーダンスが高いサンプル表面からのエコーは、プラス側がピークの位相になっていることが確認できた。また、異常部では正常部には見られなかった欠陥エコーが出現しており、この欠陥エコーはマイナス側がピークの位相になっていることがわかった。したがって、図3(a)の接合層の中央部と端部の領域に広範囲に見られた欠陥は、剥離・クラックなどのように音響インピーダンスの低いものであることが推測できる。

4. 考察と今後の課題

これらの結果から、ワイヤ、SiCチップ、接合層の熱膨張係数がそれぞれ異なるため、パワーサイクル試験によって熱ストレスが加えられたことにより各部材の接合界面で熱応力が発生し、剥離や疲労破壊に至ったことが推測できる。そのため、さらに信頼性を向上させるためには、このSiCチップと接合層の熱膨張係数の違いにより生じる熱応力の発生を抑えることができる低熱膨張係数の接合材料の開発などが重要であると考えられる。

また、図3(a)の超音波画像に見られたとおり、接合層の欠陥は一樣ではなく、ワイヤとピン側の領域に偏って発生していたが、これはパワーサイクル試験の際に熱分布が生じ、リードフレーム側よりもピン側の方の発熱が大きく部材に対するダメージが大きかったことなどが考えられる。ただし、この接合層の欠陥に関する詳細については不明な点が多いので調査が必要である。

今後は、X線CT撮影とその画像解析を駆使することにより、ポイド、剥離・クラックの様子を超音波映像観察よりも詳細に把握できるか否かについて検討する。

また、接合層における剥離などの実際の欠陥の状況を確認するため、サンプルの切断・断面観察などの破壊試験を実施する予定である。さらに、熱解析・シミュレーションなどを援用することによって、より正確で信頼性の高い欠陥の検出方法についても検討を行う。

【参考文献】

1. 非破壊検査とは？,産総研マガジン,
https://www.aist.go.jp/aist_j/magazine/20250625.html,
(参照 2026-05-25)
2. JEITA ED-4701/600,半導体デバイスの環境及び耐久性試験方法(個別半導体特有の試験),一般社団法人電子情報技術産業協会,(2013)

電子線照射による PDMS の親水化に関する検討

安井学, 黒内正仁, 塩尻大士, 金子智 (電子技術部電子材料グループ)

1. はじめに

ポリジメチルシロキサン (Polydimethylsiloxane : PDMS) は無毒で生体適合性が高く, ガス透過性に優れる. 加えて, ガラスと違って安価で割れにくいことから, コンタクトレンズの重要な素材となっている¹⁾. また, これらの優れた特性からマイクロ流体システムの材料としても広く利用されている. 特に, PDMS 製マイクロ流体チップの原点とされている Whitesides らの研究²⁾では, PDMS を用いたソフトリソグラフィ技術の確立やプラズマ処理による接合および表面親水化の方法が開発された. この技術を応用したバイオセンサーの研究や PDMS の特性を活かした空気圧駆動スイッチなどが多数報告されている.

しかしながら, 酸素プラズマで酸化させた PDMS は, 内部で生成された低分子量化合物によって再び疎水性に戻ってしまうことが問題となっている^{3,4)}. 親水性の寿命の短さを解決するため, 酸素プラズマ処理後にポリビニルアルコール (Polyvinyl alcohol : PVA) を化学結合させて 30 日間親水性を維持した事例⁵⁾や, 親水性素材であるポリエチレンオキドを PDMS 内部に直接混ぜ込んで長期間親水性を保つ手法などが報告されている⁶⁾. しかし, 添加剤の比率が高くなるにつれて, ガラスなどの基板から PDMS が剥がれやすくなるという問題がある.

一方, 著者らのこれまでの研究において, PDMS と同様にシロキサン骨格を持つ「ポリシルセスキオキサン (Polysilsesquioxane : PSQ)」は電子線照射によって架橋することを確認している⁷⁾. そこで本研究では, 「電子線照射によって PDMS 表面を SiO₂ の化学構造に近い層に改質し, 親水性を確保する」という新しいアプローチの優位性を示すことを目的とした⁸⁾.

2. 実験

ダウ・コーニング社製の 2 液型 PDMS エラストマー「Sylgard 184」を使用し, 主剤と硬化剤を 10:1 の重量比で混合後, 75°C で 1 時間硬化させて 20mm 角のサンプルに切り出した. 次に酸化を防ぐため 300ppm 以下の酸素濃度に抑えた窒素雰囲気下で, チタン窓越しに均一に電子線を照射した. 照射条件は, 加速電圧 : 50kV, 電流 : 1.46mA で, 照射線量は 8, 16 MGy の 2 水準で実験を行った (使用機器は岩崎電気製 EC90/10/50L). また, 親水性の評価として, 協和界面科学製の接触角計 (DM-300) により, 水滴量 1 μ L の液滴法にて 1 サンプルにつき 5 点の接触角を測定した.

3. 結果と考察

電子線照射後の PDMS 表面を FT-IR (フーリエ変換赤外分光光度計) で測定した. 図 1 に示す FT-IR の測定結果 (600~1350cm⁻¹) では, 照射線量が増加するにつれて, メチル基とかご型のシロキサンが分解され, ネットワーク状のシロキサンが形成された. 特に 16MGy の照射ではかご型シロキサンが完全に分解され, PDMS 表面が SiO₂ の化学構造に近い層に変化していることが確認された. ただし, 疎水性の原因であるメチル基の除去は不完全である.

図 2 に示す FT-IR の測定結果 (3000~3800cm⁻¹) では, 照射量 16MGy のサンプルにて水酸基の存在を確認した. これは, SiO₂ の化学構造に近い層が大気中の水分と反応して水酸基を作り出したためと考えられ, 作り出された水酸基によって, PDMS 表面が親水性を示すと考えられる.

表 1 に照射量と経過日数による接触角の変化を示す. 日数経過とともに接触角はわずかに増加する傾向を示したが, 100 日経過後も 90°未満を保ち, 親水性が維持された. 特に 16MGy を照射したサンプルは経過日数に関わらず常に 90°未満を維持していた. 親水性を維持した理由として, 以下の 2 点が考えられる. 1 点目は, 前述の水酸基が親水性を保っていることである. 2 点目は, 高線量の電子線照射によって表面が安定したシロキサン結合で覆われ, 疎水性の原因となる内部の低分子量成分の揮発を抑え込んだことである. なお, 50 日目よりも 100 日目の方で全体的に接触角が下がる傾向が見られたが, これは表面に残っていた低分子量成分が完全に抜けきったためと考えられる.

4. まとめ

電子線照射により PDMS 表面のメチル基が除去され, SiO₂ の化学構造に近い層の形成とこの改質面が大気中の水分と反応して水酸基を形成することが確認された. 接触角の測定結果からも, この化学変化が親水性の向上に寄与したことが示唆されている. なお, 改質層が内部からの低分子量成分の揮発を防ぐ保護層として働くため, 100 日が経過しても PDMS 表面は物理的・化学的に安定しており, 親水性を維持できたと考えられる. また, 別の実験では, 20MGy 照射直後に取り出した際の表面温度は 32.8°C であったため, この化学構造の変化は熱による変化ではないと考えられる. 今後の研究では, 電子線照射された PDMS 表面層のヤング率や透明度といった物理的特性を評価していく予定である.

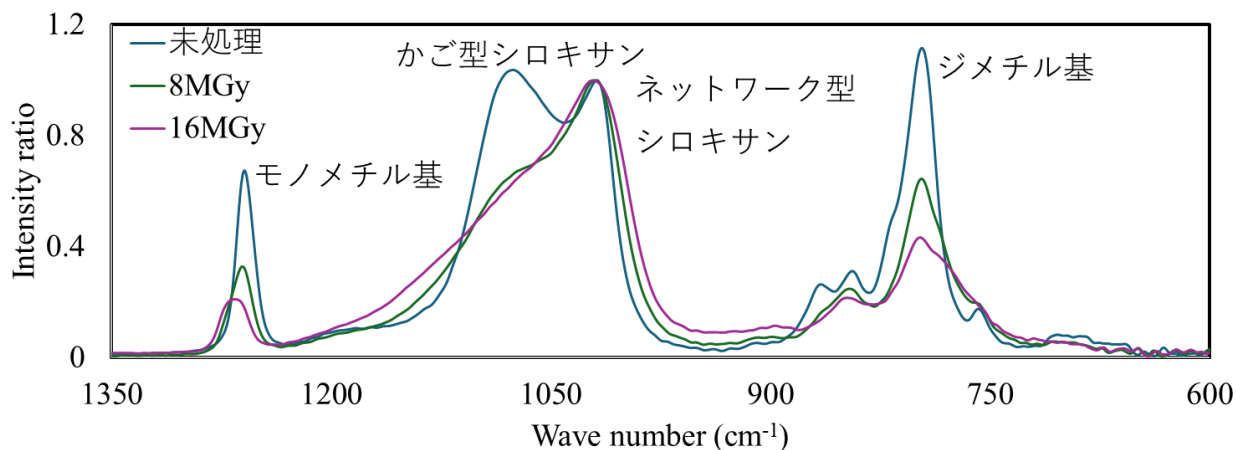


図1 FT-IRの測定結果 (600~1350cm⁻¹)

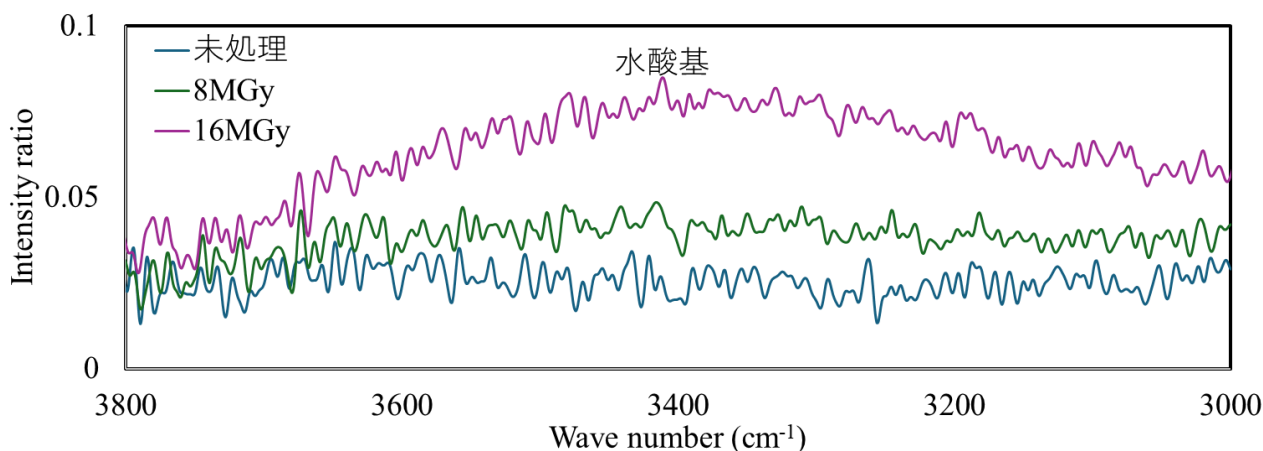


図2 FT-IRの測定結果 (3000~3850cm⁻¹)

表1 照射量と経過日数による接触角の変化

経過日数	未処理	8MGy	16MGy
1	97.1	76.6	80.7
10	105.3	85.4	84.4
50	100.1	88.2	86.5
100	96.6	85.9	88.1

【参考文献】

1. C. S. A. Musgrave, and F. Fang, *Materials*, 12, 261 (2019).
2. D. C. Duffy, J. C. McDonald, O. J. Schueller, & G. M. Whitesides, *Anal. Chem.*, 70(23), 4974-4984 (1998).
3. J. Kim, M. K. Chaudhury, and M. J. Owen, *J Colloid Interface Sci*, 226, 231 (2000).
4. H. Hillborg, M. Sandelin, U.W. Gedde, *Polymer*, 42, 7349 (2001).
5. L. B. Carneiro, J. Ferreira, M. J.L. Santos, J. P. Monteiro, E. M. Giroto, *Appl. Surf. Sci.*, 257, 10514 (2011). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.07.031>.
6. M. Yao, & J. Fang, *J. Micromech. Microeng.*, 22, 025012 (2012).
7. M. Yasui, Y. Nishi, M. Kurouchi, S. Kaneko and M. Mitsuhashi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 63 10SP04 (2024).
8. M. Yasui, Y. Nishi, S. Tanaka, D. Shiojiri, M. Kurouchi, S. Kaneko and T. Hyakutake, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 65 098003 (2026).

【外部発表】 論文発表 1 件

パワー半導体薄膜の低温・低毒性微細加工技術の開発

塩尻大士, 三橋雅彦, 安井学, 黒内正仁, 金子智 (電子技術部電子材料グループ)

1. はじめに

本研究は、次世代高耐压デバイスを担うウルトラワイドギャップ半導体に向け、腐食性ガスや高温プロセスを使用しない環境低負荷な新規表面微細加工技術の開発を目的としている。著者らは、これまでに酸化ガリウムについて深紫外レーザー照射による位置選択的な固相結晶化と低毒性溶液によるウェットエッチングを組み合わせた手法を開発しており^[1-3]、本研究では本技術を大面積処理が可能な微細加工技術への拡張を試みたので報告する。

2. 実験及び結果

高耐压デバイス応用に向けて、パワー半導体薄膜の組成の高純度化と大面積化は避けて通ることができない課題である。しかし、酸化ガリウム粉末や熔融結晶を原料とした成膜では、原料由来の不純物により原理上 99.9%を超える純度の薄膜を作製することは困難である。本研究では、まず、純度 7N (99.99999%) のガリウム金属原料と G1 グレード相当の高純度酸素ガスとの反応性成膜により、高純度な非晶質酸化ガリウム前駆体薄膜の作製を試みた。

成膜には大面積・高速成膜に適したイオンプレーティング法を採用した。薄膜堆積用の基板として、n-type Si(111)基板と 1000°Cの熱処理を行った α -Al₂O₃ (0001)基板を使用した。作製した薄膜の組成についてはX線光電子分光法(XPS)により調べ、原料であるガリウムと酸素を由来とするピークを除いて不純物に由来するピークは観察されなかった。続いて、成膜時の酸素ガスのプラズマ化出力に対する薄膜の酸素比率を図1(a)に示す。30 W以上の出力において薄膜中の酸素比率は 53%程度で飽和に達した。また、薄膜の表面形状を原子間力顕微鏡により調べた結果を図1(b)に示す。図1(b)から、作製した薄膜の平均二乗粗さは 1.13 nm であり、ナノメートルオーダーで平滑な高純度前駆体薄膜が得られた。

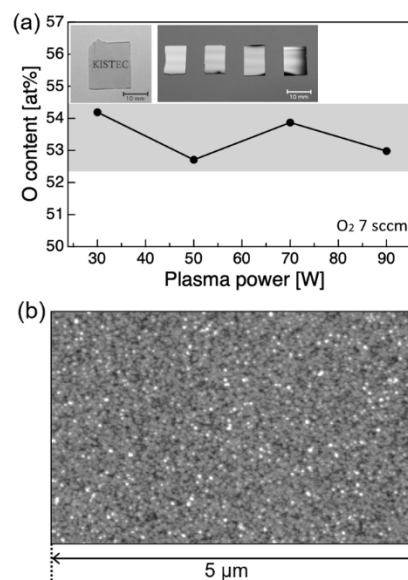


図1. (a) XPSによる非晶質酸化ガリウム前駆体薄膜の酸素組成解析結果. (b) 成膜直後の薄膜表面形状.

非晶質酸化ガリウム前駆体薄膜(膜厚 80 nm から 400 nm)へ深紫外ナノ秒パルスレーザー(λ : 248 nm, laser fluence: 50 mJ/cm² から 110 mJ/cm²)を照射した後、X線回折法により固相結晶化条件について調べた。その結果、プラズマ化出力は 30 W、成膜中の酸素流量は 7 sccm の条件で成膜した薄膜がレーザー照射条件や膜厚に対して、n-type Si(111)基板上、及び α -Al₂O₃ (0001)基板上で最もロバストに固相結晶成長したことが明らかとなった。

次に、大面積微細加工技術への拡張を試みた。膜厚~80 nm の非晶質酸化ガリウム前駆体薄膜上へ、アルミニウム薄膜を熱蒸着法で成膜した。成膜後、ポジ型フォトリソレジスト OFPR-800LB(東京応化社製)によりレジストパターンを図2(a)に示すように作製した。リン酸・氷酢酸・硝酸・超純水から調整したアルミニウムエッチャーによりアルミニウム薄膜をパターニングし、ST-120 剥離液(東京応化社製)により図2(b)の通りレジスト残渣を除去した。

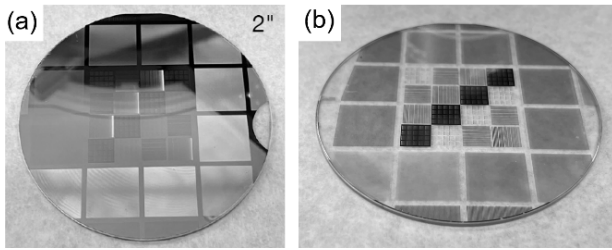


図2. リフトオフにより作製したアルミニウムパターン。

その後、作製したアルミニウムパターン上から深紫外パルスレーザーを照射し、位置選択的に非晶質酸化ガリウム前駆体薄膜を固相結晶成長させた。非結晶箇所とアルミニウムパターンは希薄リン酸溶液により同時除去した。

除去後に得られた結晶化酸化ガリウムパターンについて原子間力顕微鏡により表面形状の評価を行い、アルミニウムマスクパターンの形状と結晶化酸化ガリウムの微細構造を図3に示す通り比較した。その結果、 $6\ \mu\text{m}$ 程度のサイズまで酸化ガリウムの微細構造が作製された。また、図4の断面プロファイルに示す通りパターンの高さ(約 $80\ \text{nm}$)や側壁角度(θ)等の加工精度を確認した。その結果、 $\theta=40\text{--}50^\circ$ 程度となり、今後はアルミニウムパターンの膜厚やエッジの形状、酸化ガリウム前駆体薄膜へのレーザー照射角度精度等の複数のパラメータ調整により急峻化を試みる。

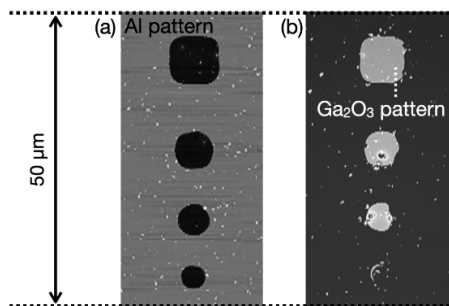


図3. Al マスクパターンと作製した Ga_2O_3 微細構造。

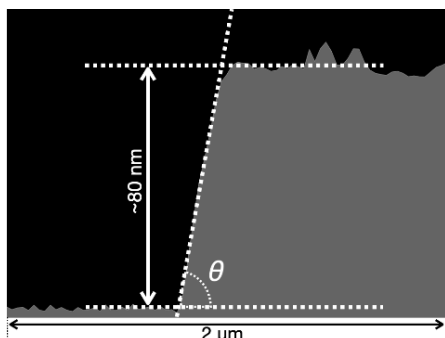


図4. 作製された Ga_2O_3 微細構造の側壁角度評価。

3. 今後の展開

本研究では、非晶質酸化ガリウム前駆体薄膜をサファイア基板上へ室温で堆積した後、レーザー反射用のアルミニウムパターンをリフトオフプロセスにより形成した。その後、波長 $248\ \text{nm}$ のパルスレーザーを照射して非晶質前駆体薄膜を位置選択的に結晶化させた後、低毒性溶液を用いたウエットエッチングプロセスで未照射部と金属マスクを常温近傍で同時除去し微細構造を作製した。

以上より、結晶化酸化ガリウムの低温・低毒性な大面積微細加工が可能となり、今後は、微細加工条件の最適化を進めるとともにデバイス構築プロセスへと展開す。

【特許申請】

特願 2025-146113, (地独) 神奈川県立産業技術総合研究所・株式会社ノベルクリスタルテクノロジー。

(パワー半導体基板メーカーとの優先権主張出願)

【参考文献】

1. D. Shiojiri, *et al.*, “Surface patterning of wide-gap semiconducting $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ thin films by area selective crystallization via room-temperature excimer laser annealing and low toxic wet-etching processes,” *Applied Physics Express* **18(1)** (2024) 015501.
2. 特願 2024-15286, 塩尻大士, 金子智, 「13 族元素の酸化物又は窒化物からなる結晶性薄膜の製造方法、及びその結晶性微細凹凸構造を表面に有する構造体」, 神奈川県立産業技術総合研究所。
3. 特願 2024-15296, 塩尻大士, 佐々木公平, 三橋雅彦, 金子智, 黒内正仁, 安井学, 「13 族元素の酸化物又は窒化物からなる結晶性薄膜の製造方法、及びその結晶性薄膜が積層された積層体」, 神奈川県立産業技術総合研究所・株式会社ノベルクリスタルテクノロジー。

水を用いた周波数可変型電波吸収体の検討

村瀬正恭，土屋明久（電子技術部電磁環境グループ）

1. はじめに

Beyond 5G や 6G といった次世代通信規格では，利用周波数のマルチバンド化が進み，電磁環境はより複雑なものへと変化している．電波干渉の抑制や通信品質の向上を実現するためには，不要な電波を取り除く電波吸収体が不可欠であるが，従来の電波吸収体は「固定型制御系」であり，一度設置するとその特性を後から変更することが困難である．近年，電波の吸収と反射を電氣的に制御する動的制御系の開発も進められている[1]，微細な回路構造を必要とする点が実用上の課題となっている．そのため，設置後においても特性を動的に制御できる新たな電磁環境制御手法の確立が求められている．

