

## X線CTを使用した材料の3次元観察と定量評価

## Three-Dimensional Observation and Quantitative Evaluation of Materials using X-ray CT

伊東 紗希<sup>\*1</sup>, 井堀 春生<sup>\*2</sup>, 岡野 聡<sup>\*2</sup>, 小林 千悟<sup>\*2</sup>  
ITO Saki, IHORI Haruo, OKANO Satoshi, and KOBAYASHI Sengo

## 抄 録

種々の材料の微細構造解析を行う上でX線CTを利用した3次元的手法が注目されている。本研究では、固体絶縁体材料中の微細な絶縁破壊現象である電気トリートと高骨誘導材料を目指したポリ乳酸ファイバー積層膜の3次元観察を行い、画像処理ソフトによる定量的評価を試みた。その結果、両材料ともに開発の一助となる3次元の有用な知見が得られ、電気トリート形状の数値解析（枝数や分岐数）やファイバー積層膜の定量評価（空間占有率や繊維径マップ）が可能となった。

## 1 はじめに

X線CTは以前から医療分野で広く活用されてきたが、近年では産業分野においても材料開発用途に利用されている。また、コンピューターや高精度カメラなどの周辺技術の進化により、高分解能での観察や材料微細構造の定量的な評価も可能となってきている。

本研究では、固体絶縁体材料中の微細な絶縁破壊現象である電気トリートと高骨誘導材料を目指したポリ乳酸ファイバー積層膜の2つの材料について、X線CTスキャン装置（nano3DX, Rigaku）を用いて3次元観察を行い、定量的評価を試みた。

## 1・1 架橋度の異なる2層シリコンゴム中を進展する電気トリート

近年、電力機器の小型化に伴い絶縁性が高く大電力を扱うことができるパワーデバイスへの期待が高まっている。このパワーデバイスの封止材として、絶縁性に優れ、電気トリートが発生・進展しにくい絶縁材料の開発が課題となっている。

これまでの研究で、架橋度の異なるシリコンゴム中を進展する電気トリートについて検討し、架橋度の違いによって電気トリートの進展が異なることが明らかになっている<sup>1)</sup>。現在、架橋度の異なる2層試料中の電気トリートの進展について検討しているが、その情報は2次元にとどまっている。そこで、本研究では電気トリートの3次元観察・数値解析を行い、

異なる架橋度界面での電気トリート進展について評価をした。

## 1・2 高骨誘導材料を目指したポリ乳酸ファイバー積層膜

愛媛県では真珠の養殖が盛んに行われているが、採取した後の貝殻は産業廃棄物として処理されており、その有効活用化が望まれている。真珠貝殻は古くから骨の形成に効果があることが知られており<sup>2)</sup>、ポリ乳酸ファイバーに真珠粉末を含有させて積層膜を作製することで細胞の3次元培養が可能となる。

現在、生体適合材料であるTi上に真珠粉末含有ポリ乳酸ファイバーを成膜して、積層膜上での細胞挙動を観察することを目指している。本研究ではその前段階として、細胞播種する前のポリ乳酸ファイバー積層膜の3次元観察・定量評価を行った。

## 2 方法

## 2・1 電気トリートの撮影と画像解析

シリコンゴム試料の概略を図1に示す<sup>3)</sup>。この試料に交流高電圧を印加して電気トリートを進展させたものを表1の条件にてCT撮影した。画像処理ソフト（ImageJ Fiji<sup>4)</sup>）を用いて得られた画像に適切な画像処理（ノイズ除去（Non Local Means Denoise<sup>5)</sup>・二値化等）を適用し、画像ノイズが解析に与える影響を軽減した。また、電圧の印加から時間が経過すると電気トリートの一部が消失してしまうことがあるため、明らかに消失されたと判断される部分に適切な補正を施した。前処理と補正が適用された電

\*1 材料技術担当, \*2 愛媛大学

電気トリートメント画像を画像処理ソフト (ImageJ Fiji, Drishti<sup>7)</sup>) の, Skeletonize(3D)<sup>8)</sup>, Analyze Skeleton<sup>8)</sup> を使用して数値解析を行った。

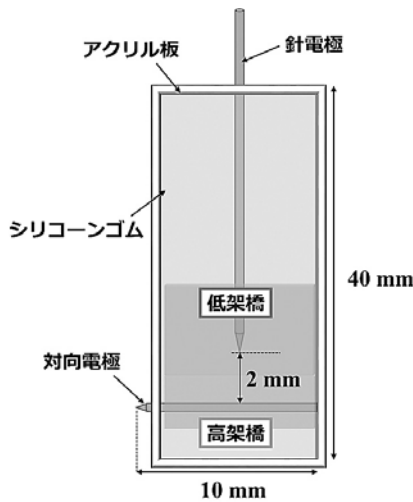


図1 シリコンゴム試料の概略

表1 電気トリートメント撮影条件

加速電圧・管電流	50 kV・24 mA (Mo 線)
レンズ撮影視野	2.66×2.66 mm
Binning	1 (1.3 μm/pixel)
撮影枚数	1000 images
露光時間	11 sec/image
回転角	360°

