

2018A1572

BL47XU

## 微分位相 X 線マイクロ CT を用いた毛髪内空隙の可視化検討 Visualization Study of Internal Voids of Hair Fibres using Differential Phase Contrast X-ray Micro CT Method

鈴木 和之, 小林 翔, 山中 良介, 古田 桃子, 渡邊 紘介, 前田 貴章, 伊藤 廉  
Kazuyuki Suzuta, Sho Kobayashi, Ryosuke Yamanaka, Momoko Furuta, Kosuke Watanabe,  
Takaaki Maeda, Len Ito

(株)ミルボン  
Milbon Co., Ltd.

我々は、これまで BL24XU にて毛髪内部の X 線 CT 測定を行い、毛髪コルテックスにおける空隙形成に対するダメージや年齢などの影響を明らかにしてきた。本研究では、日本人女性毛髪を用いて、BL47XU の微分位相 X 線マイクロ CT を用いた毛髪コルテックスにおける空隙の高精度な可視化を検討した。その結果、BL24XU での結果と同様に毛髪内空隙数が毛先ほど増加する傾向や加齢に伴って増加する傾向を捉えた。しかし本課題において、毛髪コルテックスの微細構造に基づく空隙の存在部位を可視化するには至らなかった。

**キーワード：**毛髪、微分位相 X 線マイクロ CT、空隙

### 背景と研究目的：

日本における化粧品産業の市場規模は約 2 兆円に達し、その中で約 5 分の 1 を占める頭髮化粧品は、化粧品産業の発展を下支えする重要な産業分野である。頭髮化粧品においては、毛髪のダメージ現象に対する改善や予防の市場ニーズが大部分を占めており、高い顧客満足に結びつく製品開発に向けては、未だ充分に分かっていない毛髪構造やダメージ発生機構などについてのより詳細な理解が必要不可欠である。また、昨今では高齢化に伴ってアンチエイジング化粧品市場の成長が続いており、アンチエイジングを謳うヘアケア/育毛商品市場が拡がりを見せている。実際に、我々は加齢に伴う毛髪変化に関する大規模調査を行い、白髪の増加や細毛化に加えてうねり毛の増加（くせ毛化）や軽さ（重量感の低下）といった様々な消費者の実感変化の詳細を明らかにしてきた[1]。しかし、毛髪に加齢変化に関する学術的知見は未だに非常に少なく、本分野の研究進展もまた喫緊の課題である。

このような毛髪のダメージや加齢変化によって引き起こされる触感や見た目の不快な変化を改善する技術を構築するため、毛髪の化学構造、力学物性、組織構造など様々なアプローチから研究が行われてきた。毛髪がダメージを受ける際に、毛髪を構成するタンパク質や脂質などが流失し、毛髪内部に空洞を形成することが知られている[2]。竹原らは、ヘアカラーやパーマントウェーブなどの化学反応を伴う処理によって毛髪内部に生じる空洞を X 線マイクロ CT によって観察した結果を報告している[3,4]。著者らは、毛髪繊維の内部密度をより正確に測定する方法を報告し[5,6]、世界各国の一般女性から毛髪を採取して密度を測定した結果、根元部に比べてダメージが引き起こされている毛先部の方がより低い密度を示す傾向を見出した[7]。また、これらの毛髪について BL24XU ビームラインにおいて X 線マイクロ CT による観察を行い、毛先において毛髪コルテックス内の空隙数が増加していることを確認した[7]。また我々は、消費者の訴える髪の年齢変化としての“軽さ”に着目して科学的検証を行い、加齢とともに毛髪内密度が低下することを見出してきた[6]。そして、このような加齢に伴う密度低下が引き起こされた毛髪に対しても、X 線マイクロ CT による観察によってコルテックス内部の空隙数が増加している傾向を捉えてきた[8]。

このような毛髪ダメージや加齢変化に伴う空洞形成のメカニズムを明らかにするためには、ナノメートルオーダーの複雑な階層構造を有する毛髪のどの部位に空洞が生じたのかを明らかにすることが重要である。しかし、BL24XU における X 線マイクロ CT ではソフトマテリアルである毛髪の位相感度を得るためにデフォーカスによって空間分解能をある程度犠牲にしている。実質

の空間分解能としては  $1\ \mu\text{m}$  弱であり、測定の結果想定される断面方向の空隙サイズである約  $0.5\ \mu\text{m}$  を考慮すると、空隙部位の特定のための分解能としては十分ではないと考えられる。一方、BL47XU では、約  $0.1\ \mu\text{m} \times 0.4\ \mu\text{m}$  と期待される空間分解能をもって、毛髪の X 線マイクロ CT 測定を実現している[9]。本研究では、これまで BL24XU の測定から確立した自社内での実験系から選択された日本人毛髪を用いて、毛髪コルテクスにおける空隙の高精度な可視化を検討することとした。