しかし，一般的な電波吸収体材料は吸収特性を決める比誘電率や比透磁率を変化させられず，従来の手法では厚さを変えることでしか吸収周波数を制御できないため，動的な特性制御を実現することは困難である．

そこで本研究では，比誘電率を動的に制御して吸収周波数を自在に変化させるための材料として「水」に着目した．水は極性分子であり，温度変化によって誘電特性を変化させることが知られている．このような水の温度による比誘電率の変化を活用し，吸収周波数を可変とする電波吸収体の特性を数値計算により評価したので報告する．

2. 数値計算手法

はじめに，一般的な電波吸収体として知られる「1層型電波吸収体」の設計手法について述べる．1層型電波吸収体は図1に示すように吸収体層と金属面が一体となった構造を持ち，簡易的な等価回路で表すことができる．

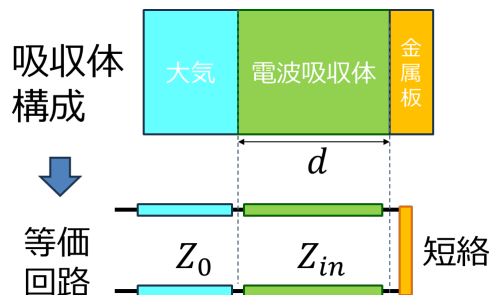


図1 1層型電波吸収体の構造と等価回路

自由空間（大気）のインピーダンスを

$$Z_0 = 377 \Omega \quad (1)$$

電波吸収体の入力インピーダンスを

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \tanh(j \frac{2\pi d}{\lambda} \sqrt{\epsilon \mu}) \quad (2)$$

としたとき， $Z_0 = Z_{in}$ となる条件において電波吸収体は最大の吸収性能を示す．これを無反射条件[2]といい，

$$1 = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \tanh(j \frac{2\pi d}{\lambda} \sqrt{\epsilon \mu}) \quad (3)$$

を満たすようになる（ ϵ ：複素比誘電率， μ ：複素比透磁率， j ：虚数， d ：吸収体厚さ， λ ：波長）．この式に吸収したい電磁波の波長を代入することで，電波吸収体として機能させるために必要な比誘電率・比透磁率・厚さが定まる．

次に水の比誘電率について述べる．水の比誘電率は温度に依存し，低温域では分子の熱運動が小さいため，外部電場に対して分子が整列しやすく，比誘電率は大きくなる．一方，高温域では熱運動が激しくなるため整列が妨げられ，比誘電率は小さくなる．実際に，水の比誘電率はデバイの式

$$\epsilon(\omega, T_{\text{water}}) = \epsilon_{\infty}(T_{\text{water}}) + \frac{\epsilon_0(T_{\text{water}}) - \epsilon_{\infty}(T_{\text{water}})}{1 - j\omega\tau(T_{\text{water}})} \quad (4)$$

で表され，図2に示す通り温度の上昇に伴って比誘電率が低下していく特性を持つ．

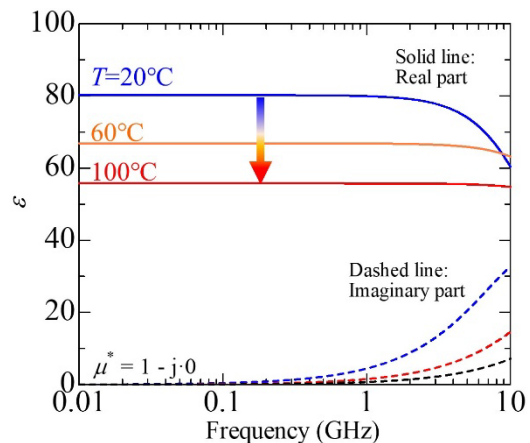


図2 温度変化に伴う水の比誘電率周波数依存性

この温度変化による水の比誘電率を制御し，

水を用いた1層型電波吸収体の吸収特性を計算する。電波吸収体の吸収特性 RL は次式で定義される。

$$RL = -20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (5)$$

これより、式(1), (2), (5)を用いて RL の数値計算を行った。

3. 数値計算結果

温度 $T = 18^\circ\text{C}$ における吸収体厚さ d ごとの周波数特性を算出した (図3)。

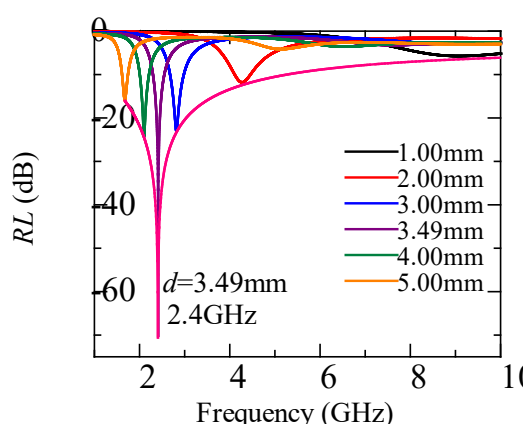


図3 $T = 18^\circ\text{C}$ における吸収特性周波数依存性

計算の結果、厚さを変化させることで RL は大きく変化し、特に $d = 3.49 \text{ mm}$ において、通信周波数として広く用いられる $F = 2.4 \text{ GHz}$ 付近で $RL = -70 \text{ dB}$ を示すことが確認された。一般的に $RL = -30 \text{ dB}$ 程度あれば電波吸収体として十分に機能するとされるため、水 ($T = 18^\circ\text{C}$, $d = 3.49 \text{ mm}$) は極めて優れた吸収性能を持つと言える。

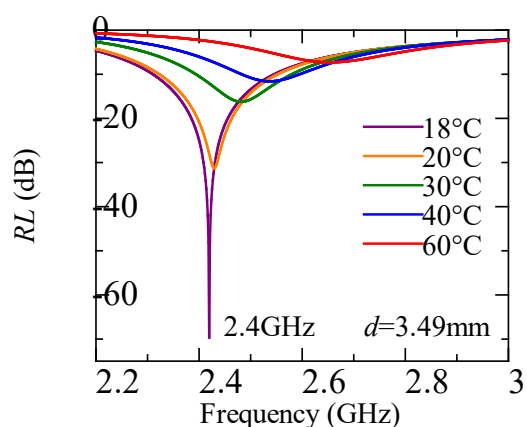


図4 $d = 3.49 \text{ mm}$ における $F = 2.4 \text{ GHz}$ 付近の温度変化に伴う吸収特性

さらに、 $d = 3.49 \text{ mm}$ で温度変化させたときの吸収特性周波数依存性を算出した結果を図4に示す。温度上昇とともに RL のピーク値が低下し、 RL のピーク位置が高周波数側へ遷移していく様子が確認された。この結果から、温度制御によって電波吸収体としての機能を「ON/OFF」させたり、吸収する周波数帯をシフトさせたりできることが判明した。

4. まとめ

本研究では、Beyond 5G/6G 時代の複雑な電磁環境に適応可能な手法として、水を用いた周波数可変型電波吸収体の提案を行い、数値計算による特性評価を実施した。得られた主な成果は以下の通りである。

- ・水による動的制御の可能性: 水の比誘電率が持つ温度依存性を利用することで、微細な回路構造を付加することなく、温度制御という比較的簡便な手法で吸収特性を動的に変更できることを確認した。
- ・高い吸収性能の確認: 数値計算において、特定の厚さと温度条件 ($d = 3.49 \text{ mm}$, $T = 18^\circ\text{C}$) において $RL = -70 \text{ dB}$ という極めて高い吸収特性が得られ、水が電波吸収体として非常に有望であることを示した。
- ・温度による機能制御: 温度変化に伴い吸収周波数のピークが遷移することを確認した。これにより、外部環境や通信状況に合わせて、吸収する周波数を柔軟にチューニングできる可能性が示唆された。

今後は、実際に水を使った電波吸収体による検証実験を行い、数値計算結果との比較を行うとともに、より広帯域な周波数制御に向けた構造の最適化を検討してまいります。

【参考文献】

- [1]北川真也 他, 電子情報通信学会論文誌 Vol.J97-C, 12, 542 (2014).
- [2]橋本 修, 電波吸収体入門, 森北出版, 第4章, 第2節, pp.29-31, Oct. 1997.
- [3]A. Andryieuski et al., *Scientific Reports.*, 5, 13535 (2015).

【外部発表】 口頭発表 1件

研究報告 2026 目次 【情報・生産技術部】

【ノート】

- ◆鍛造シミュレーションに基づく評価手法に関する研究・・・・・・・・・・19
 - 高橋 和仁（情報・生産技術部 設計試作グループ）
 - 前野 智美（横浜国立大学）
 - 大橋 健人（横浜国立大学）
- ◆3D デジタイザの測定試料や測定条件による測定結果への影響に関する調査・・・・・・・・21
 - 阿部 顕一（情報・生産技術部 システム技術グループ）
- ◆レーザ粉体肉盛溶接のインプロセスモニタリングによる品質評価（第2報）・・・・・・・・23
 - 奥田 誠（情報・生産技術部 システム技術グループ）
 - 福山 遼（情報・生産技術部 加工評価グループ）
- ◆中小企業での生成 AI の活用に向けた基礎的検討
 - マルチモーダル RAG の構築と評価 —・・・・・・・・・・25
 - 千家 雅之（情報・生産技術部 システム技術グループ）

鍛造シミュレーションに基づく評価手法に関する研究

高橋 和仁 (情報・生産技術部設計試作グループ)

前野 智美 (横浜国立大学)

大橋 健人 (横浜国立大学)

1. はじめに

近年、中小製造業では、多品種少量生産への対応や開発期間の短縮、試作回数の削減が求められており、設計開発の効率化が重要な課題となっている。一方で冷間鍛造は高精度かつ高生産性な加工法であるが、高荷重条件や複雑形状への対応が必要であり、金型設計や加工条件の決定には経験やノウハウへの依存が大きい。そのため、CAE を活用した鍛造シミュレーションが利用されているが、成形荷重、金型応力、型充填率、成形性などの解析結果を総合的かつ定量的に評価する手法は十分に確立されていない。

本研究では、中小企業への適用を見据え、鍛造 CAE 解析で得られる工程データを活用し、品質工学の考え方を導入した鍛造加工の評価手法の構築および検証を目的とした。具体的には、鍛造工程の解析結果を統計的に処理して加工工程を定量評価する評価システムを構築する。また、トライボシミュレータを用いて摩擦状態を把握し、実際に即した評価の実現を目指した。これにより、鍛造設計の高度化および効率化を図る。

2. 研究内容及び結果

2.1 鍛造シミュレーションの評価手法の構築

図 1 に示すように、本研究では CAE 解析で得られる鍛造加工データを活用し、加工の良否を定量的に評価する鍛造シミュレーション評価手法を構築した。まず①CAE 鍛造解析により、成形荷重、表面拡大率、金型応力、型充填率および成形形状データを取得した。次に②評価指標算出部において、各評価項目に対して統計処理を行うとともに、加工条件の変動に対する安定性およびロバスト性を考慮し、品質工学に基づく SN 比を用いて定量指標化した。さらに、トライボシミュレータを用いて摩擦係数や摩擦状態を評価し、その結果を摩擦特性として評価に組み込む。③総合評価部では、各評価項目の SN 比および摩擦特性を

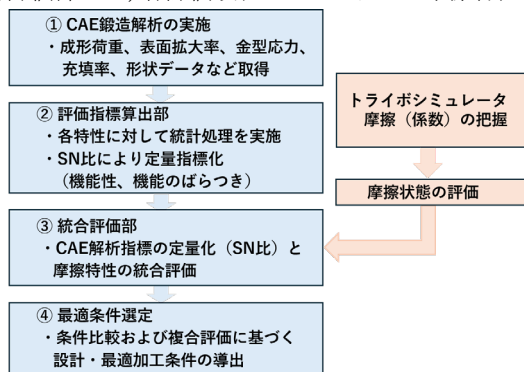


図 1 鍛造シミュレーションの評価フロー

総合的に評価し、④最適条件選定部では条件比較に基づき最適な設計条件および加工条件を選定できる評価システムの構築を行った。

前方押し出しのケースとして、図 2 に Case A および Case B の解析結果の比較評価を示す。荷重特性 (仕事量) の SN 比 η_F は Case A が Case B より約 4.0 dB 高く、荷重変動に対するロバスト性の向上が確認された。また、金型最大主応力の SN 比 η_{σ_1} は約 23.1 dB 高く、金型応力に対するロバスト性が大幅に向上する条件であることが確認された。一方、形状精度の SN 比 η_s は約 0.7 dB 低かったが、その差は小さい。Case A は形状精度をほぼ維持しながら、成形荷重および金型応力のロバスト性を向上できる条件であることが確認された。

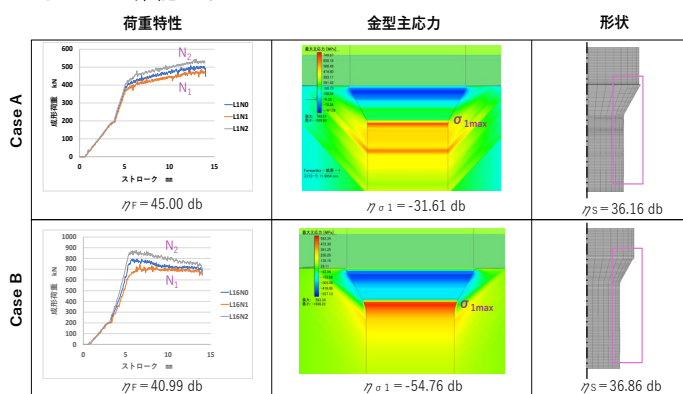


図 2 鍛造解析の評価解析結果

設計適正化に向けた検討として、図 3 に示す前方押し出しモデルに対し、仕事量を評価特性とした SN 比によるパラメータ設計を適用した。仕事量は成形荷重-変位線図の面積から算出される加工エネルギーであり、鍛造機能を表す指標として評価した。また、成形性については品質特性として捉え、寸法精度を望目特性の SN 比により評価した。誤差因子には摩擦、温度およびクランク速度の $\pm 10\%$ 変動を設定し、制御因子には金型材料、金型形状および摩擦係数等を割り付けた。

その結果、仕事量の SN 比は初期条件 44.51 dB に対し最適条件 51.02 dB となり、利得 6.51 dB が得られた。確認実験との差は 1.71 dB であり、解析結果の再現性を確認した。また、金型最大主応力の SN 比は約 27 dB 高く、金型負荷に対するロバスト性の高い条件が選定された。さらに、縮径部の寸法精度 SN 比は初期条件 58.90 dB、最適条件 59.93 dB となり、寸法ばらつきの小さい条件が選定された。

以上より、本手法により加工性能とロバスト性を定量評価し、複数の設計条件を比較しながら最適条件を効率的に

選定できることを示した。一方、本結果は解析モデルに基づく最適化結果であるため、実機工程データとの比較による妥当性検証が重要であり、現在その一致性評価を進める。

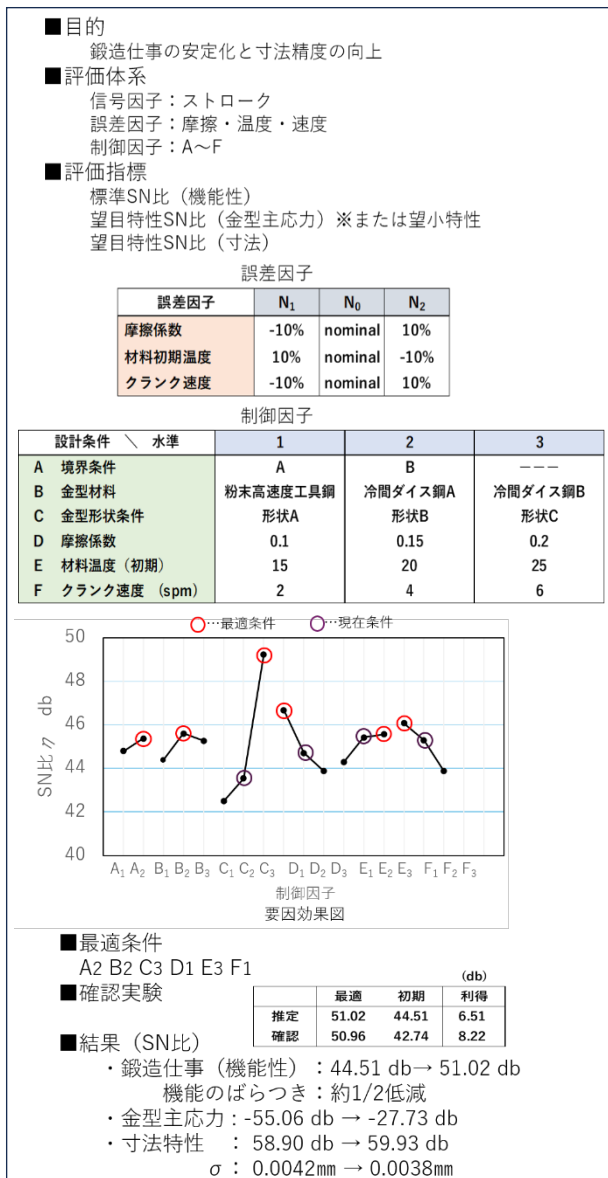


図3 鍛造設計・成形条件の最適化

2.2 スパイクテストによるトライボシミュレータの開発

鍛造解析の評価精度に大きく影響する摩擦状態の把握を目的として、スパイクテストに基づくトライボシミュレータを構築した。スパイクテストは、面圧および表面拡大率が実際の鍛造条件に近く、かつ一般的な変形状態が得られる試験手法である。図4に示すように、スパイクテストのシミュレーションを実施し、試験用金型を含めたトライボ試験条件の設計適正化を行い、実機試験を実施した。図5に示す解析結果と実験結果を対応付けたノモグラフを用いることで、摩擦係数の推定を行った。その結果、未知材料に対しても摩擦係数を推定可能となり、実際の鍛造における摩擦状態を定量的に把握できることを確認した。さらに、図6に示すように、非正常摩

擦係数を考慮した評価にも対応可能とした。これにより、シミュレーションに実際の摩擦挙動を反映させることが可能となり、スパイクテストに基づく実験結果と解析結果を統合的に比較することで、より包括的な摩擦状態の評価が可能となった。

【トライボシミュレータ】
スパイクテストのシミュレーションと試験

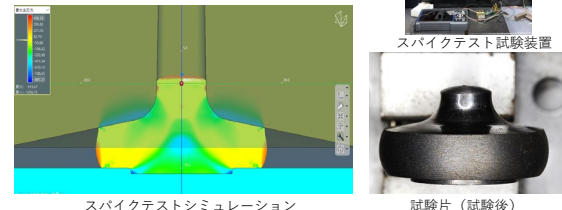


図4 スパイクテストのシミュレーションと試験

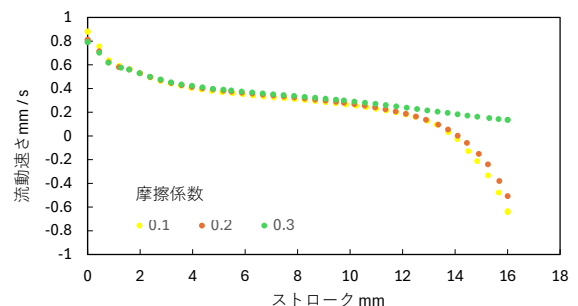


図5 平均摩擦係数のノモグラフ

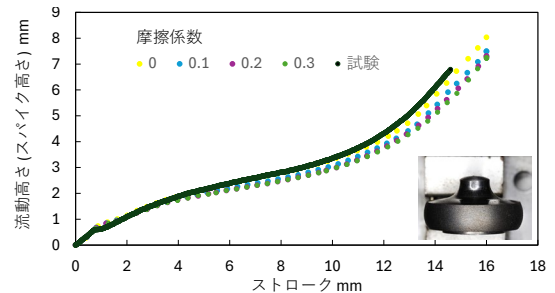


図6 非正常摩擦係数のノモグラフ

3. 考察及び今後の展開

本研究で構築したSN比による評価手法は、鍛造加工における複数の評価項目を定量的かつ統合的に評価でき、CAE解析と連携することで設計段階における加工条件の事前評価および最適化に活用できる。これにより、試作回数の削減、設計期間の短縮、開発コストの低減および生産性向上が期待される。

また、本手法を中小企業向けの設計支援ツールとして展開することで、設計判断の定量化・標準化による品質の安定化や技術継承への活用が期待される。さらに、トライボシミュレータによる摩擦状態の定量評価を組み合わせることで解析精度の向上が図られ、より信頼性の高い設計支援技術としての展開が期待される。

【謝辞】

本研究は、公益財団法人JKAの2025年度機械振興補助事業「公設工業試験研究所等が主体的に取り組む共同研究」の助成を受けて実施した。ここに深く感謝の意を表す。

3D デジタイザの測定試料や測定条件による 測定結果への影響に関する調査

阿部 顕一（情報・生産技術部システム技術グループ）

1. はじめに

近年、製造業や設計分野では、製品や部品の三次元形状を正確かつ迅速に取得し、そのデータを活用する重要性が高まっている。従来の接触式測定では困難であった複雑形状や柔軟な素材にも対応可能な、非接触式三次元測定技術が注目されている。

令和6年度に導入された3Dデジタイザ（図1）は、物体表面を高速かつ高精度に三次元データ化でき、寸法測定、形状評価、CADデータ作成など幅広い用途への活用が期待される。一方、光学式測定であるため、撮影角度や照明条件、対象物の色、光沢、材質などの影響により測定誤差が生じやすい。そのため、これらの要因を把握し、実測データに基づいた評価・検証を行うことが重要である。