### 2.2 ファイバー積層膜の撮影と画像解析

試料として直径 3 mm, 厚さ 0.3 mm の Ti 板上にポリ乳酸ファイバー積層膜を形成させたものを表 2 の条件にて CT 撮影し, 2.1 と同様に得られた画像に対して画像処理ソフトを用いて適切な前処理を行った。その後, ImageJ Fiji の %Area の計算処理 (Measure Stack) を用いてファイバーの空間占有率を評価し, さらに Local Thickness<sup>9)</sup> を使用して繊維径を評価した。

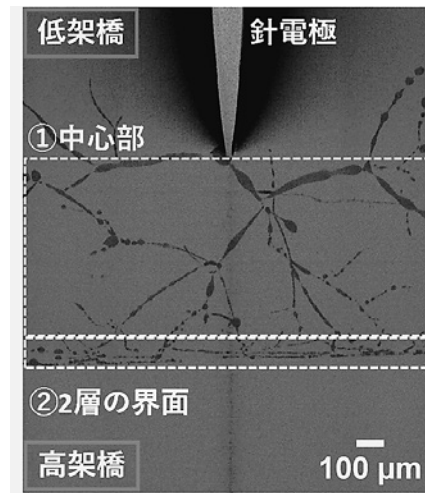
表2 ファイバー積層膜撮影条件

加速電圧・管電流	40 kV・30 mA (Cu 線)
レンズ撮影視野	0.66×0.66 mm
Binning	1 (0.3 μm/pixel)
撮影枚数	1000 images
露光時間	25 sec/image
回転角	360°

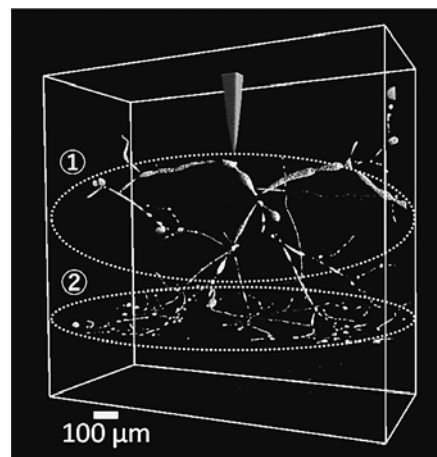
## 3 結果および考察

### 3.1 電気トリートの3次元観察と数値解析

図 2 に得られた撮影画像を示す。図 2(a)中の針電極周辺に認められる黒い部分はメタルアーチファクト (金属などの吸収係数が高い物質があった場合に, その周辺が暗くなる現象) と呼ばれる虚像であり, この虚像を除去して3次元化した画像が図 2(b)である。図中に②で示す部分が2層の界面であると考えられ, 架橋度の異なる界面の存在によって電気トリートの進展が抑制されていることがはっきりとわかる。また, 2次元的な観察では確認不可能な2層界面全体への電気トリートの広がり方が確認できた。これは, より高い絶縁耐力を有する材料開発に繋がる可能性のある新しい知見である。



(a) 2D (CT 画像)



(b) 3D

図2 電気トリートメント撮影画像

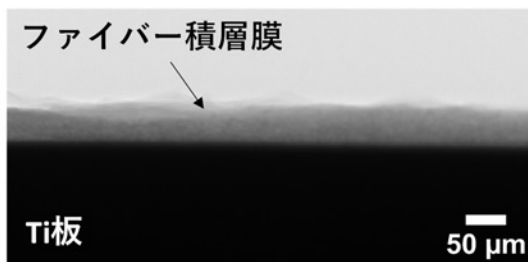
図中に示す針電極に対して水平な面①と針電極に対して垂直な2層の界面②の電気トリーをそれぞれ数値解析した結果を表3に示す。①に示される針先から対向電極方向へ3次元的に進展する電気トリーの枝・分岐数に対して、界面を水平方向に2次的に進展している②の電気トリーの枝・分岐数が明らかに多いことがわかる。このことは界面での電気トリーの進展機構が他とは異なる可能性を示唆しており、2層試料の絶縁耐力を向上させているバリア効果<sup>3)</sup>の解明に役立つかもしれない。電気トリー進展機構はまだ不明な点が多く、本手法による詳細な解析はその手助けとなりうる。

表3 電気トリー数値解析結果

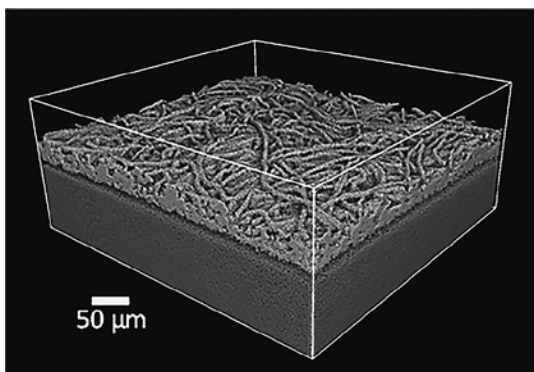
	枝(本)	分岐数(箇所)
①中心部	35	17
②界面	92	40

### 3・2 ファイバー積層膜の3次元観察と定量評価

図3に得られた撮影画像を示す。3次元画像処理ソフト(Drishti)により任意の断面で切り取って観察することができ、ファイバー積層膜の厚さは約40 $\mu\text{m}$ と推測され、繊維の一本一本の形状・サイズ等が観察できた。