**実験：**

毛髪試料は、20 代と 50 代の日本人女性各 3 名の抜去毛に対して、20 mM エチレンジアミン四酢酸四ナトリウムを含む 5%ラウレス-9 水溶液に室温で 30 秒間浸漬後、精製水で 1 分間すすぐことにより洗浄した。

走査型微分位相 X 線マイクロ CT による毛髪測定は、BL47XU ビームラインにおいて、走査一結像型 X 線顕微 CT として実施した[9,10]。毛髪は根元部および毛先部の約 1 cm を切り取り、図 1 に示すような形状のステンレス製の試料台に、毛髪の約 5 mm の部分が試料台の上部にはみ出るように、両面テープで毛髪を垂直に固定した。この試料台からはみ出た部分の毛髪にマイクロビーム X 線を照射して毛髪観察を行った。

走査一結像型 X 線顕微 CT は、走査型光学系と結像型光学系を組み合わせたハイブリッドな光学系であり、結像型光学系は垂直面内、走査型光学系は水平面内に組み上げられている (図 2)。照射した X 線エネルギーは 8 keV で、大気圧下で測定した。観察する毛髪は繊維軸が垂直となるようにステージに設置された。測定では、集光側の一次元フレネルゾーンプレートによって長さ約  $100\ \mu\text{m}$ 、幅約  $0.1\ \mu\text{m}$  の線状に絞った X 線プローブを用い、水平面内に走査型光学系を形成する。微分位相コントラストイメージングのために、二次元検出器を用いて、毛髪を透過したビームに生じる角度変位を収集した。一方、垂直方向は、対物側の一次元フレネルゾーンプレートにより結像型光学系を形成する。以上のように本システムでは、集束ビームの遠視野分布と対物レンズで形成された逆拡大画像を、水平要素と垂直要素として同時に取得した。走査点 1 点当たりの露光時間は  $200\ \mu\text{sec}$  として、毛髪繊維を  $0.4$  度ずつ回転させながら  $180$  度の回転に達するまで走査を繰り返し行った (図 3)。撮影は、検出器に Beam Monitor AA40P + ORCA FLASH 4.0 (浜松ホトニクス製) を用いて行った。データ取得後、生の画像データセットから毛髪断面の 2D 画像を再構築した。この再構成は従来の走査光学系と同じ理論に基づいており[11]、ビームラインにて開発されたソフトウェアを用いて行われた。