本研究では、導入した3Dデジタイザの特性および測定限界を明確化し、効果的な活用方法を確立することを目的とする。さまざまな形状、材質、色、光沢を有する試料に対して実際に三次元測定を行い、得られたデータを比較・検証することで、測定条件が結果に及ぼす影響を把握する。また、測定誤差やデータのばらつきを分析し、安定した測定結果を得るための測定条件および手順を整理する。



図1 3Dデジタイザ

2. 実験及び結果

特徴的な3種類の試料（図2）を測定し、ステレオカメラの統合・分離、レンズセットの違い、マーカーの有無による測定誤差およびデータのばらつきを分析した。

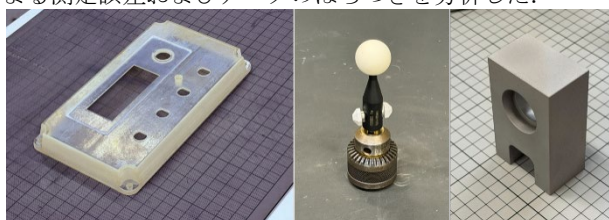


図2 3Dプリンター造形品, 校正球, MC加工品

① 3Dプリンター造形品：

複雑形状の試料ほど、デジタイジング時の撮影死角を補うため、多方向からの撮影が必要となる。撮影により取得した点群は最終的に結合されるため、撮影回数が測定結果に及ぼす影響について検証を行った。

45°ごとの8回撮影、試料設置場所3か所、撮影カメラ姿勢3種類の条件で測定を実施し、全72撮影分を順次結合して測定結果の変化を検証した。

少ない撮影回数（8回）と多い撮影回数（72回）を比較しても明確な差異は認められなかったため、8回撮影して結合したデータをリファレンスとし、撮影回数を増加させながら測定結果の変化を確認した。（図3）

その結果、設置場所や撮影姿勢により、測定結果に±約20μmの差異が生じる場合があった。また、撮影回数の増加に伴い、平均化されるように測定結果が安定する傾向が確認された。48回以降は、一定の差異を残しつつも72回まで安定した結果を示した。ただし、これはリファレンスとした初期8回撮影分の測定結果自体が十分に安定していなかった可能性が考えられる。

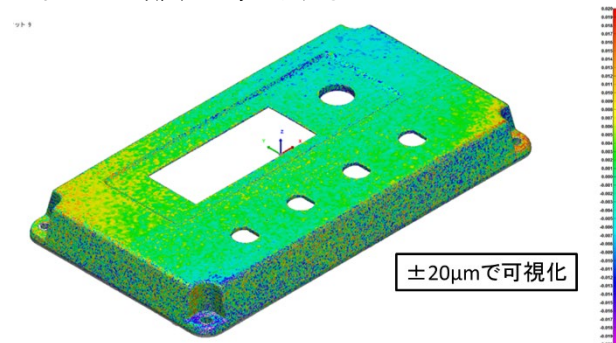


図3 造形品8回撮影と72回撮影の形状照合

② 光学式三次元座標測定機付属校正球：

理想的な3Dデジタイザには、設置場所、撮影方向、カメラ姿勢に依存せず、同一形状を再現できることが求められる。そこで、高真球度を有する三次元座標測定機付属の校正球を多方向から撮影し、校正球との差異および撮影回数が測定結果に及ぼす影響を検証した。

8回撮影して結合した3Dデータをリファレンスとし、全72回撮影分を順次結合して測定結果の変化を評価した。

その結果、測定結果には±約20μmの差異が認められた。特徴として、経度方向に45°ごとに大きな差異が発生しており、45°間隔で測定した影響によるものと考えられる。（図4）また、少ない撮影回数（8回）と多い撮影回数（72回）を比較しても明確な差異は認められなかった

ため、直径および輪郭度について評価を行った。真球のようなプリミティブ形状については、撮影回数を増やすことで測定結果が校正値へ近づく可能性が示唆された。(図5)

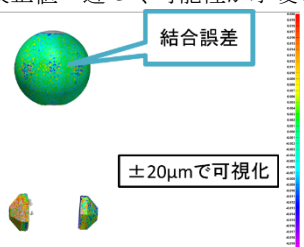


図4 校正球 8回撮影と 72回撮影の形状照合

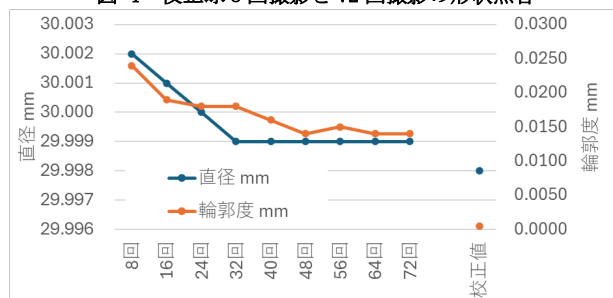


図5 撮影回数による直径・輪郭度の変化

③ マシニングセンタ加工品：

3D デジタイザは、撮影によって取得した点群を、別方向から取得した点群と順次結合することで点群範囲を拡大する。点群結合時には、試料上の同一領域を重ね合わせることで位置合わせを行う。しかし、直方体のように重ね合わせ領域が単純な平面であり、特徴が少ない場合には、誤った結合位置で収束する可能性がある。そこで、結合判定が困難な直方体形状のマシニングセンタ加工品について、位置決めマーカーの有無による影響を検証した。

45° ごとの 8 回撮影、設置姿勢 3 種類の条件で、全 24 回撮影を結合した 3D データを作成し、付属ソフトウェアによる寸法測定結果と接触式三次元座標測定機による測定結果との差異を比較した。レンズセットは「350」、「500」、「1000」の 3 条件とし、高精度測定が可能な左右カメラ統合モードと、広範囲測定が可能な左右カメラ独立モードの 2 条件で実施した。さらに、マーカー条件として、大、中、小サイズのマーカーをロータリーテーブル上へ約 120° 間隔で配置した条件、およびマーカー無し条件を設定した。(図6) 以上より、レンズセット 3 条件、左右カメラ統合/独立 2 条件、マーカー 4 条件の計 24 条件で検証を実施した。

その結果、マーカーを使用することで測定精度は向上したが、マーカーサイズによる明確な影響は認められなかった。また、測定箇所によっては、マーカーサイズに関係なくオフセット誤差が発生した。このオフセット誤差はマーカー条件を変更しても変化しなかったことから、レンズセットに起因する可能性が高いと考えられる。さらに、円内径部では点群欠損箇所が多く確認され、これが測定ばらつきの要因になっていると考えられる。

図7に、マーカー有無別の差異の標準偏差と仕様精度を示す。高精度測定を目的としたカメラ統合モードよりも、カメラ独立モードの方が良好な精度を示した。これは、独

立モードでは一度に複数面をデジタイジングできる場合があり、単一面中心となる統合モードよりも点群結合誤差が少なかったためと考えられる。



図6 マーカーの配置

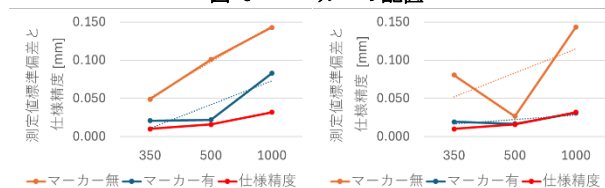


図7 レンズ3種と左右統合/独立の測定結果

3. 考察及び今後の展開

特徴的な 3 種類の試料を測定し、各条件下で得られたデータを比較・検証した。その結果、今回の試料では、カメラ姿勢によって土約 20 μm の差異が発生することを確認した。また、デジタイジングデータの結合部においても、土約 20 μm 程度の差異が発生した。

さらに、カメラ統合/独立、レンズセット、マーカー有無による測定誤差およびデータばらつきを分析した結果、複数回撮影および結合を行ったデータの精度は、装置仕様値より悪化する可能性が高いことが分かった。

一方、数十回以上の撮影を行うことで、平均化処理のような効果により、形状や寸法は安定する傾向を示した。ただし、再現性は高いものの、オフセット誤差と考えられる傾向も確認されており、真値へ漸近するかどうかについては不明である。

今回使用したマシニングセンタ加工品のように、結合誤差の発生が予想される形状については、接触式三次元座標測定機などによる測定結果との比較を行い、誤差発生箇所および発生要因を検証したうえで、マーカー配置や測定姿勢などの対策を講じることが望ましい。

なお、本検証は 1 条件あたりの測定および分析に長時間を要する手作業で実施したため、限られた期間内では十分な検証を行うことができなかった。その結果、全 5 種類のレンズの違い、左右レンズの統合/独立撮影の影響、光沢表面や奥まった角部における乱反射の影響など、今後も検証すべき課題が残されている。

今後は、精密測定業務の高度化に向け、各種形状およびサイズの試料に対して、複数レンズや撮影条件を組み合わせた検証を進める予定である。そのうえで、不安定な結果が生じる条件を特定し、それらに対する対策手法の検討および効果確認を体系的に実施していく。

レーザー粉体肉盛溶接のインプロセスモニタリングによる 品質評価（第2報）

奥田 誠（情報・生産技術部システム技術グループ）

福山 遼（情報・生産技術部加工評価グループ）

1. はじめに

近年、レーザー粉体肉盛溶接（LMD）は局所的に高機能な肉盛層を形成できることを特徴として、補修や表面改質への運用が可能であることから、産業界における導入が拡大している。一方で、製品の信頼性を確保するためには、従来の「溶接完了後」中心の品質管理だけでは不十分である。欠陥が発生した場合は事後的なトラブルシューティングが必要となり、コストと納期に影響を及ぼす。

本研究は、LMD に対するインプロセスモニタリングの有効性を評価し、リアルタイムでの品質管理手法を確立することを目的としている。具体的には、以下の要素を同時取得できる測定システムの開発に取り組んでいる。

1. 発光強度
2. 溶融池付近の温度分布
3. 溶融池画像

これらのデータから、欠陥の有無を高精度で検出できる特徴量の抽出と評価手法の提案を行うことが目的である。

2. 実験及び結果

これまでに発光強度と温度分布の測定は行えているため、溶融池画像の撮影機能を測定システムに追加した。

2.1 測定治具の設計・製作

従来取得していた発光強度情報に加えて、溶融池画像を同時に撮影できるように、図1に示すようにカメラ搭載用治具を新たに設計し、試作した。

2.2 実証実験

正常条件（レーザー出力 2 kW, 加工速度 10 mm/s）と異常条件（レーザー出力 3 kW, 加工速度 5 mm/s）の2種の加工パラメータで撮影試験を実施した。図2に示すように画像上では、中心部に明るく円形の光斑がレーザー照射点として確認できた。一方、レーザー照射点の左上および右下付近に小さな円形光斑が散在したが、これは加工ヘッドや治具表面からの反射によるノイズと推測される。なお、治具をアルミニウム素材のまま使用したため、反射光が顕著になったことが要因と考えられる。

2.3 結果概要

正常条件と異常条件で撮影された溶融池画像を比較すると、溶融池の大きさに明らかな差が認められた。これにより、インプロセス映像から加工状態を判別できる可能性が示唆された。

3. 考察及び今後の展開

インプロセスモニタリングによる品質評価を実現するため、システムを構築するにあたり課題とその対策方針について示す。

3.1 画像ノイズ

アルミニウム治具表面が光を強く反射し、溶融池周辺に小さな円形光斑が多数出現している。これらは欠陥判定の妨げとなるため、治具表面を黒色アルマイト処理し反射率の低減を試みる。

3.2 カメラ露出量の調整

レーザー照射点が極端に明るくカメラセンサが飽和して溶融池全体の形状が捉えられないため、減光フィルタを導入するなどして露出量を調整し溶融池全体の可視化を改善する。

3.3 欠陥検出精度の向上

現状は発光強度・温度分布のみで正常・異常を判別していたが、溶融池画像から正常・異常の判別に効果的な特徴量を抽出し、欠陥検出の精度向上に取り組む。

3.4 システム運用性

リアルタイムに溶融池画像を取り込み、特徴量を抽出し、正常・異常判定を行うシステムを開発する。

以上の対策を実施し、インプロセスモニタリングによるリアルタイム品質評価技術の実用化を目指す。

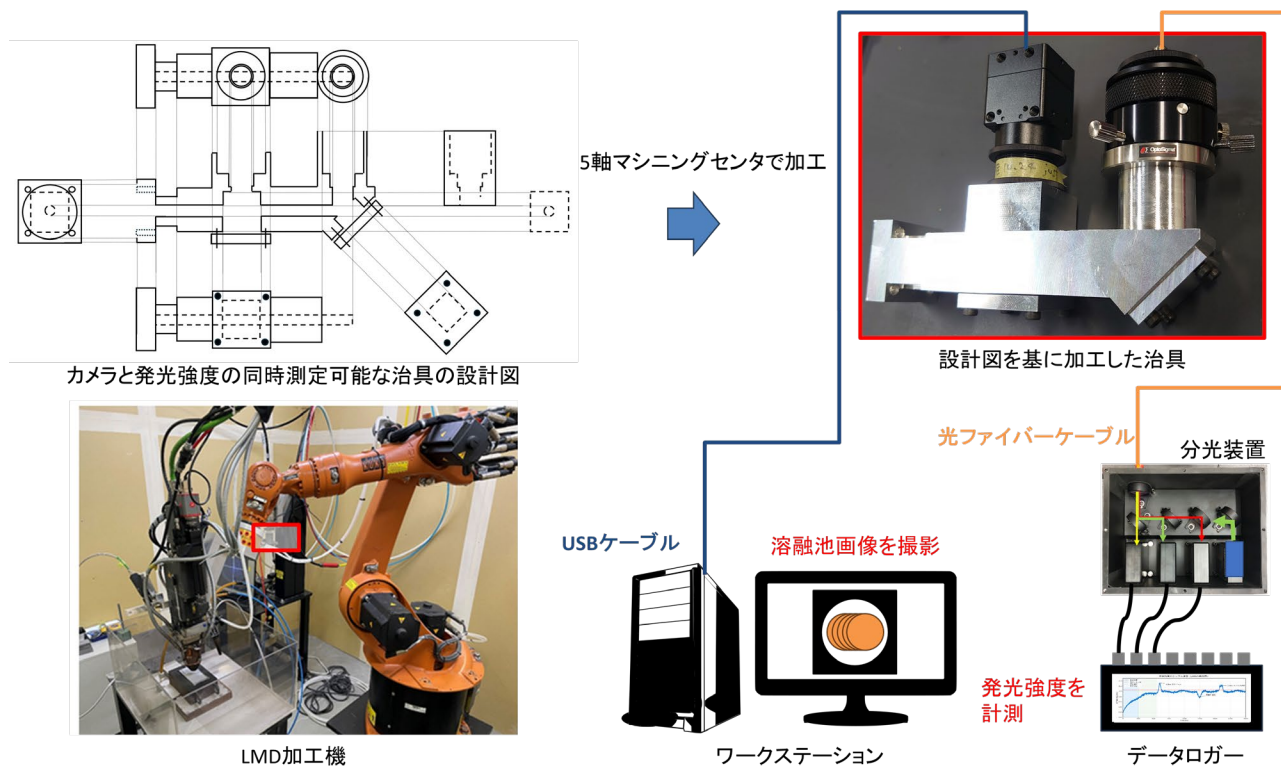


図1 治具の設計図面およびシステム構成図

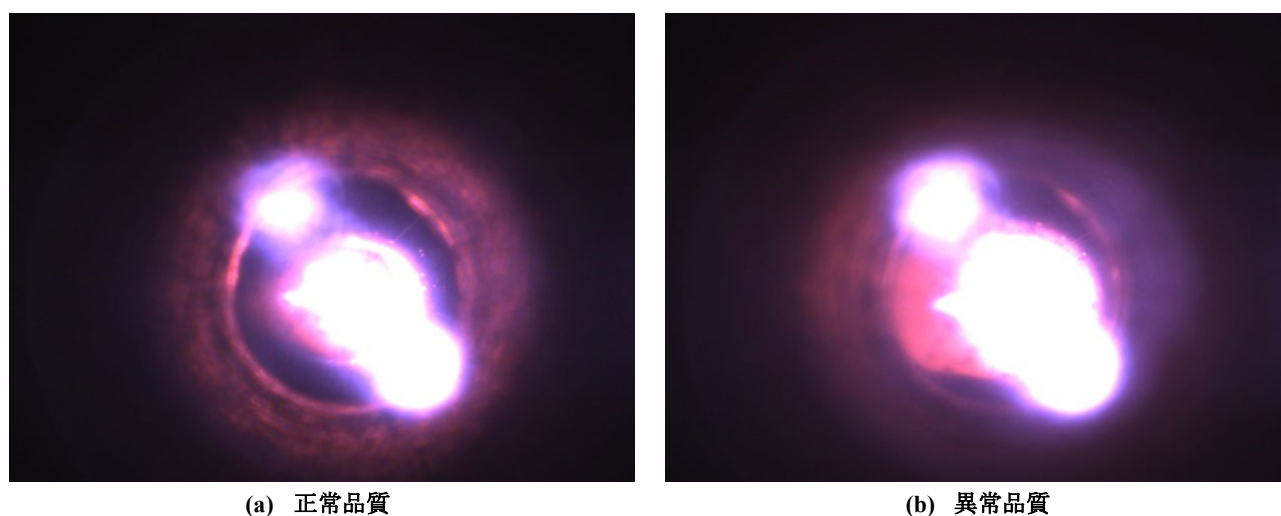


図2 溶融池の写真

【参考文献】

1. 森清和, 石川毅, 薩田寿隆, 奥田誠, 福山遼, 中村紀夫:機械学習によるレーザー溶接モニタリング技術, レーザ加工学会誌, 28(2), 99-105 (2021)
2. 福山遼, 奥田誠:KISTEC 研究報告 2024, 機械学習を用いたレーザー溶接における溶け込み深さの予測とブローホール検出モデルの構築, 31-33(2024)
3. 奥田誠, 福山遼:KISTEC 研究報告 2025, レーザ粉末肉盛溶接のインプロセスモニタリングによる品質評価 (第1報), 19-20(2025)

中小企業での生成 AI の活用に向けた基礎的検討

— マルチモーダル RAG の構築と評価 —

千家 雅之（情報・生産技術部システム技術グループ）

1. はじめに

近年、生成 AI の業務での活用は急速に広まっている。しかしながら、生成 AI の利用においては、大規模な計算資源が必要なことから、大手クラウドサービス事業者が提供する生成 AI サービスを利用する形態が主であり、このようなサービスは社外へのデータ送信を伴うため、情報セキュリティの観点から導入に慎重な企業も少なくない。そのため、ローカル環境で動作する生成 AI にも多くの関心が集まっており、自社内に AI サーバーを導入する動きが広がりがつつある。そこで筆者は、中小企業への導入を想定して、小規模計算環境におけるローカル AI の実用可能性について考察するために、一例として社内文書に対する質問応答を行う AI チャットボットをローカル環境で構築して評価した¹。人手評価による正答率は 84%であり、正確性が求められるユースケースには適用が難しいという結論であった。本稿では、近年急速な発展がみられるマルチモーダル LLM (Large Language Model) の一種である VLM (Vision Language Model) とマルチモーダル RAG (Retrieval-Augmented Generation) を用いて同様の評価を実施し、回答精度の向上を検証する。

2. マルチモーダル RAG

2.1 概要

RAG は、計算負荷が大きい再学習やファインチューニングを行わずに、LLM 等に新たな知識を与える方法であり、外部データベースから関連情報を取得して回答を補強する技術である。マルチモーダル RAG は、テキスト以外のモダリティ（画像や音声等）にも対象を広げたものであり、複数の実現方法がある。本節では代表的なものについて 3 点紹介する。

- 全てのモダリティをテキストのモダリティに変換する方法である。テキスト以外のモダリティをマルチモーダル LLM に解釈させてそれをテキストにし、テキストのベクトル空間で検索可能にするものである。しかし、この方法では、画像や音声等が持つ細部の情報は失われてしまう。
- 上記の弱点を克服するものであり、ベクトルデータベースにテキストだけでなくテキスト以外のモダリティを参照可能にするメタデータも同時に蓄積し、検索結果とともにテキスト以外のモダリティを参照し、マルチモーダル LLM に与える方法である。しかし、テキスト以外に画像や音声等を保存し、互いに関連付ける必要があり、管理が煩雑になるというデメリットがある。

- 画像や音声をテキストと同一のベクトル空間に埋め込む Embedding モデルを使用する方法である。さらにこの方式は細分化できて、画像や音声等をマルチベクトルとして扱うのか、画像や音声等を表す代表ベクトルをつくるのかで方式が分かれる。マルチベクトル方式は Embedding 時の計算負荷が高いが、元データの情報をより多く保持できる。

それぞれの方法には一長一短があり、ユースケースに応じた使い分けが求められる。

2.2 ColPali²

ColPali は、文書ページの画像をパッチ（小領域）に分割し、Attention 計算によりパッチ間の文脈を反映したマルチベクトル Embedding を生成する VLM であり、前節(c)のマルチベクトル方式に該当する。クエリとの照合には MaxSim 計算が用いられる。これは、クエリの各トークンに対して全パッチベクトルとの類似度の最大値を取り、その総和をスコアとするものであり、スコアが高い順に検索結果として返される。