(a) 2D (投影像)



(b) 3D

図3 ファイバー積層膜撮影画像

図4に空間占有率(膜の厚さ方向における繊維の占める割合)を示す。占有率が57%程度で安定していることから、膜表面から30 $\mu\text{m}$ の面での繊維径マップを図5に示す。これによりファイバー膜を形成する繊維径の分布を得ることができた。細胞の成長には最適な繊維径や空間占有率等があるため、これらの情報は細胞成長挙動とファイバー形態との相関を把握する上で重要である。

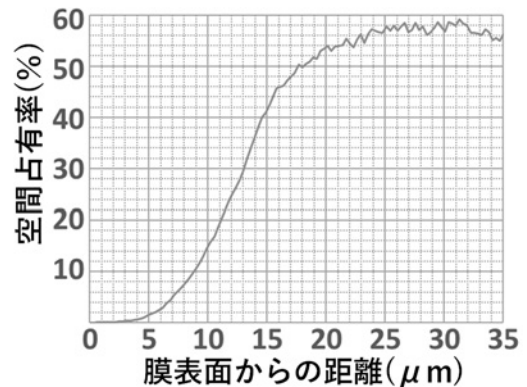


図4 空間占有率

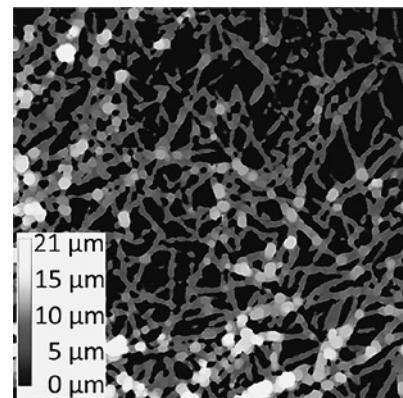


図5 繊維径マップ

## 4 まとめ

X線CTスキャン装置を使用して、電気トリーとファイバー積層膜の3次元観察および定量評価を行った。電気トリーについては、3次元的な電気トリーの進展が確認でき、数値解析結果として電気トリーの枝数や分岐数の評価が可能となった。ファイバー積層膜については、ファイバーの形状・膜厚の観察や空間占有率・繊維径マップを求めることができた。

今後も各テーマともに本研究での評価手法を活用した材料開発を引き続き進めていくとともに、X線

CT による解析技術を他の材料分野に応用展開することを目指す。

## 謝辞

この研究は徳島県ダイバーシティ研究環境実現イニシアティブ共同研究事業により実施しました。遂行するにあたり御協力及びご助言をいただきましたリガク株式会社 武田佳彦様、また、関係各位の皆様感謝いたします。

## 参考文献

- 1) 井堀春生ほか. “シリコーンゲル封止材中に生じる電気トリーの周波数依存性”. 電気学会論文誌 D. 2017, Vol. 137, No. 5, p. 458-459.
- 2) Atlan, G.; Delattre, O.; Berland, S.; LeFaou, A.; Nabias, G.; Cot, D.; Lopez, E. “Interface between bone and nacre implants in sheep”. *Biomaterials*. 1999, Vol. 20, No. 11, p. 1017-1022.
- 3) 黒田理紗, 全現九, 井堀春生. “架橋度の異なる2層シリコーンゲル中における電気トリー現象とその絶縁耐力”. 電気学会論文誌 A. 2023, Vol. 143, No. 4, p. 166-172.
- 4) Schindelin, J. et al. “Fiji: an open-source platform for biological-image analysis”. *Nature Methods*. 2012, Vol. 9, p. 676-682.

- 5) Buades, A.; Coll, B.; Morel, J.-M.; “Non-Local Means Denoising”. *Image Processing On Line*. 2011, Vol. 1, p. 208-212.
- 6) Darbon, J.; Cunha, A.; Chan, T.F.; Osher, S.; Jensen, G.J.; “Fast nonlocal filtering applied to electron cryomicroscopy”. *Proceedings of the 2008 5th IEEE International Symposium on Biomedical Imaging: From Nano to Macro*. Paris, France, 14-17 May 2008, p. 1331-1334.
- 7) Limaye, A.; “Drishti: a volume exploration and presentation tool”. *Proceedings of the SPIE 8506, Developments in X-Ray Tomography VIII*. San Diego, CA, USA, 17 October 2012, Vol. 8506, p. 85060X.
- 8) Arganda-Carreras, I.; Fernández-González, R.; Muñoz-Barrutia, A.; Ortiz-De-Solorzano, C.; “3D reconstruction of histological sections: Application to mammary gland tissue”. *Microscopy Research and Technique*. 2010, Vol. 73, No. 11, p. 1019-1029.
- 9) Dougherty, R.; Kunzelmann, K.-H.; “Computing Local Thickness of 3D Structures with ImageJ”. *Microscopy and Microanalysis*. 2007, Vol. 13, No. S02, p. 1678-1679.