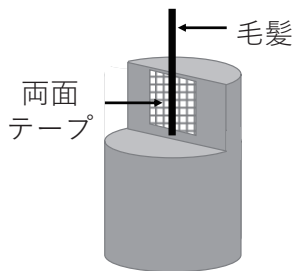


図 1. 測定に用いた試料台の形状と毛髪試料の固定。

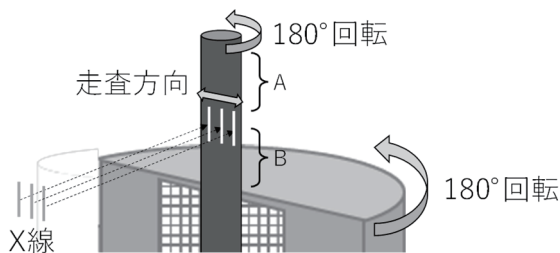


図 3. 毛髪試料に対する X 線照射イメージ。

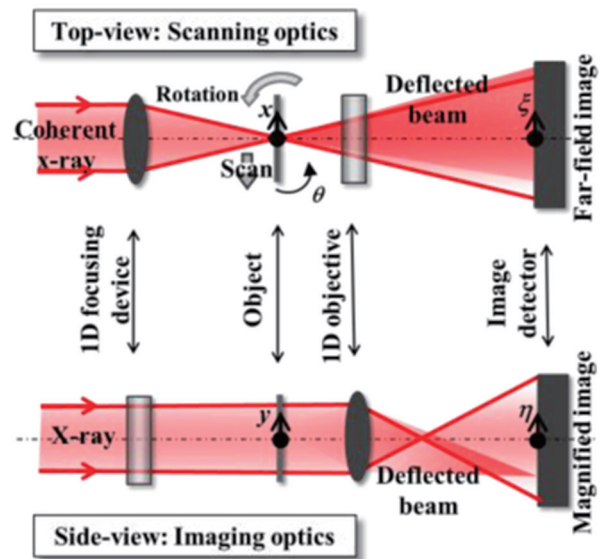


図 2. 光学系の概念図[9]。上：上面図、下：側面図。

**結果および考察：**

本課題申請では、計 12 回の測定のうち 6 回の測定について、測定中に X 線照射によって引き起こされた毛髪試料のドリフトによって、再構成画像が不良であった。これらの測定では、測定部位をより毛髪先端に近い領域（図 3 中の A で示した領域）としていた。そのため、測定部位を試料台により近い領域（図 3 中の B で示した領域）に変更したことにより、比較的良好な CT 画像を取得することができた。図 4a-d に 20 代と 50 代女性毛髪の根元と毛先の X 線 CT 断層像を示す。20 代および 50 代毛髪の毛先部（b および d）には、白丸で示すように繊維中心部において低密度部位が示された。これは、毛髄質（メデュラ）と呼ばれる組織である。メデュラは細胞が細く連なった組織であるが、角化過程で空洞となることが知られている。また、20 代毛先、および 50 代毛先毛髪の断面には、コルテックス部位に空隙と思われる黒い斑状の部位が点在している様子が確認された。一方、20 代根元や 50 代根元毛髪ではそれぞれの毛先に比べて空隙が明らかに少ない様子が認められた。このように、コルテックス部位において根元に比べて毛先の方が空隙が多く存在する傾向は、我々の以前の結果に一致する[7]。また、根元部位同士の比較では、20 代に比べて 50 代の方が空隙が多く存在するように見受けられ、このような加齢に伴って空隙が増加する傾向もまた、我々の以前の結果に一致する[8]。

図 4e-h に毛髪コルテックス部位（図 4a-d 内に四角で示された部位）を拡大した図を示す。毛髪コルテックスは、紡錘形であるコルテックス細胞が集合して繊維軸に沿って配列した構造であり、コルテックス細胞はより小さな紡錘形であるマクロフィブリルが集合して構成されている。毛髪コルテックスの微細構造を顕微鏡等を用いて毛髪断面で観察すると、直径 100-400 nm のマクロフィブリルや平均直径 3  $\mu\text{m}$  のコルテックス細胞に基づく円い形状の集合体として観察される。図 4e-h における観察画像からは、このような円い組織構造を確認することはできず、コルテックス構造内における微細構造に基づく空隙の存在部位を可視化することはできなかった。

本測定手法によって観察される毛髪の CT 像について、Takeuchi らによる以前の報告[9]では、毛髪の輪郭部において約 6-10 層の層状構造をもつキューティクルの各層が明瞭に観察されている。しかし、今回の測定ではキューティクルの層状構造がほとんど確認できないことから、本測定手法が本来発揮できる空間分解能に至っていないと言える。この要因として、測定中における繊維のドリフトが十分解消されておらず、nm オーダーで生じている可能性が考えられる。今後、より効果的なドリフト抑制を講じることで、高空間分解能な観察を検討していきたい。

**今後の課題：**

本測定によって観察された毛髪コルテックスにおける毛先部位の空隙増加の傾向や、加齢に伴う空隙増加の傾向は、以前の我々の報告におおよそ一致していた。しかし、毛髪コルテックスの微細構造の観察には至らず、コルテックス内空隙の存在部位に関する詳細な知見は得られなかった。

今後、毛髪内構造のより高空間分解能な観察に向けて、測定中のドリフトを高度に抑制するような毛髪固定法を適用して観察することを検討していきたい。我々は BL24XU における CT 観察において、毛髪を樹脂固定することで空隙形状のより詳細な観察が可能であったことを報告している[12]。本 CT 観察においても、このような毛髪固定法を導入してドリフトを抑制することで、毛髪内部の微細構造まで観察可能かどうか検討していきたい。

**参考文献：**

- [1] 谷村文優 他, フレグランスジャーナル, **42**(2), 64 (2014).
- [2] C. R. Robbins, “*Chemical and physical behavior of human hair*,” Springer, Germany, 5th edition, 2012.
- [3] 井上敬文 他, 日本化粧品技術者会誌, **46**(2), 101 (2012).
- [4] 竹原孝二 他, 日本化粧品技術者会誌, **44**(4), 292 (2010).
- [5] 伊藤廉 他, 毛髪科学, **115**, 3 (2015).
- [6] 伊藤廉 他, フレグランスジャーナル, **41**(11), 18 (2013).
- [7] 伊藤廉 他, 兵庫県ビームライン年報・成果集, **6**, 20 (2017).
- [8] L. Ito *et al.*, *SPring-8 Research Frontiers 2014*, 94 (2015).
- [9] A. Takeuchi *et al.*, *J. Phys. Conf. Series*, **463**, 012034 (2013).
- [10] 池永英司 他, *SPring-8/SACLA 利用研究成果集*, **3**(1), 271 (2015).
- [11] A. Takeuchi *et al.*, *AIP Conf. Proc.*, **1266**, 42 (2010).
- [12] 武田基希ら, 第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 10P044 (2021).