3. AI チャットボットシステムの構成

本稿では、画像情報が失われにくい ColPali 系モデルを採用し、図 1 に示すシステムを表 1 のハードウェア構成で構

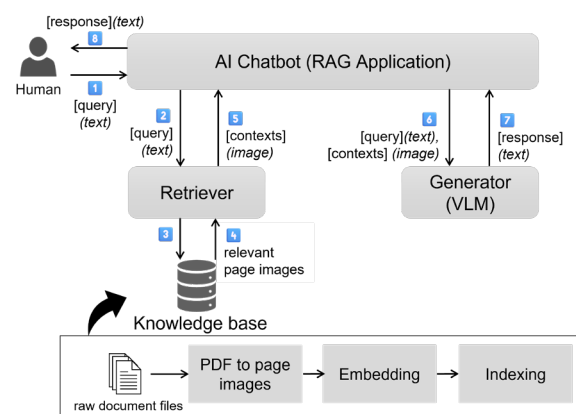


図 1 マルチモーダル RAG の構成

表 1 ハードウェア構成

ハードウェア (Retriever/ Knowledge base)	CPU	Intel Xeon W-1390P
	RAM	64GB
	GPU	NVIDIA RTX 6000 Ada (48GB)
	OS	Ubuntu 24.04 LTS
ハードウェア (Generator)	CPU	AMD Ryzen Threadripper PRO 7955WX
	RAM	128GB
	GPU	NVIDIA RTX PRO 6000 Blackwell Max-Q Workstation Edition (96GB) ×2
	OS	Ubuntu 24.04 LTS

築した。ユーザの質問は AI Chatbot を介して Retriever に渡され、Knowledge base から取得したページ画像とともに VLM に入力され、回答が生成される。VLM の推論は多くの VRAM を消費するため、検索用と生成用で異なるハードウェアを用いた。VLM には、日本語性能が優れているとされる Qwen3.5-122B-A10B-FP8 を採用し、推論エンジンに vLLM 0.20.2 を使用した。検索モデルには ColPali 系モデルである tomoro-colqwen3-embed-8b を採用し、ラッパーライブラリである Byaldi 0.0.7 をカスタマイズして用いた。ナレッジベースの構築は、元となる PDF ファイルを Byaldi に読み込ませるのみであり、前報¹で必要であったテキスト抽出、Markdown 整形、チャンク分割等の前処理は一切不要であった。検索時には上位 3 件のヒットページに加え、前後各 1 ページも取得して VLM に入力することで、ページをまたぐ図表にも対処した。

4. 評価

4.1 評価方法

人手で 50 問の質問とその答え（基準回答）を用意した。50 問には、表の読み取りに関する質問 5 問、ページをまたぐ内容に関する質問 5 問を含めた。RAG の性能評価を、人手と自動評価ツール Ragas³を用いて行った。

人手による評価は、基準回答と AI の回答を比較し、表 2 の評価基準に従って点数付けを行った。Ragas による評価では、Context recall（基準回答に含まれる情報が検索結果にどれだけ含まれているかを測る指標）、Faithfulness（AI の回答が検索結果の情報を正しく反映しているかを測る指標）、Factual correctness (precision)（AI の回答が基準回答と矛盾していないかを測る指標）を算出した。評価用 LLM と評価用 Embedding モデルには、Azure OpenAI サービスで提供されている GPT-4.1, text-embedding-ada-002 をそれぞれ使用した。なお、マルチモーダル RAG の検索結果はページ画像であるため、Ragas による評価には VLM を用いて画像からテキストを抽出したものを使用した。

比較対象として、前報で構築したテキストベース RAG を用いた。比較の公平性を確保するため、生成用 LLM は前報の Llama-3.3-Swallow-70B-v0.4 からマルチモーダル RAG と同じ VLM に変更し、同じ 50 問で再評価した。

4.2 評価結果

表 3 に人手による評価結果と Ragas v.0.4.3 を用いた自動評価の結果を示す。マルチモーダル RAG での人手評価では、スコア 4 および 5 を正答とみなした場合の正答率は 96%であった。全問で回答内容は正確であったが、条文番号の引用に誤りが 2 件見られた。一方、テキストベース RAG では 88%であり、約 12%には、適切な検索結果を取得できなかったケースや LLM が検索結果から適切な回答を生成

表 2 人手評価の評価基準

スコア	評価基準
5	正確かつ基準回答と比べ過不足がない
4	正確だが基準回答と比べ軽微な過不足がある
3	正確だが基準回答と比べ多くの欠落がある
2	一部に不正確な内容が含まれている
1	大部分が不正確である

表 3 評価結果

		テキストベース RAG	マルチモーダル RAG
人手	平均スコア	4.600	4.780
	評価 4 と 5 の割合	0.880	0.960
Ragas	Context Recall	0.970	1.000
	Faithfulness	0.949	0.967
	Factual Correctness (precision)	0.765	0.858

できなかったケースが含まれていた。Ragas による評価では、Context Recall, Faithfulness, Factual Correctness のいずれにおいてもマルチモーダル RAG がテキストベース RAG を上回っており、ページ画像から抽出したテキストに基づいて算出しているにも関わらず、自動評価においてもマルチモーダル RAG の優位性が示された。

テキストベース RAG の不正解 6 件を分析すると、特に図表に関する質問では、検索に成功しているにも関わらず正しい回答を生成できないケースが確認された。これは、表をテキストに変換した際に、「同」のような上のセルを参照する省略表現の意味が失われ、LLM が表の内容を正しく解釈できなかったことが原因と考えられる。マルチモーダル RAG では、ページ画像をそのまま VLM に入力するため、表の空間的な構造が保持され、このような省略表現も正しく解釈された。また、検索においても、マルチベクトル方式はパッチ単位でクエリとの照合を行うため、表中の特定の情報に対する検索精度がテキストベース RAG のチャンク単位の検索より高いことが示された。なお、生成用 LLM は両方式とも同一のモデルを使用しており、回答精度の差は入力形式と検索方式の違いに起因する。

5. おわりに

本稿では、ColPali 系マルチベクトル方式によるマルチモーダル RAG を用いた AI チャットボットを構築し、前報のテキストベース RAG と同一の社内文書・同一の評価体系で比較評価した。テキストベース RAG で必要であったテキスト抽出やチャンク分割等の前処理を一切行わずに、人手評価で 96%の正答率を達成し、テキストベース RAG の 88%を上回った。これらの結果は 122B クラスのモデルで得られたものである。本方式は回答精度が VLM の性能に依存するため、モデルの進化に応じた精度の向上が見込まれる。今後は、対象文書数を増やし、実運用を見据えた検証に取り組む予定である。

【参考文献】

1. 千家雅之:「中小企業での生成 AI の活用に向けた基礎的検討 ―ローカル環境上で動作する AI チャットボットの試作―」, *KISTEC 研究報告 2025* (2025)
2. Manuel Faysse, et al.: “ColPali: Efficient Document Retrieval with Vision Language Models”, arXiv:2407.01449 (2025)
3. Ragas, <https://www.ragas.io/>

研究報告 2026 目次 【化学技術部】

【ノート】

- ◆バイオプラスチックの劣化に関する総合的解析・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 28
村上小枝子、高橋亮（化学技術部 環境安全・バイオグループ）
田中聡美（化学技術部 化学評価グループ）
津留崎恭一、武田理香、羽田孔明（化学技術部 材料化学グループ）
長沼康弘（機械・材料技術部 解析評価グループ）
- ◆デジタル画像相関法によるガラス繊維強化プラスチック（GFRP）の
引張特性と流動末端の影響の評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 31
荒木 真由美（化学技術部 環境安全・バイオグループ）
三浦 栄一（機械・材料技術部 材料評価グループ）
- ◆PC12 細胞を用いた食品成分の神経保護作用評価・・・・・・・・・・・・・・・・ 33
瀬戸山 央（化学技術部 環境安全・バイオグループ）
- ◆電解オゾン生成器における塩化物イオンによるオゾン生成への影響の検討・・・・・・・・ 35
岩本卓治，祖父江和治（化学技術部 環境エネルギーグループ）

バイオプラスチックの劣化に関する総合的解析

村上小枝子，高橋亮（化学技術部環境安全・バイオグループ）

田中聡美（化学技術部化学評価グループ）

津留崎恭一，武田理香，羽田孔明（化学技術部材料化学グループ）

長沼康弘（機械・材料技術部解析評価グループ）

1. はじめに

企業支援を行うなかで、当所にはプラスチックの劣化に関する相談も数多く寄せられる。劣化現象を的確かつ迅速に把握し、プラスチック劣化の原因究明につながる情報を提供することが求められている。そこでわれわれは、樹脂の機械的特性や加水分解性などの化学的性質の違いを考慮し、状況に応じた適切な解析法選定のための指針を得ることを目的として、劣化測定・評価に係る検討を行っている。これまで、樹脂グレージング材を対象に、樹脂の機械的特性や加水分解性などの化学的性質の違いを考慮して、劣化の各ステージに応じた評価分析手法を選択する必要性を明らかにしてきた¹⁾。

近年、低炭素社会の実現に向けた取り組みとして、バイオプラスチックの積極的な利用が進められている。中でも、ポリ乳酸（PLA）は、生分解性かつバイオマス由来原料から製造可能なため、市場で普及が進んでいるバイオプラスチックの1つである。PLAの用途は、包装材料や農業用フィルム、土木資材など消耗品の用途で用いられてきたが、近年、ブレンド、アロイ化などで強度や加工性を高めることで自動車部品や電子機器など耐久材への応用も検討されている。耐久材としての利用にあたっては、一般的なプラスチックと同様に、光・熱・水などの環境因子による劣化を考慮する必要がある。

そこで、本研究では、PLAの耐候劣化について分析評価し、劣化現象の特徴を明らかにし、実際の利用に際して有用な情報を得ることを目的として検討を行った。前報では耐候性試験時に紫外線照射及び水噴霧条件下での劣化について報告した²⁾。本報では水噴霧無しの場合で試験を行い、前報の結果と比較検討したので併せて報告する。

2. 実験

2.1 試料

PLAは、市販のPLAヘラ（アズワン(株)製）を試験・分析に供した。

2.2 促進耐候性試験

試験には、キセノンウェザーメーターX75LZ（スガ試験機(株)製）を使用した。試験は、JIS K 7350-2-1995に準拠し、(a)水噴霧有り[放射照度 $60 \pm 3 \text{ W/m}^2$ (波長 300~400nm)、ブラックパネル温度 63°C 、1 サイクル 60 分間の照射時間

中に12分間の水噴射]、及び(b)水噴霧無し[放射照度 48 W/m^2 (波長 300~400nm)、ブラックパネル温度 63°C]の2条件で試験を行った。暴露時間は、100、200、400、600、800時間とした。

2.3 促進耐候性試験を行った試料の評価

表面を削って採取した試料について、示差走査熱量測定装置DSC3100（マックサイエンス(株)製）を用いて熱特性を、ゲル浸透クロマトグラフHLC 8220GPC（東ソー(株)製）を用いて、分子量及び分子量分布の変化を評価した。化学構造については、フーリエ変換赤外分光光度計FTIR-4100（日本分光(株)製）により表面数 μm の情報が得られるATR法を用いて赤外吸収スペクトルを測定することで評価した。力学特性については、5565型材料試験機（インストロンリミテッド製）により引張試験を行った。

3. 結果と考察

図1に耐候性試験前後の試料の様子を示す。条件a、bいずれも試験後に試料の白濁、微細な亀裂が観察された。

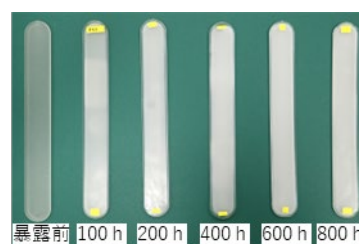


図1. 耐候試験前後の外観観察結果（条件a，水噴霧有）²⁾

図2に分子量分布、表1に数平均分子量（Mn）、重量平均分子量（Mw）、ならびに暴露時間経過に伴う減少率を示す。暴露に伴い、分子量の低下が観測され、PLAが分解していることが確認できた。Mnについては、水噴霧有りでは100から200時間にかけての低下の度合いが大きく、その後は緩やかに低下することがわかった。一方、水噴霧無しでは、100時間までの初期と、600から800時間にかけて低下の度合いが大きかった。水噴霧無しのほうがMn、Mwともに800時間では倍以上の減少率を示しており、槽内温度上昇の影響が推察される。分子量の減少率に着目すると、両条件共に、MnはMwよりも減少率が大きかった。MnにはMwに比べて、中低分子量成分の増減の影響がよ

り大きく現れる。これより、暴露初期において、中低分子量成分への分解がより進行したことが示唆される。

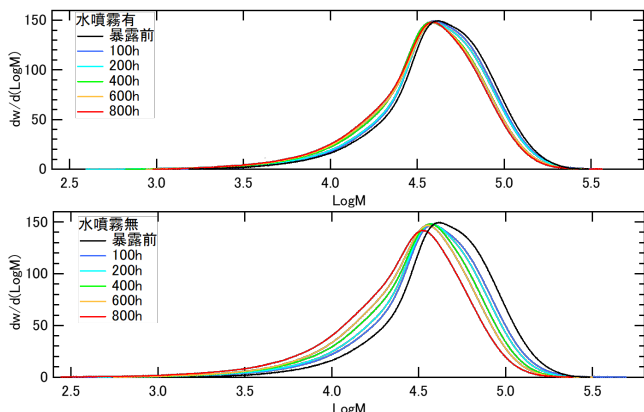


図 2. 暴露に伴う分子量分布の変化

表 1. 暴露に伴う平均分子量の変化

	数平均分子量		重量平均分子量	
	Mn($\times 10^4$)	減少率 (%)	Mw($\times 10^4$)	減少率 (%)
試料				
PLA	3.2		5.2	
水噴霧有				
PLA-w (100 h)	3.0	6.3	5.0	3.8
PLA-w (200 h)	2.6	18.8	4.9	5.8
PLA-w (400 h)	2.5	21.9	4.6	11.5
PLA-w (600 h)	2.5	21.9	4.5	13.5
PLA-w (800 h)	2.4	25.0	4.4	15.4
水噴霧無				
PLA-d (100 h)	2.4	25.0	4.6	11.5
PLA-d (200 h)	2.3	28.1	4.3	17.3
PLA-d (400 h)	2.1	34.4	4.0	23.1
PLA-d (600 h)	2.0	37.5	3.8	26.9
PLA-d (800 h)	1.5	53.1	3.4	34.6

図 3 に DSC の結果の一例として水噴霧有りの暴露時間 800 時間の試料の DSC 曲線 (1stRUN) を示す。PLA では昇温により、ガラス転移によるベースラインシフト、続いて冷結晶化による発熱ピーク、融解による吸熱ピークが観測される。また、降温時には、結晶化による発熱ピークがみられる。このうち、冷結晶化のピーク温度に着目し、暴露時間による変化を調べた。水噴霧有りと無し、両条件での結果を図 4 に示す。水噴霧有りでは冷結晶化のピーク温度は暴露 200 時間にかけて低下の度合いが大きく、その後、緩やかに低下した。水噴霧無しではより顕著なピーク温度の低下が認められた。一般的に、分子量が低いと分子拡散が早いため、結晶化速度が増加する³⁾。冷結晶化ピーク温度の低下は、暴露による分子量の低下で結晶化速度が増加し、より低温で結晶化が進行したことに起因すると考えられる。ピーク温度の低下が大きい暴露初期では、分子量測定においても分子量の低下が観測された。分子量の減少率は水噴霧無しのほうが大きく、DSC と分子量測定が相関する結果となった。

また、冷結晶化の吸熱ピーク温度の低下に加えて、2ndRUN の融解熱の増加も観測された。結果を図 5 に示す。前者と同様に、結晶化速度が増加したことで、同じ温度条件で結晶化可能な分子が増加したためと考えられ、暴露による高分子鎖の分解の進行、低分子化による分子拡散速度の増大が示唆された。

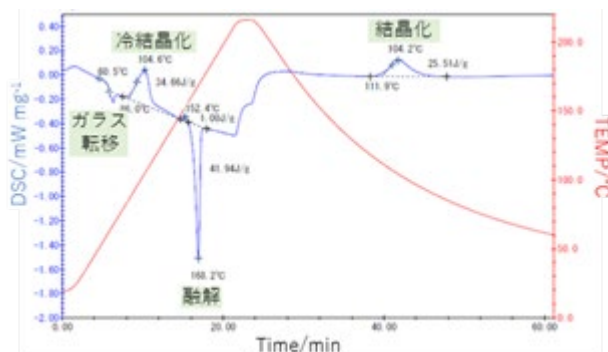


図 3. 800 時間暴露後の試料の DSC 曲線 (条件 a, 水噴霧有)²⁾

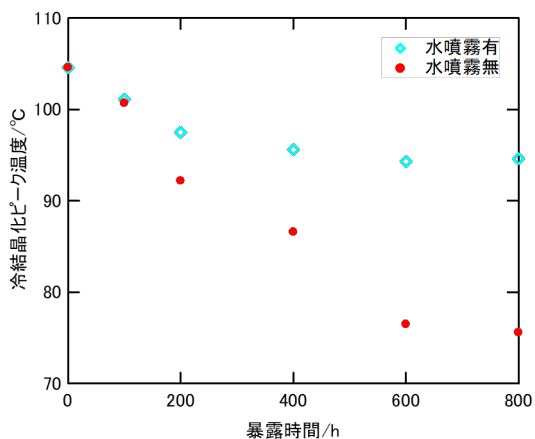


図 4. 暴露に伴う冷結晶化ピーク温度の変化

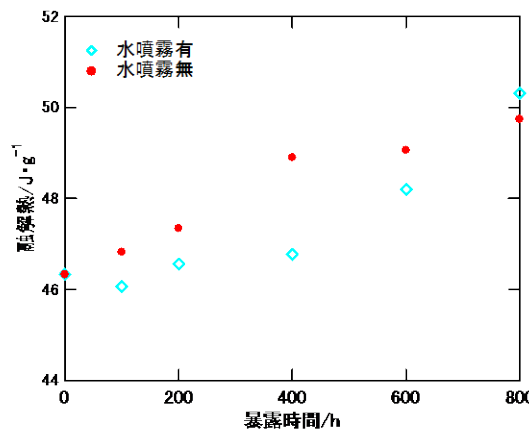


図 5. 暴露に伴う 2ndRUN の融解熱の変化

図 6 に水噴霧無しの場合の暴露に伴う赤外吸収スペクトルの変化を示す。400 時間以降に非晶相由来のピーク (955 cm^{-1}) 強度の減少と結晶相由来のピーク (923 cm^{-1}) が出現しており、暴露の影響による結晶化が示唆された。一方、水噴霧有りの場合は上記の変化は認められなかった。また、いずれもその他の測定波数領域ではスペクトルに顕著な変化は見られなかった。これは、劣化が主に主鎖の切断によるもので、単位構造に変化がなかったためと考えられる。

次に、上述の劣化現象が材料の機械特性にどう影響するか検討した。図 7 に引張試験による引張強度ならびに破断伸びの変化を示す。いずれも、引張強度ならびに破断伸

びとも低下するが、特に 200 時間までの低下の程度が大き
いことが分かった。分子量の低下により、脆化が進み、特
に低分子量成分が増える暴露初期で、機械特性の低下が認
められたものと推察される。

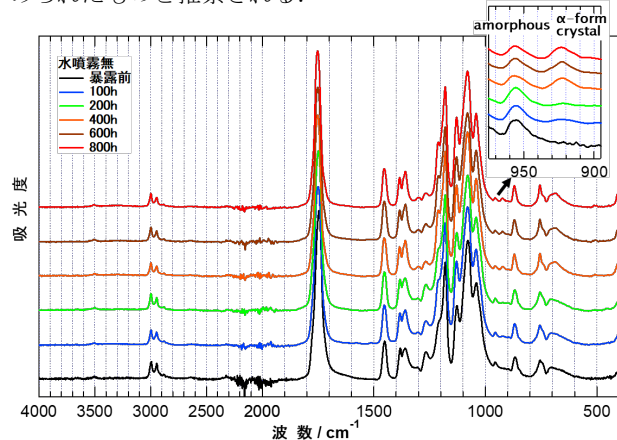
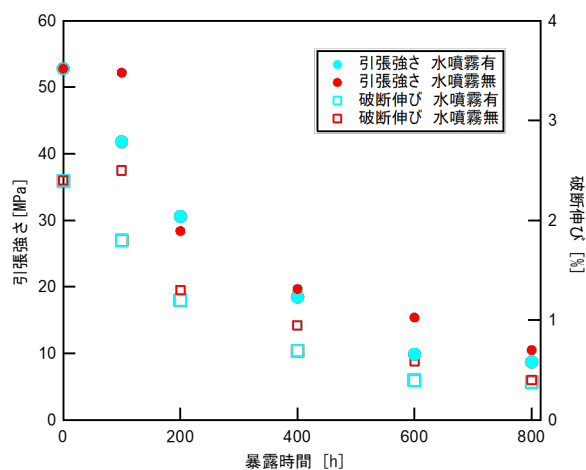


図 6. 暴露に伴う赤外吸収スペクトルの変化(条件 b, 水噴霧無)



※試験条件 試験速度: 5 mm/min、つかみ具間距離: 10 mm

図 7. 暴露に伴う引張強度ならびに破断伸びの変化

表 2. 各評価法で観測されたポリ乳酸の劣化現象

評価項目	観測された事象	劣化を確認できた暴露時間	
		水噴霧有	水噴霧無
引張試験	引張強さ、破断伸びの低下	100 時間	100 時間
分子量測定 (GPC)	分子量の低下	200 時間 (M_n)	100 時間 (M_n)
		400 時間 (M_w)	100 時間 (M_w)
熱分析 (DSC)	冷結晶化ピーク温度の低下 (1stRUN)	100 時間	100 時間
	融解熱の増大 (2ndRUN)		
ラマン分光測定	結晶性ピークの出現	400 時間	400 時間
赤外分光測定	-	-	400 時間

4. まとめと今後の展開

プラスチックの劣化の総合的な解析を目的として、バイオプラスチック材料である PLA を対象として、促進耐候性試験を行い、各種分析、評価を行った。表 2 に今回検討した評価法により観測された劣化現象と劣化を観測できた暴露時間をまとめた。水噴霧有りと無し、いずれの場合においても、劣化指標として、分子量と熱分析が候補として有望と考えられる。

本研究結果については、データベース化などにより、技術支援への活用を図っていきたい。

【参考文献】

1. 村上他, *KISTEC Annual Research Report*, 57 (2021).
2. 村上他, *KISTEC Annual Research Report*, 29 (2023).
3. 山口政之, *Polyfile*, 48, 20 (2011).

デジタル画像相関法によるガラス繊維強化プラスチック (GFRP) の引張特性と流動末端の影響の評価

荒木 真由美 (化学技術部 環境安全・バイオグループ)
三浦 栄一 (機械・材料技術部 材料評価グループ)

1. はじめに

不均一な複合材料や、樹脂流動の影響により成形品内に弱い部分があるような場合、破壊に至るまでの応力集中や変形過程を理解することは重要である。ひずみの計測方法としてひずみゲージがあるが、大変形は計測できない。デジタル画像相関 (Digital Image Correlation, DIC) 法は、試験片表面のランダムパターンを撮影し、画像内における移動量を、輝度値分布の相関を用いて計測する方法である。DIC は、大変形の計測に適しており、非接触で全視野の変位の計測が可能である。

本研究では、ポリカーボネート (PC) の引張試験における、ガラス繊維 (GF) 配合率や金型を変えた場合の局所ひずみや応力の経時変化を評価した。既報りの内容のうち、DIC について詳細に報告する。

2. 実験

GF 配合率が 0, 1, 5, 20 wt% の PC 試験片を射出成形により作製した¹⁾。2 種類の金型のうち、中央に流動末端が来るタイプを試験品とし、端部に流動末端が来るタイプを対照品とした。DIC による計測は、万能試験機 (モデル 5582 フロアー型試験機 (100 kN)) 及び解析ソフトウェア Instron® DIC Replay (いずれもインストロンジャパンカンパニイリミテッド製) を用いた。画像の相関を得やすくするため、図 1 のように、試験片の表面にランダムパターンを作製した。

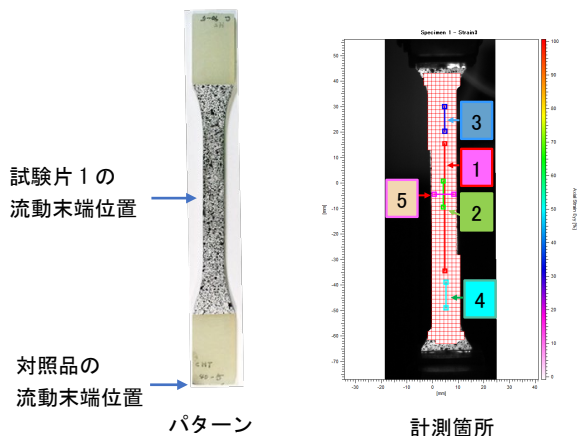


図 1 ランダムパターンとひずみ計測箇所

引張速度 10 mm/min で引張試験を行い、ひずみと応力を記録した。ひずみを計測した図 1 の 1~5 の 5 か所のうち、1~4 は引張方向、5 は引張方向に直交する方向のひずみである。また、1 は 50mm, 1~4 は 10mm の範囲の平均値を用いた。

3. 結果及び考察

3-1. DIC

経過時間に対する PC 対照品のひずみ及び応力の変化を図 2 に示す。まず弾性変形、続いて非弾性変形が起き、この間は一様に伸長した。上降伏点 (A) から下降伏点 (B) の間で、局所的なくびれの発生、いわゆるネッキングが開始した。くびれた領域では発熱し、ひずみ軟化が起り、下降伏点まで応力が低下した。更に延伸すると分子が配向し、強化されるため、応力は下降伏点より低下することなく、変形は未延伸領域へ移った。やがて試験片全体が延伸し、強化されるひずみ硬化が起き、応力が上昇し、破断に至った。

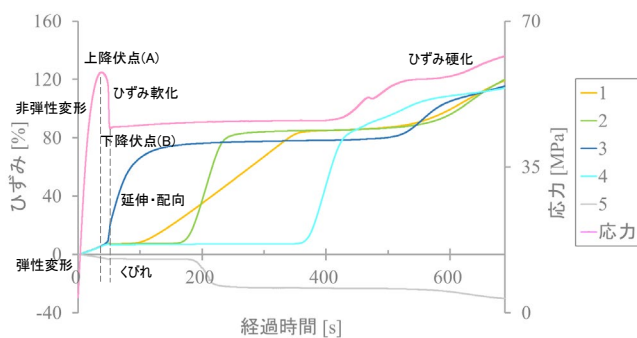


図 2 PC 対照品のひずみ及び応力の経時変化

他の試験結果とひずみの分布図を図 3 に示す。分布図については、局所的なひずみが観察された場合はその時点の分布図を、観察されない場合は破断前の分布図を示した。ネッキングは、GF5%以下の対照品と 1%以下の試験品でも観察された。GF が配合された試験片は、PC に比べ、短時間・低ひずみで破断した。GF の配合率が増加すると、その傾向が強まった。一方、ひずみ分布図については、GF5%以下では局所的な高ひずみ領域が現れるが、GF20%では見られず、非弾性変形時に破断し、ネッ

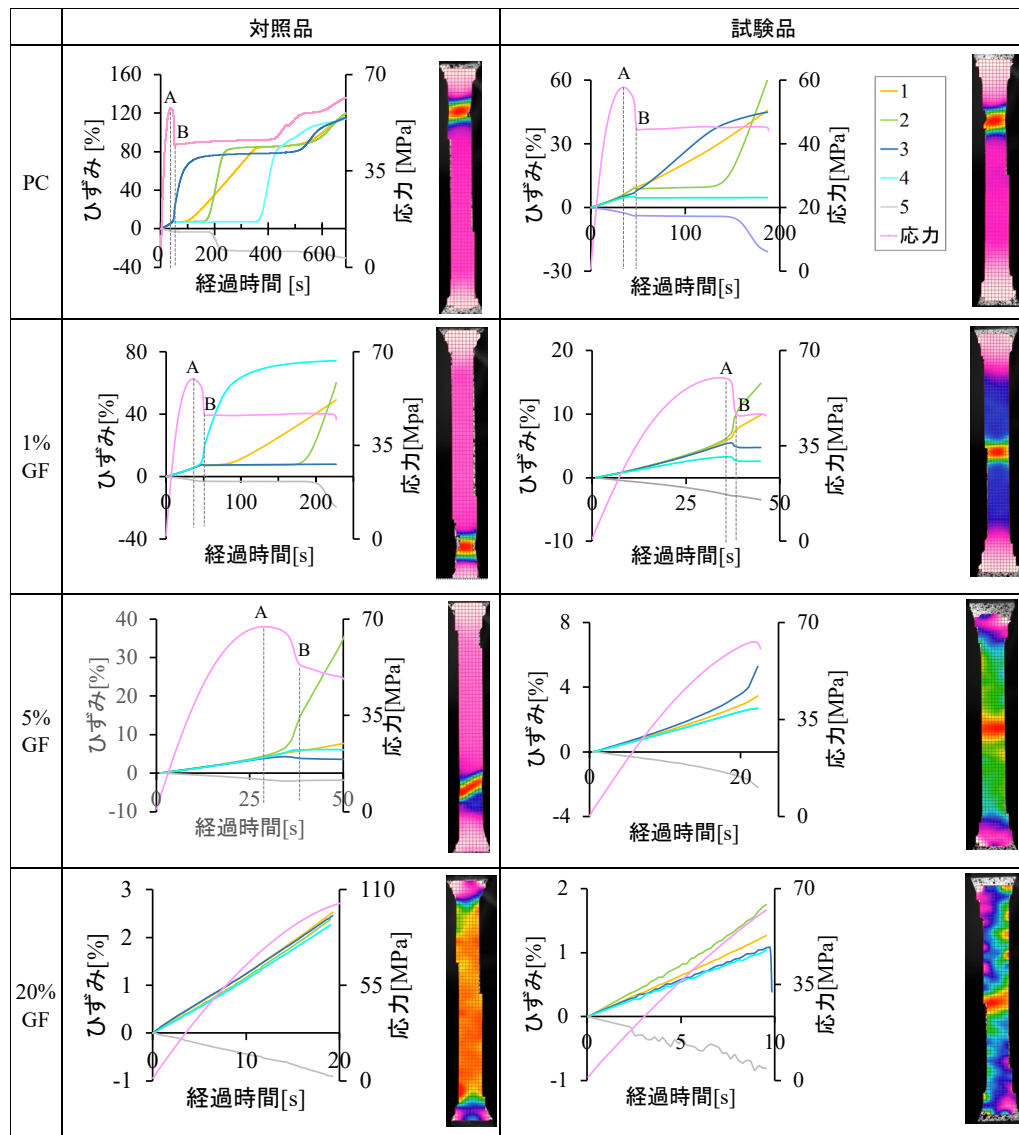


図3 ひずみ及び応力の経時変化とひずみ分布図

キングは起きなかった。引張応力は、GF1%と5%ではPCと大きな差はないが、20%GFではPCに比べ6割増大したり。GFを配合することで樹脂の流動性が低下し、配向しにくくなる半面、GFにより剛直な骨組みが形成される。GFRPとしての剛直性を期待して用いる場合、GF数%では不足であり、一般に流通する20%程度は必要であることが示唆された。

GFの配合率が同じ試験片で比較すると、試験品では、対照品に比べて、短時間・低ひずみで破断した。ひずみ分布図を見ると、GF1%以上では中央に高ひずみ領域が現れた。中央の流動末端では樹脂ならびにGFが引張方向に直交して配向しているため、GFの配合率を上げても強度は増大しない。GFRPを成形する場合、樹脂流動が重要であり、金型の設計や成形条件を十分検討する必要がある。

4. まとめ及び今後の展開

ポリカーボネートの引張試験において、金型やGFの配合率を変えたときの、局所ひずみ及び応力の経時的変化をDICを用いて評価した。GFRPとしての剛直性を期待して用いる場合、GF数%では不足であり、一般に流通する20%程度は必要であることが示唆された。また、GFRPを成形する場合、樹脂流動が重要であり、金型の設計や成形条件を十分検討する必要がある。今回の結果は技術支援のためのデータとして蓄積する。

【参考文献】

1. 荒木真由美, 三浦 栄一, プラスチック成形加工学会 第36回年次大会要旨集, 2025

PC12 細胞を用いた食品成分の神経保護作用評価

瀬戸山 央 (化学技術部環境安全・バイオグループ)

1. はじめに

近年、平均寿命の延伸、高齢化に伴い認知症をはじめとする神経疾患の発症が増加している。神経疾患発症後の治療は困難であり、完治を目指すよりも進行抑制や症状緩和が主となるため、神経疾患発症前に防ぐことが重要である。その方法の一つとして日常の食品摂取による神経保護があるが、食品の神経保護作用については動物を用いた脳機能を中心として評価されており費用と時間を要する。そのため簡便な食品の神経保護作用評価方法の構築が望まれている。

本研究は、食品成分の神経保護作用について、神経のモデル細胞であるラット褐色細胞腫 PC12 細胞を用いて簡便に評価できる評価系の構築を目的とした。本稿では主に生存率と活性酸素 (ROS) 生成量に着目して 2 つの食品成分 (クロロゲン酸, シアニジン-3-ルチノシド) の評価を行ったので報告する。これにより、神経保護作用をもつ新たな食品や機能性成分の迅速なスクリーニングが低コストで可能となり、新規機能性食品の開発を促進することができる。

2. 実験

2.1 材料

ラット褐色細胞腫 PC12 細胞 (JCRB0733) は、JCRB 細胞バンク (国立研究開発法人 医薬基盤・健康・栄養研究所) から分譲されたものを用いた。シアニジン-3-ルチノシドは長良サイエンス株式会社、Cell Counting Kit-8、ROS Assay Kit -Highly Sensitive DCFH-DA は株式会社同仁化学研究所、その他の試薬は富士フィルム和光純薬株式会社のものを用いた。

2.2 PC12 細胞への酸化ストレス誘導条件の検討

PC12 細胞は RPMI1640 培地 (10% horse serum, 5% fetal bovine serum を含む) を用いて培養を行った。培養は CO₂ インキュベーター (MCO-170AIC-PJ, PHC ホールディングス株式会社) を用い、37°C、CO₂ 濃度 5% の条件で行った。PC12 細胞は 1.0×10⁴ cells/well となるように 96well マイクロプレート (Collagen TypeI coated Multiwell Plate 96well, AGC テクノグラス株式会社) に播種し、24h 前培養を行った。酸化ストレスを誘導するため、H₂O₂ (終濃度 0, 50, 100, 200, 300 μM) を加え、2h および 4h 処理後に Cell Counting Kit-8 を用いて細胞生存率の測定を行った。独立した 3 回の試験を行い、結果は平均値±標準偏差として表示した。

2.3 酸化ストレス誘導 PC12 に対する食品成分の神経保護作用評価

PC12 細胞を 1.0×10⁴ cells/well となるように 96well マイクロプレート (Collagen TypeI coated Multiwell Plate 96well, AGC テクノグラス株式会社) に播種し、24h 前培養を行った。その後、クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) を終濃度 5, 10 μM となるように加え 24h 培養を行った。その後、酸化ストレス誘導のため H₂O₂ (終濃度 300 μM) を加え 2h 培養後、Cell Counting Kit-8 を用いて細胞生存率の測定を行った。

PC12 細胞を 1.0×10⁴ cells/well となるように 96well マイクロプレート (CELLCOAT, Collagen, μClear, 96well, 株式会社グライナー・ジャパン) に播種し、24h 前培養を行った。その後、クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) を終濃度 5, 10 μM となるように加え 24h 培養を行った。その後、酸化ストレス誘導のため H₂O₂ (終濃度 300 μM) を加え 2h 処理後、ROS Assay Kit -Highly Sensitive DCFH-DA を用いて、活性酸素 (ROS 生成量) の測定を行った。測定条件は、マルチモードマイクロプレートリーダー (Infinite® 200 PRO, Tecan) にて励起波長 490 nm, 蛍光波長 530 nm とした。すべての試験は独立して 3 回行い、結果は平均値±標準偏差として表示した。

3. 考察及び今後の展開

PC12 細胞への酸化ストレス誘導条件を決定するため、H₂O₂ (終濃度 0, 50, 100, 200, 300 μM) を加え、2h および 4h 培養を行った。生存率の結果を図 1 に示す。H₂O₂ を加えない場合を生存率 100% とした場合、H₂O₂ 濃度依存的に生存率は低下する傾向が見られた。また、生存率は H₂O₂ 終濃度 200 μM までは 2h と 4h でほぼ差が見られなかったが、300 μM では 2h よりも 4h で顕著に生存率の低下が認められた。

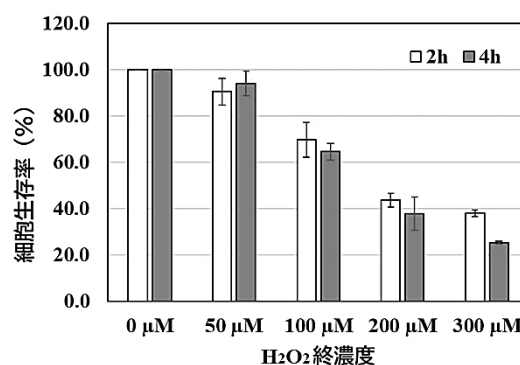


図 1 H₂O₂ 処理による PC12 細胞の生存率

そこで、PC12 細胞への酸化ストレス誘導条件は H₂O₂ 終濃度 300 μM、処理時間 2h に決定した。

本研究では、我々が日常的食事などから摂取する食品成分のうち、コーヒーに多く含まれているポリフェノール類であるクロロゲン酸¹⁾および果実ベリー類に多く含まれているアントシアニン類であるシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R)²⁾に着目し、これらの神経保護作用を明らかにするため、酸化ストレス誘導した PC12 細胞の生存率を指標として評価を行った。クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) を 24h 細胞に処理した後、H₂O₂ (終濃度 300 μM、処理時間 2h) により酸化ストレス誘導した際の生存率を図 2、図 3 に示す。

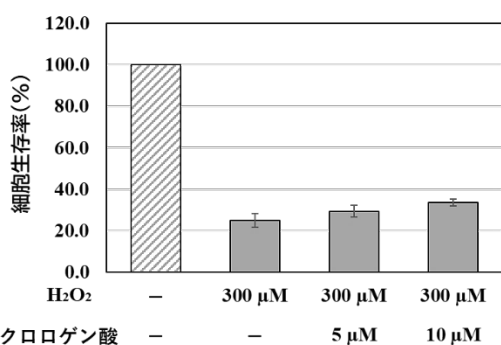


図 2 クロロゲン酸処理による酸化ストレス保護作用

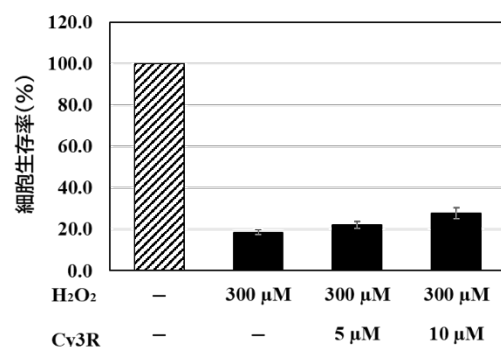


図 3 シアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) 処理による酸化ストレス保護作用

PC12 細胞に対し H₂O₂ にて酸化ストレス誘導を行うと生存率は約 20% となり著しく低下した。一方、クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) を酸化ストレス誘導の前に処理した場合、どちらも濃度依存的に生存率の上昇が認められた。このことから、クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) が H₂O₂ による酸化ストレスに対して細胞保護作用を示すことが示唆された。

H₂O₂ による酸化ストレス誘導では細胞内に活性酸素 (ROS) が生成し、生存率の低下の要因となる。そこで活性酸素 (ROS) 生成量の測定を行った。その結果を図 4 および図 5 に示す。

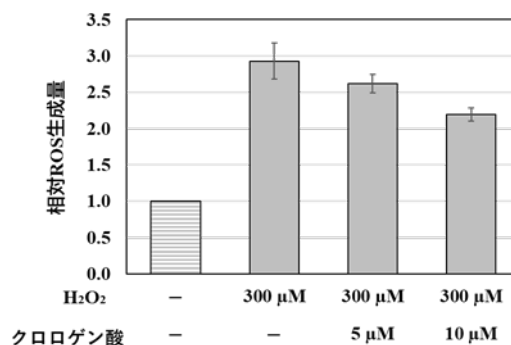


図 4 クロロゲン酸処理による ROS 生成量への影響

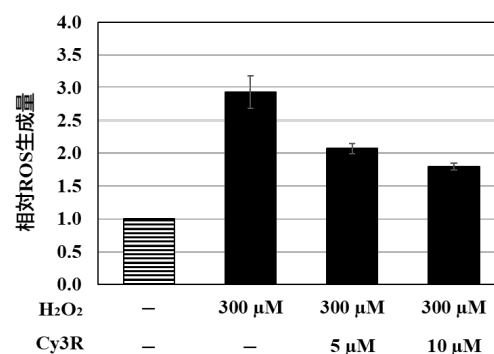


図 5 シアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) 処理による ROS 生成量への影響

PC12 細胞に対し H₂O₂ にて酸化ストレス誘導を行うと ROS 生成量は約 3 倍となった。一方、クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) を酸化ストレス誘導の前に処理した場合、どちらも濃度依存的に ROS 生成量を抑制することが認められた。このことから、クロロゲン酸およびシアニジン-3-ルチノシド (Cy3R) が H₂O₂ によって生じる細胞内 ROS の生成量を抑制し、細胞生存率を上昇させ、細胞保護作用を示すことが示唆された。

以上のように PC12 細胞を用いて細胞生存率と ROS 生成量を指標として測定することで、食品成分の神経保護作用評価を迅速に行うことが可能となる。今後、本研究の手法を用いて様々な食品素材、成分に対して評価を行うことを考えている。

【参考文献】

- 河野洋一; 藤田和弘. コーヒー豆中のクロロゲン酸類と総ポリフェノールの分析. *分析化学*, 65.6, 331-334 (2016).
- Antognoni F, Potente G, Mandrioli R, Angeloni C, Freschi M, Malaguti M, Hrelia S, Lugli S, Gennari F, Muzzi E, et al., *Antioxidants*, 9(8), 677 (2020).