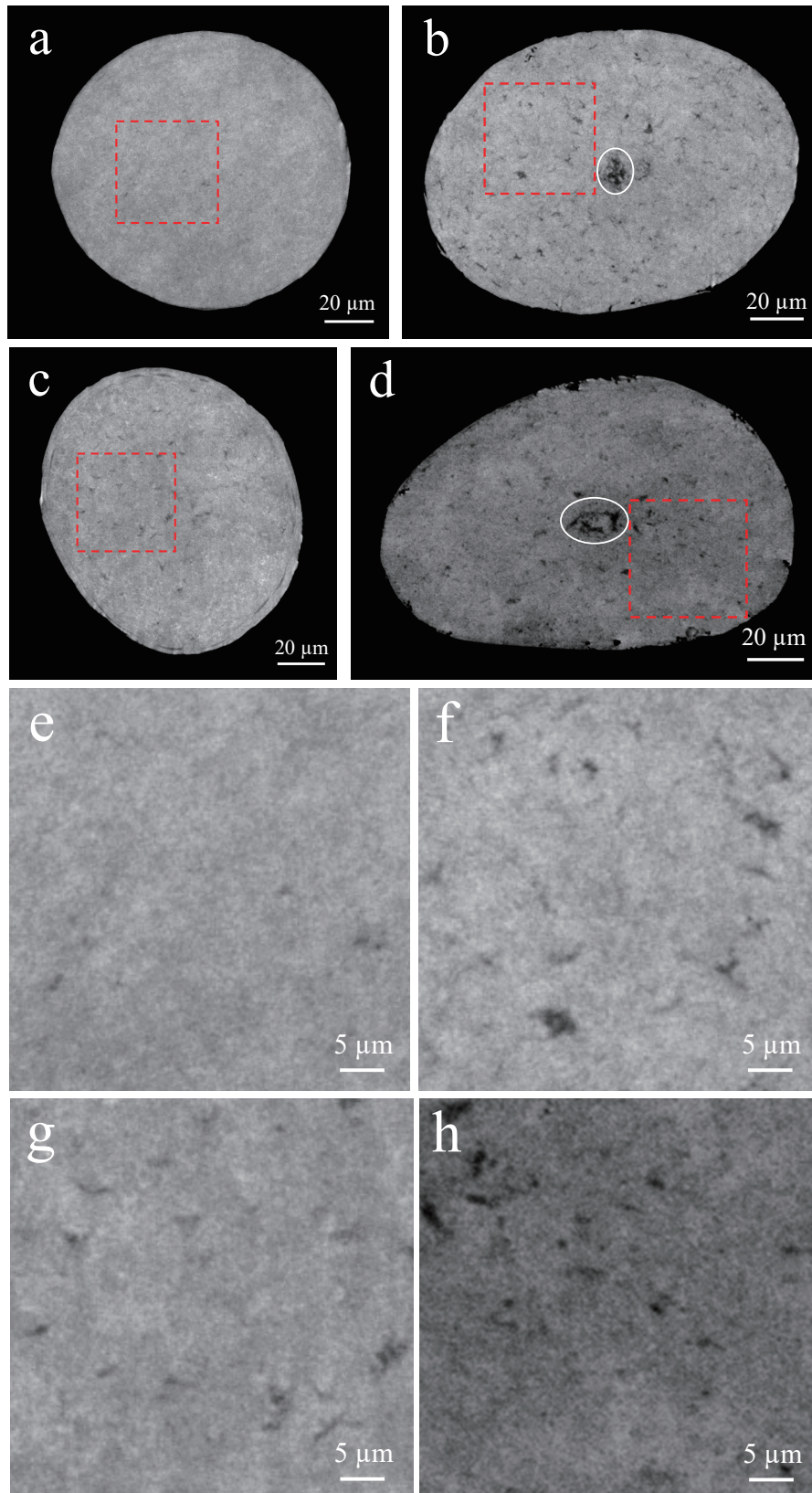


図 4. 毛髪試料の CT 像。a-d は毛髪繊維の全体像。a) 20 代根元、b) 20 代毛先、c) 50 代根元、d) 50 代毛先、e-h はコルテックス部位 (a-d における赤い四角で示された部位) の拡大図。e) 20 代根元、f) 20 代毛先、g) 50 代根元、h) 50 代毛先。