【外部発表】 論文発表 1 件

電解オゾン生成器における塩化物イオンによる オゾン生成への影響の検討

岩本卓治, 祖父江和治 (化学技術部環境エネルギーグループ)

1. はじめに

近年, 一般家庭へ普及しているポータブル型電解オゾン水生成器において, その性能評価 (溶存オゾン濃度の正確な測定) と, NaCl 添加が及ぼす影響を検証した既報¹⁾について概説する。

日本の水道水には遊離塩素が含まれるため, 正確なオゾン濃度測定には塩素の影響を受けないアシッドクロムバイオレット K (ACVK) 法²⁾が不可欠である。しかし, 実務現場では塩素の影響を受けるよう素滴定法²⁾やインジゴ法²⁾などの誤った測定法が散見され, 正しい濃度が把握されていない現状があった。一方, 一般家庭にある NaCl を添加して電気伝導度を高めることで, オゾン生成が促進されるのではないかといった相談が当所に寄せられることもあった。しかしながら, このような NaCl 添加が実際のオゾン生成特性や測定系に及ぼす影響については検証が必要であった。

これに対し既報¹⁾では, 適切な測定法 (ACVK 法) を用いた評価の重要性を示した上で, NaCl 添加時の電解による溶存オゾン濃度挙動と, それがオゾン生成に及ぼす影響を明らかにし, オゾン水生成器の的確な性能把握につながる知見を得た。本稿では, この NaCl 添加時の電解特性に関する知見を中心に報告する。

2. 実験方法

既報¹⁾における電解時の挙動評価は, 図 1 に示す実験装置を用いて行われた。110 mL スクリュー管瓶に被処理水 100 mL を入れ, 市販のペンタイプ電解オゾン水生成器を浸漬させた。電解処理は水温 23 ± 1 °C で約 40 秒間行い, 処理中は溶液を 400 rpm で撹拌した¹⁾。

なお, 既報¹⁾では 7 種類の被処理水を用いて実験を行っているが, 本報告における現象の説明においては, そのうち 5 種類の水溶液 (水道水および電気伝導度を調製した NaCl 添加水溶液) を対象とすることで最低限の解説が可能であるため, これらを抜粋して評価を行った。本実験に供したベースとなる水道水の水質特性を表 1 に, この水道水に NaCl 添加量を変化させた 5 条件の各被処理水の電気伝導率および pH を表 2 に示す。なお, 表 1 の水質データは既報¹⁾に示された 3 条件のうち本報告の評価対象となる 1 条件を抜粋したものであり, 各水質項目の測定方法については, 本報告において新たに付記した。また, これら表 2 の各数値は既報¹⁾より抜粋したものである。

電解処理後の評価項目としては, 吸収スペクトル ACVK

法による溶存オゾン濃度, 吸収スペクトルおよび DPD 吸光度法による遊離塩素濃度とした¹⁾。

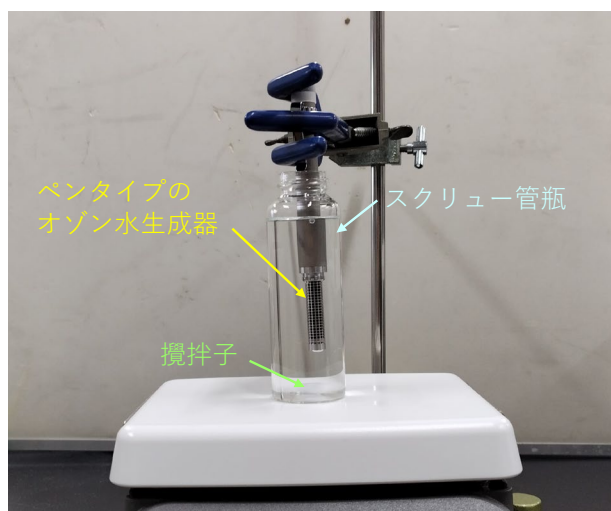


図 1 実験装置

表 1 電解に供した水道水の水質
(既報¹⁾より 1 条件を抜粋)

水質項目	測定値	測定方法
F ⁻	< 0.1 mg/L	イオンクロマトグラフ法
Cl ⁻	8.8 mg/L	イオンクロマトグラフ法
NO ₃ ⁻	3.6 mg/L	イオンクロマトグラフ法
SO ₄ ²⁻	22 mg/L	イオンクロマトグラフ法
遊離塩素	0.26 mg/L	DPD吸光度法
NPOC ^{※)}	0.41 mg/L	燃焼触媒酸化方式TOC計
pH	7.2	ガラス電極法

※) 不揮発性有機炭素濃度

表 2 水道水に NaCl を添加した被処理水の電気伝導度
および pH (既報¹⁾より 5 条件を抜粋)

	被処理水100 mL中 のNaCl添加量(g)	電気伝導度 (mS/m)	pH
Run1	0	14.4	7.2
Run2	0.01	34.0	7.2
Run3	0.05	108	7.2
Run4	0.1	197	7.2
Run5	0.2	379	7.3

3. 実験結果および考察

3.1 電解処理水の生成種評価および濃度挙動

表 2 に示す被処理水を電解した際の処理水の吸収スペクトルを図 2 に、電解処理水における溶存オゾン濃度 (ACVK 法で測定) と遊離塩素濃度 (DPD 吸光光度法で測定) の関係を図 3 に示す。なお、これらの図は既報¹⁾のデータを基に本報告の評価に必要な 5 条件 (Run1~Run5) を抜粋して再作図したものである。

(1) 吸収スペクトルによる生成種の評価

水道水のみ (NaCl 添加量 0 g, 表 2 の Run1) を電解した処理水は 258 nm 付近に吸収極大波長を示した (図 2)。これは溶存オゾンの吸収極大波長²⁾と一致していた。また、この時の溶存オゾン濃度は 0.40 mg L^{-1} であった¹⁾。

次に、水道水に NaCl を添加した被処理水 (表 2 の Run2~Run5) の電解処理水について、同様に図 2 の吸収スペクトルから変化を調べた。NaCl 添加量が増加することで、吸収極大波長が長波長側へとシフトし、特定の添加量において 292 nm 付近に吸収極大波長を示した。さらに NaCl を増加させた場合には、吸収極大波長は変化せず、吸光度のみが増加した¹⁾。

先行研究において、次亜塩素酸ナトリウム溶液の吸収スペクトルは中性付近で 236 nm と 292 nm に吸収極大を持つこと³⁾、および塩化物イオンを含む水道水を電解すると次亜塩素酸が生成すること⁴⁾が報告されている。本実験においても NaCl を添加した場合には、電解オゾン生成器によって次亜塩素酸が生成したと考えられた¹⁾。

(2) 溶存オゾン濃度と遊離塩素濃度の関係

一方、NaCl 添加量を変えた時の電解処理水中における溶存オゾン濃度と遊離塩素濃度の関係 (図 3) を見ると、NaCl 添加量が増加するにつれて溶存オゾン濃度は減少し、逆に遊離塩素濃度は増加することを確認した。また、NaCl の添加量によってはオゾンと遊離塩素が共存している領域があると考えられた¹⁾。

但し、ここで示した遊離塩素濃度は DPD 吸光光度法で測定した値であり、DPD 試薬はオゾンとも反応する。したがって、溶存オゾンが同時に検出されている NaCl 添加量の範囲においては、示された数値にオゾンによる影響が含まれていることを考慮しなければならない¹⁾。

こうした測定上の特性を踏まえても、本実験結果から、電解時のアノードではオゾン生成反応と塩素生成反応が競合していると考えられた。被処理水中の Cl^- イオン濃度が増加したことで、オゾン生成よりも塩素生成の反応が支配的になったと推測された¹⁾。

3.2 遊離塩素共存化における溶存オゾン濃度測定法の提案

前節の知見から、水中に Cl^- が存在する環境下で電解オゾン水生成器を用いた場合には遊離塩素が副生することがわかった。したがって、そのオゾン水中の溶存オゾン濃度は、遊離塩素の影響を受けない ACVK 法で測定する必要がある。

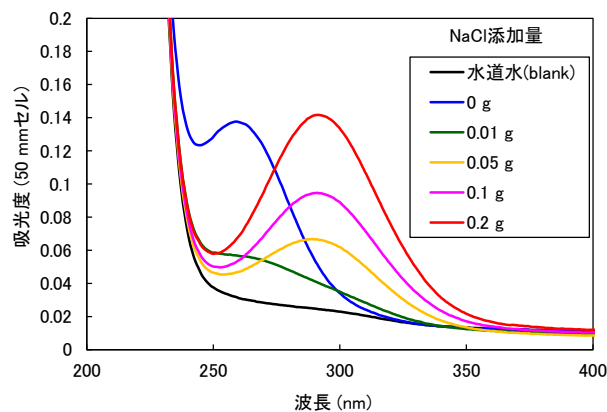


図 2 電解処理水の吸収スペクトル (既報¹⁾のデータを基に 5 条件を抽出して筆者再作図)

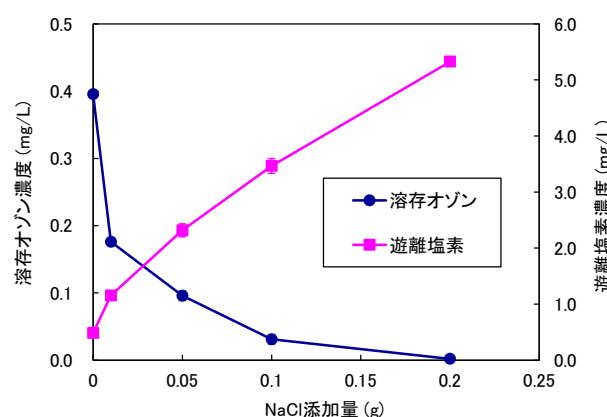


図 3 NaCl 添加量に対する各成分濃度の変化 (既報¹⁾のデータを基に 5 条件を抽出して筆者再作図)

4. おわりに

本研究では、水道水への NaCl 添加が電解生成物に及ぼす影響を検討した。その結果、水道水への NaCl 添加量の増加はオゾンの生成に寄与しないばかりか、その濃度を減少させ、結果として遊離塩素が副生するだけであることを明らかにした。

このように、遊離塩素が副生する環境下においては、よう素滴定法やインジゴ法などの塩素の干渉を受ける測定法では溶存オゾン濃度を正確に把握することが困難となる。よって、遊離塩素の影響を受けずに選択的な測定が可能な ACVK 法を適用する必要がある。

【参考文献】

1. 岩本卓治ら, 医療・環境オゾン研究, 29(4), 151-159(2022)
2. 特定非営利活動法人日本オゾン協会, オゾン濃度測定方法—改訂版, 17-29(2016).
3. S. Nakagawara et al., *Anal. Sci.*, 14, 691-698(1998)
4. 石岡久道ら, 富士時報, 76, 133-136(2003)

【外部発表】 口頭発表 2 件, 論文発表 1 件

研究報告 2026 目次 【川崎技術支援部】

【論文】

- ◆光触媒による人工光合成の効率評価法の確立・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 38
 落合剛，青木大輔，戸邊智之，濱田健吾（川崎技術支援部 光機能評価グループ）
 西野実沙（川崎技術支援部 材料解析グループ）
- ◆光触媒評価における接触角測定法についての研究・・・・・・・・・・・・・・・・ 41
 齋藤歳夫，青木大輔，濱田健吾，落合剛（川崎技術支援部 光機能評価グループ）

光触媒による人工光合成の効率評価法の確立

落合剛，青木大輔，戸邊智之，濱田健吾

(川崎技術支援部光機能評価グループ)

西野実沙

(川崎技術支援部材料解析グループ)

1. はじめに

人工光合成は、太陽光エネルギーを化学エネルギーへ直接変換する革新的技術として、研究開発が世界的に加速している。特に、光触媒を用いた水分解反応^{1,3}は、CO₂を排出しない水素製造プロセスとして注目されており、カーボンニュートラル社会の実現に向けた中核技術と位置づけられている。2025年9月に環境省が公表した『人工光合成の社会実装ロードマップ』(図1)⁴では、光触媒による水素生成について「2035年までに太陽光エネルギー変換効率(STH)10%を達成する」という明確な数値目標が掲げられた。また、光触媒材料の耐久性向上や微細構造制御が今後の研究開発における重要課題として示されている。

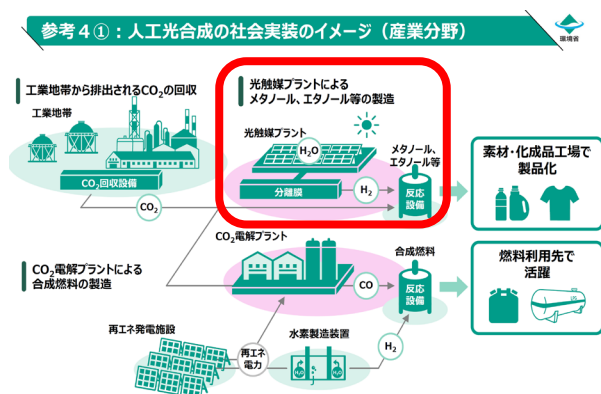


図1 「人工光合成の社会実装ロードマップ」より（環境省，2025年9月）https://www.env.go.jp/press/press_00621.html

しかしながら、光触媒材料の性能評価には多くの技術的課題が存在する。評価指標は、STH、外部量子効率(EQE)、耐久性など多岐にわたり、これらを総合的に扱うためには、光源、電気化学測定装置、水素分析装置、表面微細構造解析装置など、多様な設備と専門知識が必要となる。特に光電気化学測定とガスクロマトグラフィーによる水素分析を組み合わせた総合評価を一貫して実施できる機関は国内外でも限られており、研究開発のボトルネックとなっている。

そこで本研究では、光触媒材料の性能を正確かつ再現性よく評価するため、標準TiO₂電極の作製、光電気化学測定システムの構築、水素生成量の定量とSTH算出法の確立を行い、KISTECにおける人工光合成の効率評価法の確立を目指した。

2. 実験と結果

光触媒材料の性能評価において、再現性の高い標準試料の存在は不可欠である。本研究では、古典的な方法として知られる、チタン板をバーナーで1300°C程度に加熱し、表面にTiO₂層を形成する手法²を参考にしつつ、照射面積が直径20mmとなるように電極を加工した。

この電極を作用極として、三電極式の光電気化学測定セル(光照射H型セルVB11A, (株)イーシーフロンティア)に接続し、対極にPt, 参照電極にAg/AgCl(RE-1CP, ビー・イー・エス(株))を用いて電気化学測定に供した(図2)。電解質には0.5M Na₂SO₄水溶液を使用し、電気化学測定システムHZ-7000(明電北斗(株))にて、照射による電流-電位曲線の変化を測定した^{1,3}。

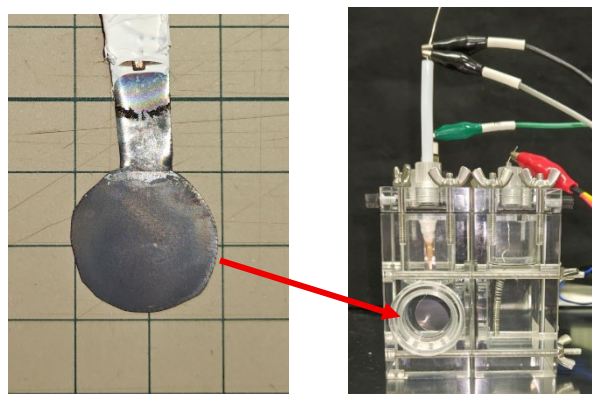


図2 作製した酸化チタン標準電極(左)と、それを組み込んだ光電気化学測定セル(右)

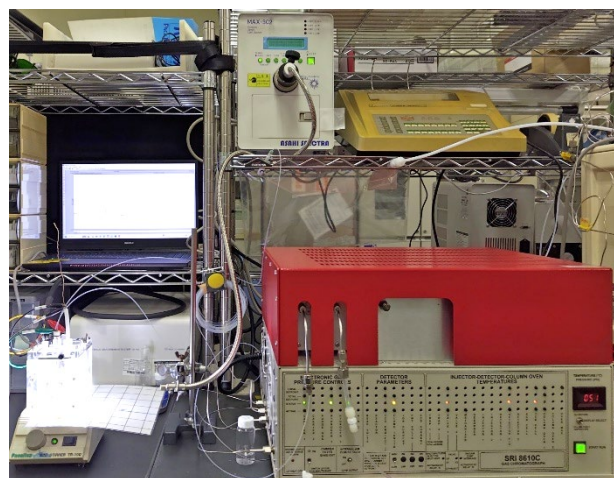


図3 光電気化学測定セル(左下)を組み込んだ水分解水素生成効率評価システム

さらに、既報¹⁻³を参考に、光照射、電流応答、水素生成量の測定、STH 算出までを一貫して行える光電気化学測定システムを構築した。図3に示したように、標準 TiO₂電極を組み込んだ光電気化学測定セルと、人工太陽光源、ガス分析装置などを統合した。

光源はキセノン光源 MAX-302 (VIS タイプミラーモジュール装着、朝日分光株)を用い、太陽分光放射計 S-2440にて照度 100 mW/cm²になるよう調整した。光照射位置と角度は治具により固定し、測定の再現性を確保した。

水素生成量は、Activated Charcoal カラムと TCD 検出器を接続したガスクロマトグラフ Model 8610C (SRI インストルメント・ジャパン)を用い、窒素をキャリアガスとして定量した。光電気化学測定セルの、対極側の気相を 30 mL/min で吸引しつつ、2分おきに水素生成量を定量した。

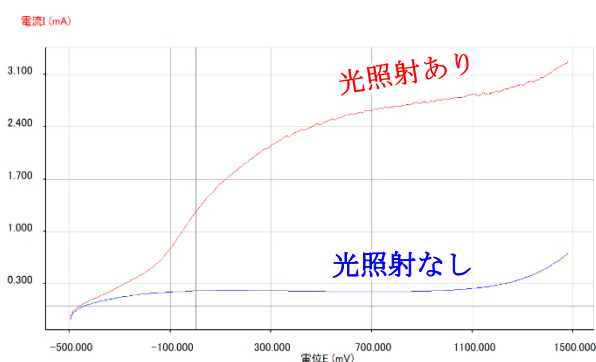


図4 光電流応答測定結果 (初期電位-0.5 V, 最終電位 1.5 V, 掃引速度 0.1 V/s)

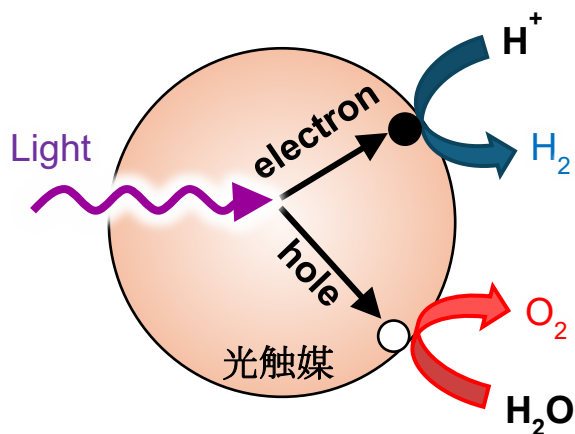


図5 光触媒による光電気化学的水分解の概念図

これを用いた光電流応答測定結果を図4に示した。この電流-電位曲線から、光照射の有無による電流応答の違いが明確に確認できる。光照射なしの場合(青)、1.5 V付近までほとんど電流が流れていない。一方、光照射ありの場合(赤)、-0.2 V程度から急激に電流値が上がっている。これは、図5に示した通り、励起電子が水素発生に(この実験では図に示したような光触媒表面での反応ではなく外部回路を経由して対極の Pt 表面での反応)、正孔が水の酸

化および酸素発生に、それぞれ寄与していることを示唆している。光照射のオン・オフを繰り返した際には、光照射オンで電流が瞬時に立ち上がり、オフで急減する典型的な光電流応答が観察された。この応答速度の速さは、TiO₂のキャリア寿命が短く、表面における反応が迅速に進行していることを示す。このとき、光電流密度は 0.66 mA/cm²程度となった。また、オン・オフを繰り返しても電流値がほぼ一定であることから、短時間の照射では電極の劣化がほとんど生じていないことが確認された。これらの特性は、標準試料として妥当といえる。

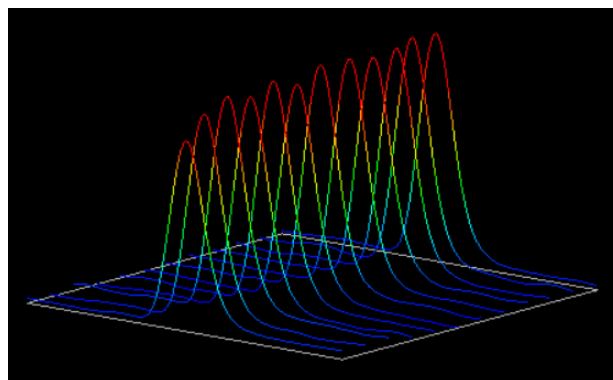


図6 水分解水素発生量測定結果

図6に、ガスクロマトグラフによる水素生成量測定結果を示した。光照射下での水素生成量を基に算出した STH は 0.8%となった。この値は、現状の TiO₂の性能(約 1%)と一致しており、測定系が正しく構築されていることを示す。また、電流値と水素生成量の整合性から、ファラデー効率 はほぼ 100%と算出され、電極表面での副反応が少ないことが示唆された。

3. 考察と今後の展開

光照射による電流値の増加および水素生成は、図5の反応が起きていることを示す。電流-電位曲線および STH は既報¹⁻³と同等の 1%弱であり、今回構築した系にて、光触媒による人工光合成の性能評価が可能であるといえる。

今後、環境省のロードマップにおける当面の目標 STH10%を達成するには、図7に示した点の改良が必要となる。とくに、光吸収、キャリア分離、表面反応の三要素を総合的に最適化する必要がある。TiO₂は光吸収が紫外領域に限られるため、可視光応答材料(BiVO₄, TaON, g-C₃N₄など)との組み合わせや、ナノ構造化による光吸収・キャリア移動の改善が有効と考えられる。また、短時間では劣化が見られなかったものの、長期照射では表面欠陥の増加や電極-電解質界面の腐食が生じることが知られており、100-1000 時間規模の耐久性評価が今後の課題である。

KISTEC では、性能評価法や微細構造解析法を組み合わせることで、これらの課題に対する研究開発を総合的に支援できる体制を整えている。

以上の結果から、本研究で構築した光電気化学測定系および水素生成効率評価法は、TiO₂光触媒の基礎性能を高い再現性で把握できるだけでなく、材料改良や構造最適化の効果を定量的に検証するための基盤技術として有効であることが示された。特に、光電流応答と水素生成量の整合性が高いことは、評価系そのものの信頼性を裏付ける重要な成果であり、今後の光触媒研究における標準的な評価手法として活用できる可能性を示している。

さらに、2035年にSTH10%を達成するためには、可視光応答材料の開発、ナノ構造化によるキャリア分離効率の向上、表面反応場の最適化、長期耐久性の確保など、多方面からのアプローチが必要となる。本研究で確立した評価法は、これらの課題に対して材料特性と反応性能を結びつけて議論するための「共通言語」として機能し、研究開発の方向性を明確化する上で大きな役割を果たす。

KISTECでは、光触媒・太陽電池評価で培ってきた知見に加え、微細構造解析、表面化学評価、耐久性試験などの技術を組み合わせることで、光触媒材料の性能向上に向けた総合的な支援が可能である。これらの技術基盤を活かすことで、環境省が掲げる人工光合成の社会実装ロードマップにおける「2035年STH10%」という目標に対し、科学的根拠に基づく研究開発支援を提供できる体制が整っている。

すなわち、本研究で構築した評価法は単なる測定手法にとどまらず、環境省の目標達成に向けた研究開発を実質的に後押しする技術的インフラとして機能し得る。今後もKISTECは、産学公連携を通じて光触媒研究の加速と社会実装に貢献していく。

【参考文献】

1. Fujishima, A.; Honda, K. Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature* 1972, 238, 37-38.
2. Fujishima, A.; Kohayakawa, K.; Honda, K. Hydrogen Production under Sunlight with an Electrochemical Photocell. *Journal of The Electrochemical Society* 1975, 122, 1487.
3. 藤嶋昭, 本多健一, 菊池真一, TiO₂半導体電極における光増感電解酸化, *工業化学雑誌* 1969, 72, 108-113.
4. 環境省, 人工光合成の社会実装ロードマップ, 2025年9月5日発表, https://www.env.go.jp/press/press_00621.html

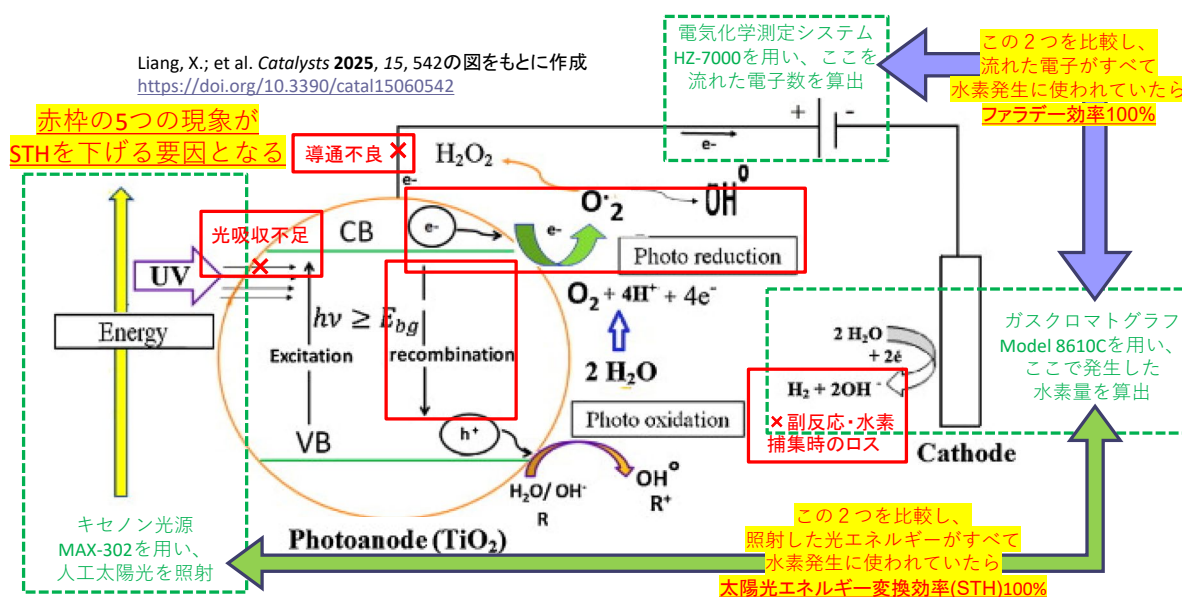


図7 水分解水素発生の効率向上のためのポイント

光触媒評価における接触角測定法についての研究

齋藤歳夫, 青木大輔, 濱田健吾, 落合剛
(川崎技術支援部光機能評価グループ)

1. はじめに

1967年に本多・藤嶋効果が発見されて以来、酸化チタンの光触媒は日本発の先進技術として大きく発展してきた。その超親水性と酸化分解力によるセルフクリーニング機能を活用した材料・部材は広く産業に応用され環境浄化等のビジネスとして世界に普及し発展しつつある。またその過程でJISやISO国際標準が制定されて適正な評価方法が確立されてきた。しかしながら光触媒機能評価を日々実施する中でいくつかの課題があると考えられる。ひとつはオレイン酸を再現良くディップ塗布（以下、ディップ塗布法）してもサンプル表面の形状により異なる初期接触角が観察され、更に初期接触角を大きくするため手塗り（以下、手塗り法）で行うとディップ法と異なる分解速度を示す。国際標準による評価が市場における商品の優劣に影響するため、その差異のメカニズムを明らかにする必要がある。

具体的な内容としてオレイン酸の塗布方法が手塗り法とディップ塗布法と二つの塗布方法が並立し、それぞれ違う分解速度を示すこと、また試料表面の微細な形状で十分な初期接触角が得られないことが問題点である。これらを検討するため、手塗り塗布に対するディップ塗布のオレイン酸の付量を実測し、更に光触媒によってオレイン酸が分解していく様子を精密な重量測定で追跡し、併せて接触角の変化を測定した。また初期接触角の差異について基材であるガラスの比表面積を計測してオレイン酸を塗布した接触角と比較することで基材表面による差異について検討した。

2. 実験と結果

2.1 実験方法

使用装置として接触角測定は協和界面科学の接触角計DMs-401、精密重量は島津製作所の分析天秤のオートゼロ機能を停止して、ドリフト量を修正しながらAUV220Dで測定、ディップ装置は写真のSDI製DT-0001-N1を使用。

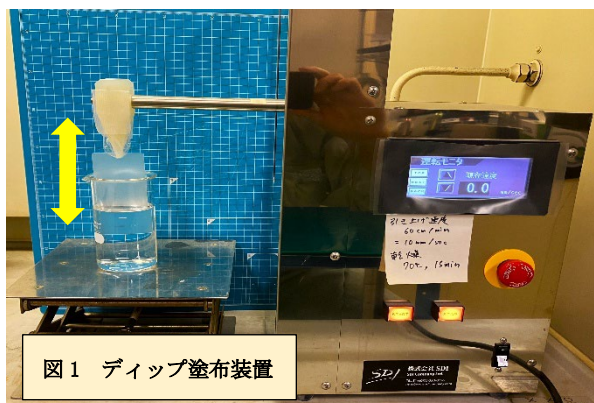


図1 ディップ塗布装置

光触媒は日本曹達のビストレイターを用いた。ガラス基材はパイレックスおよび東新理興の平滑面、スリ面を使用した。ディップ塗布による付き量測定は繰り返し法（写真の両矢印）による重量測定を実施、開放系による蒸発を補正した。表面積測定では酢酸エチルで表面を脱脂処理後、水接触角を計測して比較した。

2.2 実験結果

ISO27448において水接触角試料のオレイン酸塗布は“手塗り”による方法と“ディップ”による方法が並立している。その後のUV照射時に照度をそれぞれ2mW/cm²、1mW/cm²とし光触媒による分解を行うが、“手塗り”と“デ

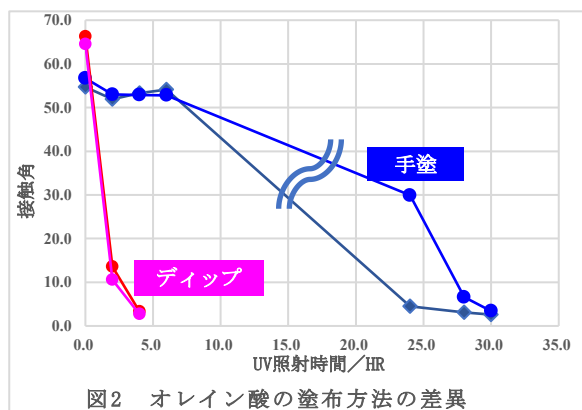


図2 オレイン酸の塗布方法の差異

ィップ”では結果である到達時間に差異がある。(図2) 次に同じディップ塗布を選択したにも関わらず表面状態“平滑なガラス面”と“スリガラス面”で初期接触角

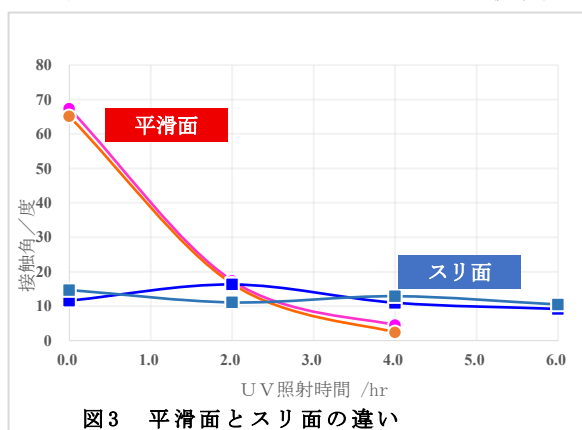


図3 平滑面とスリ面の違い

が大きく異なる。(図3)

以上を明らかにすべく、最初にディップ塗布のオレイン酸の付き量を比較することから始める。手塗りはオレイン酸付き量が2mg/100cm²という明確な規定があるが、ディップ塗布ではどの程度オレイン酸が付いているのか分からない。ディップ塗布の膜厚は次式で示される。¹⁾²⁾

$$h=C(\mu\text{g})^{1/2} \quad (1)$$

C は係数, h は液体の膜厚, μ は液体の粘度, u は流れる速度, ρ は液体の密度, g は重力加速度である. C を 1 とし て ISO 記載の手順でディップ塗布を行うと 1.0 mg/100 cm^2 の計算結果が得られた. 手塗に対して約 1/2 の付き量である. しかし経験的には更に付き量が少ないとの感触がある. 従って, ディップ塗布による付着持ち出し液量を繰り返し測定する方法で実験確認を行った. ISO 記載の通り 0.5% のオレイン酸を含むヘプタン溶液を準備し, 手早く複数回のオレイン酸溶液のディップ塗布を実施.

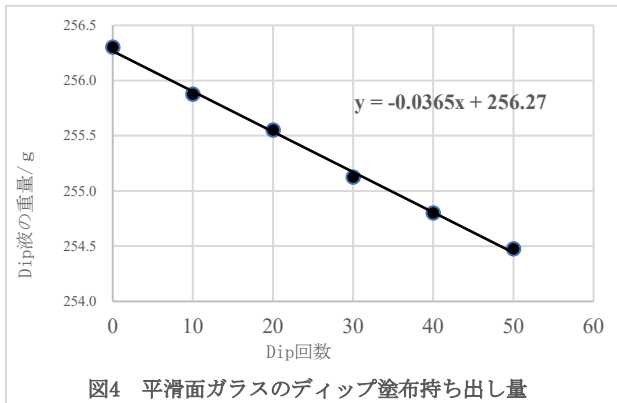


図4 平滑面ガラスのディップ塗布持ち出し量

10 回毎に重量を測定して持ち出し量を測定した. (図 4) 実験の結果, 表面が平滑なガラスであればディップ塗布 1 回毎にオレイン酸ヘプタン溶液を 0.0365 g 持ち出す. 実験に使った試験片は両面で 85 cm^2 に塗布されているので, これで体積を除すれば膜厚 6.3 μm が得られる. また 0.0365 g 液に 0.5% のオレイン酸が溶解しているので平滑面のオレイン酸付き量としては 0.215 mg/100 cm^2 となる. 以上から手塗りに対しディップ塗布は約 1/10 の付き量となる. こちらのほうが実験結果に合致していると考え.

次に光触媒によるオレイン酸の分解速度について検討を行った. オレイン酸を手塗した試料を作製して, UV 照射しながら重量を測定する方法を採用した. 実験では 45 cm^2 ガラスを使用したため, 0.9 mg が 2 mg/100 cm^2 に相当する. 光触媒として日本曹達のビストレイターを使用すると UV 照射下 (2mW) では約 0.026~0.03mg/hr の速度で分解する. (図 5)

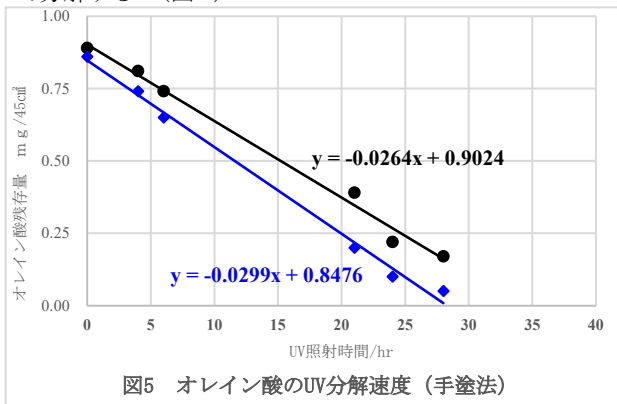


図5 オレイン酸のUV分解速度 (手塗法)

従ってこの実験系ではオレイン酸 2 mg/100 cm^2 は約 30~40 時間で分解することになる. 次にオレイン酸の残存量と水接触角の関係を調べたものが図 6 である.

ビストレイター光触媒によるオレイン酸の分解反応は進

行するものの暫くは接触角の変化は殆んど起きない.

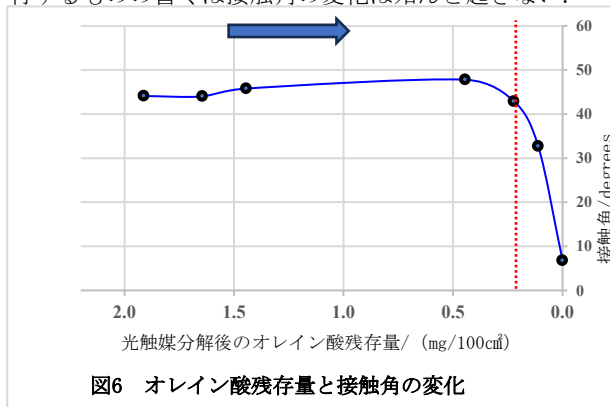


図6 オレイン酸残存量と接触角の変化

オレイン酸の残存量が 0.2 mg/ cm^2 (残存量として 10% 程度でディップ塗布量と略同じ) より少なくなると急速に接触角が低くなっていく. ここで手塗り法とディップ法の違いを思い起こせば, 正にオレイン酸の塗布付き量の違いが接触角挙動の違いに他ならないと考える.

また接触角が低下する理由は表面のオレイン酸分子が減少して代わりにビストレイター加工面が露出することによると考える. しかし最初はビストレイター加工面が露出せずオレイン酸連続塗布膜が残っていて, ある厚み限界を過ぎると徐々に露出していくことを示唆している. 手塗の場合, オレイン酸分子層は分子断面積 (48 Å^2)³⁾ から数十層の厚さを有し, ビストレイター加工面側から光触媒による分解が始まる. 分子層が薄くなると接触角の低下が観測される. 炭素数 18 個のオレイン酸の末端が反応すれば直接炭酸ガスと水になるが, 炭素数が 3 個以下の低級アルコールや, 短鎖脂肪酸であればかなりの蒸気圧を示すので光触媒表面から離脱していく. そして閾値を超えると徐々に光触媒塗布面が現れて水接触角が低下する.

複合面の接触角の取り扱い Cassie の方法⁴⁾がありこれは素材がよく混ざり合っているのが前提条件で構成する材料の表面比率から接触角が計算できる. ここではオレイン酸とビストレイターである.

複合面の表面比率をビストレイター表面 : オレイン酸表面 = $f_1 : f_2$ とし, 比率が満たす条件として $f_1 + f_2 = 1$

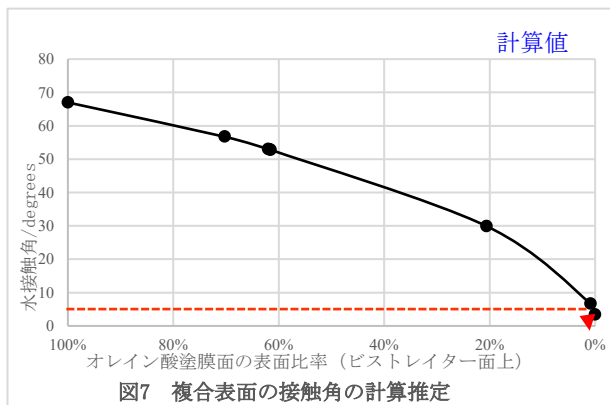


図7 複合表面の接触角の計算推定

であれば以下のように表せる.

$$\cos\theta_{\text{複合面}} = f_1 \cdot \cos\theta_1 + f_2 \cdot \cos\theta_2 \quad (2)$$

ここで実測データとしてビストレイター表面の接触角

を3°，オレイン酸表面の接触角を67°として複合面の接触角が10°低下するにはオレイン酸の表面比率が70%程度，半分の30°になるのは20%程度で，5°以下になるのはオレイン酸表面が1%以下と推定できる．計算結果を図7に示す．

次に平滑面とスリ面の接触角の違いについて検討を進める．数々のガラスやタイルにオレイン酸ヘプタン液をディップ塗布して接触角を測定すると同じ処理を実行したにもかかわらず下地により異なる接触角を示す．オレイン酸の表面張力は33dyne/cmなのでオレイン酸層の上に水滴を乗せると濡れ広がらずに丸くなる．即ち大きな接触角を示すことが期待される．しかし平滑な表面では高い角度が観察されるが，スリ面などではある程度濡れ広がってしまう．この現象について発生する機構を検討し違いを明らかにする．仮説として以下が考えられる．

(A) スリ面にディップ塗布するとオレイン酸の付量が少ないのではないかと．
 (B) スリ面の凸凹により実際の表面積が増え固体表面と固液界面の表面エネルギー(表面張力)が増加するため接触角が低くなる．(A)項については前節と同様にディップ液の持ち出し量から測定でき0.35 mg/回であることが分かった．これは平滑面の持ち出し量より多く，付き量が少ないために接触角が小さいという仮説は否定される．次に(B)実際の表面積増加に対応した表面エネルギー変化について検討を進める．ところで平滑で清浄なガラス面に対する接触角は何度を示すのか経験的に最も大きな角度は69°である．この値はオレイン酸の表面張力と水の表面張力とどの様な関係があるのか．固体表面のぬれはYoungの式で表現される．

$$\gamma_{OL} = \gamma_{H_2O} \cos \theta + \gamma_{H_2O/OL} \quad (1)$$

θ を求めるには水とオレイン酸界面の界面張力を知る必要がある．ここでは2つの相を接触させた時に減少する自由エネルギーについてGirifalco-Goodの取り扱いを適用⁵⁾する．一様な平滑面ではGirifalco-Goodの分子間表面引力の理論からガラス上のオレイン酸膜と水の界面張力 $\gamma_{H_2O/OL}$ は以下の(3)式で表せる．⁵⁾⁶⁾

$$\gamma_{H_2O/OL} = \gamma_{H_2O} + \gamma_{OL} - 2\Phi (\gamma_{H_2O} \times \gamma_{OL})^{1/2} \quad (3)$$

ここで $\gamma_{H_2O} = 72.5 \text{ mN/m}$ ， $\gamma_{OL} = 33.3 \text{ mN/m}$ ， $\Phi = 1.0$ (カルボン酸 ≈ 1.0)⁶⁾を代入すれば水/オレイン酸の界面張力として7.6mN/mが求められる．

これをYoungの式を用いて接触角を求めると $\cos \theta$ は0.354で θ としては69°となりガラス平滑面にオレイン酸をディップ塗布した実験結果と略一致する．

上記を踏まえて改めてガラスの表面積を考えてみる．表面積の測定方法としては①Langmuirの吸着等温式を利用した方法，②画像による方法，③清浄な表面に対して水滴を落として接触角を測定する方法などがある．ここは③を用いてWenzel理論⁷⁾⁸⁾に基づいて表面積を測定した．まずはYoungの式を変形して(4)とする． θ_0 はガラス上の水の接触角， γ_s ， γ_{sl} ， γ_l はそれぞれ固体(ガラス)，固液界面(ガラス水の界面)，液体(水)の表面張力である．

$$\cos \theta_0 = (\gamma_s - \gamma_{sl}) / \gamma_l \quad (4)$$

表面張力(mN/m)は単位表面積あたりの過剰な表面エネルギー(mJ/m²)と同じで微細表面凹凸構造のため表面積がR倍大きくなったとすれば固体の表面エネルギー(γ_s)と固液界面の界面張力(γ_{sl})をR倍する必要がある．従ってYoungの式を面積補正して下記のWenzelの式を得る．

$$\cos \theta_R = (R\gamma_s - R\gamma_{sl}) / \gamma_l = R \cos \theta_0 \quad (5)$$

$\cos \theta_0$ は基準となる面の接触角， $\cos \theta_R$ は粗面の接触角，Rは比表面積である．即ち最も平滑な面の接触角の余弦($\cos \theta_0$)を基準にとり各ガラス表面の接触角を測定して余弦($\cos \theta_R$)との比を求めれば比表面積($R = \cos \theta_R / \cos \theta_0$)が分かる．測定にあたりガラス表面を脱脂のため酢酸エチルで表面を拭き取ってから水の接触角を測定した．(オレイン酸は塗布していない事に注意)

次のグラフは最も高い接触角を示すガラス表面(最も平滑)を基準として比表面積を測定したものである．

表1 水接触角によるガラス表面積測定

ガラス	表面	接触角					Ave.	σ	COS θ	面積比
東新理興	平滑面	46.2	49.0	50.6	48.2	46.9	48.2	1.7	0.67	1.45
東新理興	スリ面	13.9	16.0	11.2	11.6	17.7	14.1	2.8	0.97	2.11
PYREX	平滑面	62.3	61.5	62.8	64.1	62.6	62.7	0.9	0.46	1.00

最も平滑な表面(最も大きな接触角を示す)はパイレックスでこれを基準とすると東新理興のスリ面は2.11倍の比表面積を有する．

この得られた比表面積(R)を用いて検討を進める．仮説(B)はスリ面の凸凹により実際の表面積が増え，固体表面と固液界面の表面エネルギー(=表面張力)が増加するため接触角が低くなるという仮説であった．従って最も平滑と推定されるパイレックスガラスにオレイン酸をディップ塗布して接触角を測定し，それを面積補正して各種ガラスの推定値と実際に各種ガラスにオレイン酸をディップ塗布して接触角を実測した値を対比させてみる．その結果が図8である．

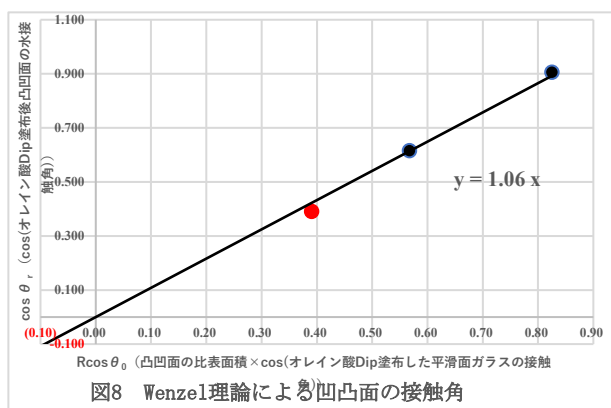
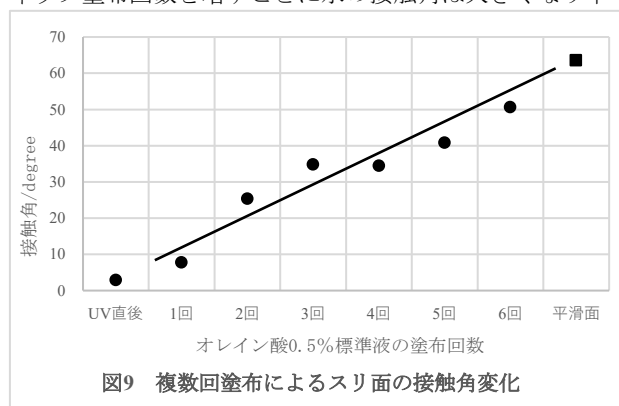


図8 Wenzel理論による凹凸面の接触角

$R \cos \theta_0$ を横軸に取りオレイン酸を塗布した各種ガラスの接触角を実測した値を縦軸に取ってデータをプロットすると原点を通る勾配が ≈ 1 の直線が得られた．この意味するところは実際にオレイン酸をディップ塗布したガラスの接触角の余弦は，最も平滑なガラス面にディップ塗布したガラスの接触角の余弦を面積補正した値に一致する．言い換えればオレイン酸をディップ塗布したガラス

表面が示す接触角は元々の基材であるガラスの凸凹の影響を受けているだけである。従って仮説(B)が粗面による接触角低下の説明として正しいと考える。

この結果から表面が粗いスリ面サンプルのような試料はディップ塗布で初期接触角が 20° 以下と低くなる。通常行われているISOのディップ塗布操作法では評価が難しいため、手塗り法のように一気に約10倍のオレイン酸付量まで増やし凹凸の表面を埋めることになる。その結果、優秀な光触媒で加工されていてもオレイン酸分解速度はかなり遅くなり、光触媒の効果が低く評価される。これでは市場に混乱を引き起こすことが懸念される。従って何らかの対応策を考える必要がある。要は表面の粗さを何らかの形で修正できればよいので、複数回ディップ塗布のような手段も考えられる。図9はオレイン酸0.5%液を重ね塗りした場合の水接触角の変化である。ディップ塗布回数を増すごとに水の接触角は大きくなり平



滑面の接触角に近づくことが分かる。

この接触角からオレイン酸に被覆された複数回ディップ塗布による固体表面張力変化を求める。まずはYoungの式とGrifalco-Goodの式から出発する。

前述のように水とオレイン酸の系においては $\phi \approx 1$ であるので2乗の乗法公式を使い、更に界面張力 γ_{sl} を消去すると次式が得られる。

$$\gamma_s = ((\sqrt{\gamma_s}) - (\sqrt{\gamma_1}))^2 + \gamma_1 \cos\theta \quad (6)$$

更に γ_s について解き、両辺を2乗すれば次式となる。

$$\gamma_s = \gamma_1 (1 + \cos\theta)^2 / 4 \quad (7)$$

以上より、オレイン酸をディップ塗布した固体の表面張力は液体の表面張力と固液界面の接触角から計算することが可能となる。

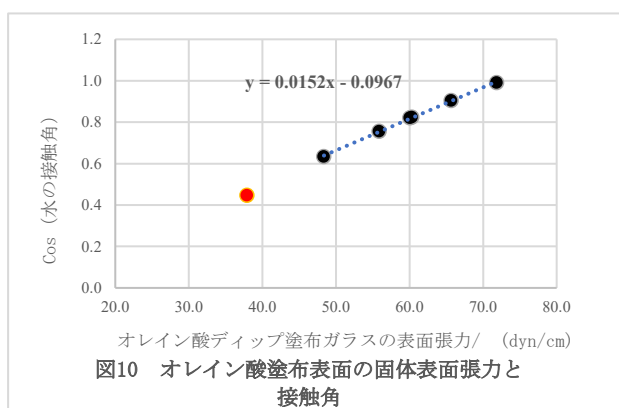


図10は複数回ディップ塗布したスリ面の固体表面張力の変化とその時の水接触角変化を示したものである。複数回塗布により水接触角が大きくなり粗面ガラスの固体表面張力は小さくなる。従って複数回ディップ塗布方法は、表面積が大きく測定不能なサンプルに対し、オレイン酸付量を上手に制御する方法と考える。

3. 考察と今後の展開

以上より、手塗り法とディップ塗布法の水接触角評価における差異はオレイン酸の塗布付き量の違いといえる。実際の持ち出し量実験を実施すると平滑面のガラスに対してディップ塗布法は手塗り法の1/9~1/10のオレイン酸付き量しかない。その付き量差は光触媒による分解速度差を引き起こす。また接触角の実測値は約1/10程度までの分解では接触角は変化せず、0.2 mg/100 cm²の残存量を過ぎてから接触角が急速に低下する。これはオレイン酸の分子断面積から塗布時のオレイン酸層は何十層にも積み重なり、ある閾値を過ぎると急速に接触角が低下するためと理解できる。次にオレイン酸塗布後の平滑面では高い水接触角が観察されるが、スリ面などでは濡れ広がってしまう現象は表面積の問題と考えられる。その表面積の問題を補って評価する方法として複数回塗布が有効である。複数回塗布方法は、表面積が大きな測定不能なサンプルに対し、オレイン酸付量を上手に制御する方法である。以上よりISOにおいてオレイン酸塗布において2方法の併存は国際標準がビジネスと直結しているため大きな問題である。手塗りはディップ塗布に対して約10倍のオレイン酸を分解する必要がある。到達照射時間表示に対して説明が必要と考える。関連する部署、関係者への働きかけを進めたい。

また残された課題として追加測定する実験は(1)オレイン酸複数回ディップ塗布によるオレイン酸付量の増加重量計測が必要。更に理論的な考察を深めるため、(2)水接触角に加えてヨウ化メチレン接触角を測定して各種の分子間力を分離した検討を行うべきと考える。

【参考文献】

1. 藤嶋昭他 光触媒実験法 北野書店 44 (2021)
2. 亀井三郎 化学機械の理論と計算 産業図書 36(1975)
3. 荻野圭三他 油化学 Vol.39, 398(1990)
4. A. B. D. Cassie, *Disc. Faraday Soc.*, **3**, 11 (1948).
5. L.A.Girifalco and J.Good,*J.Phys.Chem.*,**61**.904 (1957)
6. 井本稔 表面張力理解のために 高分子刊行会 79(1993)
7. 渡辺信淳他 表面および界面 共立出版 124(1973)
8. R. N. Wenzel, *J.Phys.*, *Colloid Chem.* **53**, 1466 (1949).

研究報告 2026 目次 【抄録】

機械・材料技術部

- ◆Microstructure and texture evolution of newly developed 30Nb5Ta30Ti15V20Zr high entropy alloy during high temperature uniaxial compression
- ◆Texture control in new biomedical Nb30Ti30Zr30Cr5Mo5 medium entropy alloy through high temperature uniaxial compression for Young' s modulus reduction

電子技術部

- ◆Balanced Microstrip Line with Defected Ground Structure on Thin Flexible Substrate Film

化学技術部

- ◆Chromia Photodeposition on a Gold-Inserted Iron Disilicide and Rutile Titanium Dioxide Heterojunction Photocatalyst and Its Water-Splitting Reaction
- ◆摘果ウンシュウミカンの抗酸化性および抗糖化性
- ◆Comprehensive characterization of purified astaxanthin isomers: Structure, spectral properties, stability, and antioxidant activity

事業化支援部

- ◆A study on olive pomace and leaf: Their effects on antioxidant activity, polyphenol content, and proliferation of human follicle dermal papilla cells

◆Microstructure and texture evolution of newly developed 30Nb5Ta30Ti15V20Zr high entropy alloy during high temperature uniaxial compression

横浜国立大学 大学院工学研究院
Pramote Thirathipviwat
東京電機大学 工学部
Yusuke Onuki
茨城大学 大学院理工学研究科
Shigeo Sato
機械・材料技術部材料物性グループ
Daichi Minami
横浜国立大学 大学院工学研究院
Makoto Hasegawa

掲載紙：Journal of Alloys and Compounds,
Vol. 1050, 185540 (2026)

既存の Ti6Al4V を凌ぐフレットング摩耗耐性を持ち、航空機用ファスナー等の高温構造部材への応用が期待される新規 BCC 高エントロピー合金「30Nb5Ta30Ti15V20Zr」について、製品加工に不可欠な高温変形挙動と微細組織の形成メカニズムを調査した。1273~1573 K、真歪み速度 1×10^{-4} ~ $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ での高温一軸圧縮試験を実施した結果、動的再結晶による加工軟化挙動が確認された。低温・高歪み速度の条件では初期粒界の近傍にネックレス構造が生じ、{001}と{111}の二重ファイバー集合組織となった。一方、高温・低歪み速度の完全再結晶組織においては、一軸圧縮下でテイラー因子が最小（蓄積歪みエネルギーが最低）となる{001}配向粒の優先的動的結晶粒成長が強く駆動される結果、強力な{001}集合組織が形成されることが明らかになった。また、変形メカニズムが一般的な固溶体合金と類似していることも示された。

◆Texture control in new biomedical Nb30Ti30Zr30Cr5Mo5 medium entropy alloy through high temperature uniaxial compression for Young's modulus reduction

横浜国立大学 大学院工学研究院
Pramote Thirathipviwat
横浜国立大学 大学院環境情報研究院

Ryota Muraki
Wakaba Onuki
機械・材料技術部材料物性グループ
横浜国立大学 大学院環境情報研究院
Daichi Minami
アムリタ大学 工学部
Jithin Vishnu
ヴェルール工科大学 バイオマテリアル・細胞分子セラノスティクスセンター
Ansheed Raheem
インド理科大学院材料工学科
オストラヴァ工科大学 材料科学技術学部
Kesavan Praveenkumar
ヴェルール工科大学 バイオマテリアル・細胞分子セラノスティクスセンター
Geetha Manivasagam
東京科学大学 物質理工学院
Equo Kobayashi
横浜国立大学 大学院工学研究院
Makoto Hasegawa

掲載紙：Intermetallics, Vol.188, 109062
(2026)

強固で安定した酸化膜に由来する高い生体適合性を有し、整形外科インプラントへの応用が期待される新規 BCC 中エントロピー合金

「Nb30Ti30Zr30Cr5Mo5」を対象に、応力遮蔽による骨吸収を防ぐ低ヤング率化を目指した集合組織制御を調査した。1073~1473 K、真歪み速度 1×10^{-4} ~ $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ での高温一軸圧縮の結果、高温かつ低歪み速度 (1473 K , $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) において動的再結晶が顕著に進行した。この過程で、蓄積エネルギーの低い結晶粒が優先的に成長する優先的動的結晶粒成長が強化され、{001}集合組織が体積分率最大約 64%まで発達した。この{001}配向の増加に伴う顕著な弾性異方性により、初期状態で約 93 GPa であったヤング率を最小 68 GPa まで大幅に低減できることを確認した。線維芽細胞を用いた試験でも極めて良好な細胞生存率を示しており、熱機械処理による弾性特性制御の有効性が実証された。

◆Balanced Microstrip Line with Defected Ground Structure on Thin Flexible Substrate Film

電子技術部電磁環境グループ

土屋明久
電子技術部
菅間秀晃
青山学院大学工学部
山口裕也, 須賀良介, 橋本修
山下マテリアル株式会社
稲見英治, 竹田昌弘

掲載紙 : IEICE Communications Express, vol. 15, no. 5, pp. 138-141, May 2026

本研究ではフレキシブルプリント基板上に欠陥 GND 構造 (DGS) を形成した低損失な差動マイクロストリップ線路 (MSL) を提案する. この構造は厚さ 25 μm の基板上的差動 MSL と, GND に形成された DGS で構成されている. 測定の結果, DGS 付き差動 MSL は, 厚さ 50 μm の従来の差動 MSL に比べ 40 GHz で 1.5 dB/100mm の伝送損失を削減し, 40 GHz まで同等の遠端クロストークを実現した. また, 同一厚さの基板において DGS 付き差動 MSL の伝送損失は従来の差動 MSL に比べ最大 4.9 dB/100mm 改善した.

これらの測定から得られた知見は DGS の有効性を裏付けており, 提案する差動線路は, 小型電子機器における高速伝送規格に対応し, 配線密度を向上させることができる.

◆ Chromia Photodeposition on a Gold-Inserted Iron Disilicide and Rutile Titanium Dioxide Heterojunction Photocatalyst and Its Water-Splitting Reaction

化学技術部環境エネルギーグループ

秋山賢輔

機械材料技術部ナノ材料グループ

奥田徹也

機械材料技術部解析評価グループ

長沼康弘

川崎技術支援部材料解析グループ

伊藤裕子

牛山幹夫

山梨大学クリーンエネルギー研究センター

入江 寛

掲載誌 : ACS Applied Energy Materials, Vol.8, No.9, pp. 6016–6024 (2025)

A solid-state Z-scheme system is constructed using a sputtering method in which rutile titania (TiO_2) and beta-iron disilicide ($\beta\text{-FeSi}_2$), which act as oxygen (O_2)- and hydrogen (H_2)-evolution photocatalysts, respectively, are combined with gold (Au), which acts as a solid electron mediator ($\beta\text{-FeSi}_2/\text{Au}/\text{TiO}_2$, described as BAT). Platinum (Pt) is selectively deposited onto $\beta\text{-FeSi}_2$ in BAT using the photoexcitation of only $\beta\text{-FeSi}_2$ to prepare Pt-loaded $\beta\text{-FeSi}_2/\text{Au}/\text{TiO}_2$ (Pt/BAT), followed by selective loading of chromium oxide (CrO_x) onto Pt (K. Akiyama *et al.*, ACS Omega 2022, 7, 38744–38751). In this study, we attempted that CrO_x was photodeposited onto both TiO_2 and Pt on $\beta\text{-FeSi}_2$ in Pt/BAT by the photoexcitation of both TiO_2 and $\beta\text{-FeSi}_2$ to prepare Pt/BAT/ CrO_x and that it was only onto Pt on $\beta\text{-FeSi}_2$ in Pt/BAT by the photoexcitation of only $\beta\text{-FeSi}_2$ to prepare $\text{CrO}_x/\text{Pt}/\text{BAT}$. We confirmed that CrO_x was precipitated on the surface of not only the $\beta\text{-FeSi}_2$ grain but also TiO_2 around the $\beta\text{-FeSi}_2$ grain in Pt/BAT/ CrO_x and that it was only on the surface of the $\beta\text{-FeSi}_2$ grain in $\text{CrO}_x/\text{Pt}/\text{BAT}$. The Pt/BAT/ CrO_x with 2 wt % CrO_x photocatalyst greatly enhanced the overall water-splitting activity (more than 10 times) compared with $\text{CrO}_x/\text{Pt}/\text{BAT}$ with 0.4 wt % CrO_x . In addition, the overall water-splitting activity over Pt/BAT/ CrO_x with 0.8 wt % CrO_x was demonstrated to be approximately twice as high as that of $\text{CrO}_x/\text{Pt}/\text{BAT}$ with 0.8 wt % CrO_x . These observations indicated that CrO_x on the surface of TiO_2 around the $\beta\text{-FeSi}_2$ grain attributed to the enhancement of the overall water-splitting activity. This is possibly owing to the enhancement of the combination of the hole of the valence band in $\beta\text{-FeSi}_2$ and the electron of the conduction band in TiO_2 at the heterojunction interfaces by suppressing the contact of photoexcited carriers with water via $\beta\text{-FeSi}_2\text{-Au}$ and Au-TiO_2 interface and by decreasing the recombination of them in $\beta\text{-FeSi}_2$ and TiO_2 .

◆ 摘果ウンシュウミカンの抗酸化性および抗糖化性

化学技術部環境安全・バイオグループ

瀬戸山央

掲載紙 : 食生活研究, Vol.45, No.6, pp.435-444(2025)

摘果ウンシュウミカンの食品素材としての有効性を明らかにすることを目的として、カンキツフラボノイドの成分分析と抗酸化性および抗糖化性評価を行った。その結果、部位別に分けた果肉、果皮、全体のすべてで強い抗酸化作用と抗糖化作用があることが明らかとなった。さらに果皮については培養細胞および線虫に対しても抗酸化作用、抗糖化作用を發揮したことから、摘果ウンシュウミカンは食品として摂取した際に生体に対する抗酸化作用、抗糖化作用についても期待することも出来ると考えられた。また抗酸化作用寄与成分は、ナリルチン、ヘスペリジンの関与が大きいことが認められた。抗糖化作用寄与成分は、ナリルチン、ヘスペリジン以外の成分の関与が大きいことが示唆された。

◆ Comprehensive characterization of purified astaxanthin isomers: Structure, spectral properties, stability, and antioxidant activity

名城大学理工学部
Masaki Honda
Antara Ghosh
HPC システムズ株式会社
Yasushi Honda
化学技術部環境安全・バイオグループ
瀬戸山央
名古屋大学全学技術センター
Kentaro Takahama
Yoshiharu Sawada
富士化学工業株式会社
Yasuhiro Nishida

掲載紙：Food Chemistry, Vol.498, Part 2, 147216(2026)

Astaxanthin Z-isomers differ from the naturally predominant all-E-isomer in their physicochemical properties; however, their isomer-specific properties remain unclear. We purified six Z-isomers, including di-Z-isomers, and investigated their UV-Vis absorption ability, stability, crystallinity, solubility, and antioxidant activity. Z-Isomerization resulted in hypsochromic shifts and decreased molar absorption coefficients; response factors at 474 nm, referenced to the all-E-isomer, varied between isomers (e.g., 9Z-isomer ≈ 1.1 ; 13Z-isomer ≈ 1.4 ; di-Z-isomers ≈ 1.1 – 1.8), supporting

an accurate quantification. The 9Z-isomer showed the highest thermal stability, photostability, and free-radical scavenging among Z-isomers. Astaxanthin Z-isomers showed higher solubility in olive oil than the all-E-isomer (e.g., all-E-isomer ≈ 12.7 mg L⁻¹; 15Z-isomer ≈ 3930.1 mg L⁻¹; 9Z,13Z-isomer ≈ 2839.4 mg L⁻¹), consistent with reduced crystallinity upon Z-isomerization. In contrast, symmetric di-Z-isomers showed relatively low solubility among the Z-isomers (e.g., 13Z,13'Z-isomer ≈ 760.9 mg L⁻¹), likely reflecting their higher crystallinity. These findings enable accurate quantification and isomer-selective applications.

◆ A study on olive pomace and leaf: Their effects on antioxidant activity, polyphenol content, and proliferation of human follicle dermal papilla cells

事業化支援部技術相談グループ
廣川隆彦
近代化学株式会社
宮内勇樹
早稲田大学人間科学学術院人間科学部
原太一
矢野敏史
謝涼晶
馬思慧

掲載紙：New Food Industry, Vol. 67, No. 8 (2025)

Olive processing generates unused olive pomace and leaves. Although these resources are sometimes used as fertilizers, most are currently discarded, and their potential value is often overlooked. However, previous studies have shown that these unused resources are rich in functional components and nutrients, such as polyphenols, vitamins, and proteins, which have beneficial effects on beauty and health. Therefore, in this study, we evaluated the potential application of olive pomace and olive leaf in cosmetics. After preparing extracts from each material using water and ethanol (EtOH), which are commonly used in cosmetics, we evaluated the beauty-related effects of the extracts in vitro. As a result, the water and EtOH extracts from olive pomace and leaf exhibited DPPH radical scavenging activity as an indicator of

antioxidant activity. In addition, polyphenols were detected in these extracts. Furthermore, EtOH extract of olive pomace and water extract of olive leaf exhibited proliferation effect of cultured human follicle dermal papilla cells (HFDPC). These results suggest that olive pomace and olive leaf have the potential to provide beauty-related benefits for skin and hair. This study provides preliminary data that may support the potential use of olive pomace and leaf as cosmetic ingredients. This study has created new value for underutilized olive resources. This result not only contributes to local environmental conservation by reducing waste, but also promotes regional economic revitalization through the efficient use of agricultural products and the creation of new industries.