

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1996 No. 4

ニエース

材料・細胞接着力測定装置／

V₃Si極細多芯線磁束ピン止め／

BN処理鋼の水素透過特性

生体材料・細胞間の接着力を測定する装置を開発

— 生体適合材料の開発に貢献 —

当研究所では、新しい生体材料の開発に必要な基礎的データの集積の一環として、材料の生体親和性の評価に取り組んできた。体内に埋め込まれた生体材料は、常に体を構成する細胞と接した状態で使用される。したがって、材料表面に細胞がどのくらい接着し易いかを表す生体親和性は、生体材料にとって重要な性質の一つである。生体材料に要求される生体親和性は、その材料が使用される部位により異なり、例えば人工骨や人工歯根、人工股関節等では、周囲の細胞と早く強く接着することが望まれるが、人工血管や人工透析膜等では血栓を作らぬよう、その表面に血液細胞やタンパク質が付着しないことが要求される。

当研究所は、光学機器メーカーと共同で、材料と細胞間のせん断接着力を直接測定する装置を開発した。本装置を用いて、

チタン表面上に接着したマウス由来繊維芽細胞のせん断接着力を測定した結果、平均220nN(ナノニュートン)であることがわかった。本装置は図1(a)-(c)に示すように、疑似体液中で超小型カンティレバーにより、材料表面に接着した細胞に水平方向の力を加え、細胞を材料表面から引き剥がしてせん断接着力を測定する。光学顕微鏡が組み込まれており、細胞が剥がれる過程を直接観察しながら測定できる。接着力は、細胞が横方向の力を受けて材料表面から剥がれる際に必要な力として、カンティレバーの最大たわみ量、およびカンティレバーのばね定数から計算される(図1(d))。本装置により測定した結果の一例を図2に示す。細胞の大きさは20~50 μ mである。チタン蒸着膜面上の細胞のせん断接着力は、平均220nN(試料数25, 最小値110nN, 最大値450nN)であった。この値は単位面積当りで比較すると、卓上で一円玉を動かす力の約20倍である。この細胞とクロム、金、あるいはパラジウムとのせん断接着力も、チタンの場合とほぼ同じであった。しかし、細胞はアルミニウムにはほとんど接着しなかった。

今後は本装置により、種々の材料と細胞のせん断接着力を測定してデータの集積を図り、生体適合性に優れた新材料の開発を促進する方針である。

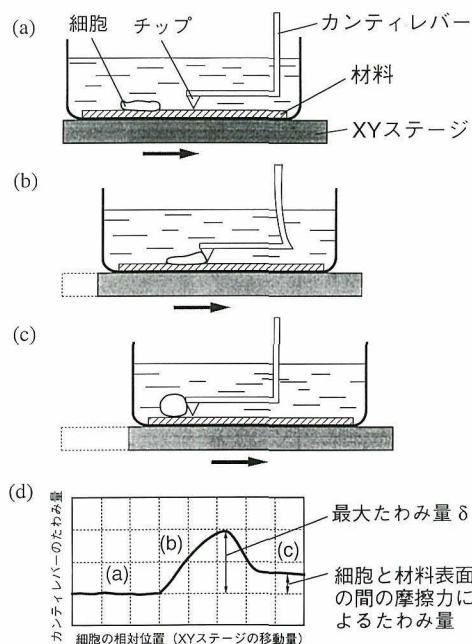


図1 (a)~(c): 材料表面に接着した細胞のせん断力測定装置の原理図。(d): 測定結果の模式図

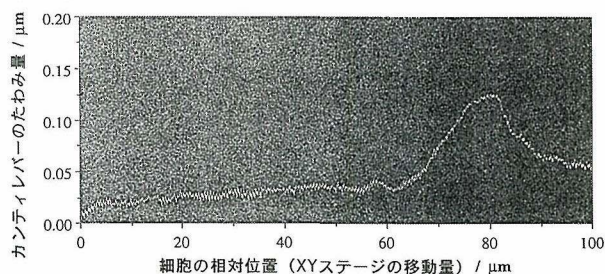


図2 測定例

V₃Si極細多芯線の磁束ピン止め構造を解明

— 直交する2種類の楕円形界面モデルを適用 —

当研究所で開発を進めているV₃Si(バナジウム-ケイ素)極細多芯線は、温度マージンが高く交流損失の小さな新しいA15型化合物超伝導線材である(金材技術ニュース, 1993年No.3)。この線材の特徴の一つは、フィラメント径の減少とともにoverall J_c特性(線材の臨界電流密度)が顕著に向上することである。その値は5T(テスラ)で1.3×10⁹A/m²に達しており、現在、広く利用されているNb₃Sn(ニオブ-スズ)極細多芯線の特性に匹敵する。このフィラメント径の減少は、ヒステリシス損失を低減させるので、交流損失の観点からも好都合である。

V₃Si極細多芯線のoverall J_c特性をさらに改善するためには磁束線のピン止め機構を明らかにすることが必要で、これに基づいて製造プロセスを最適化できる。同じA15型化合物のNb₃Sn線材の類推から、磁束線を有効にピン止める中心として、結晶粒界とS(超伝導: V₃Si)-N(常伝導: V₅Si₃, (Cu-Si), V)界面の2種類が考えられる。フィラメント径が減少するとS-N界面密度は増加し、また拡散反応が短時間に終了するので結晶粒の粗大化は抑制されて粒界密度も増加する。線状の試料では両者の寄与を分離して評価することは困難である。しかし、テープ状導体で、J_cの磁場方位依存性を測定することにより、その分離が可能になった。それについて述べる。

図1にJ_c(化合物の臨界電流密度)とI_c(臨界電流)の典型的な方位依存性を示す。テープ面と磁場との角度θがnπ(平行磁場)および(2n+1)π/2(n: 整数)(垂直磁場)でそれぞれ極大になり、2種類のピン止め中心が存在することを示唆する。熱処理時間が長くなると、平行磁場よりも垂直磁場でのピークが大きくなる。テープ横断面

の組織観察によると、リボン状に変形したフィラメントがテープ圧延面に平行に配向し、それに対し柱状晶が垂直に成長する。したがって、フィラメントに相似のS-N界面と結晶粒界について磁束線の移動方向でのそれらの密度を考慮すると、磁場がテープ面に平行ではS-N界面のピン止めが主に働く と解釈できる。平行磁場では電流はS-N界面に局在して流れるため長時間熱処理でV₃Si層が厚くなってもI_cはほとんど増加しない。

S-N界面と粒界の形状を楕円形(長径2a, 短径2b)で近似し、それぞれのピン止め力は磁束線の移動方向への射影表面積に比例すると仮定する。2種類の楕円形界面は直交するので、J_cの磁場方位依存性は次式で表される。

$$J_c(\theta) \propto F_p(\theta)$$

$$\propto 2F_{0,gb}b_{gb}(\cos^2\theta + (b_{gb}/a_{gb})^2\sin^2\theta)^{-1/2}$$

$$+ 2F_{0,SN}b_{SN}(\cos^2\theta + (b_{SN}/a_{SN})^2\sin^2(\theta + \pi/2))^{-1/2}$$

図1の点線は、上式の形状因子b/aをパラメータとしてフィッティングさせた結果で、実験結果と極めてよい一致を示す。また、最適化して求めた形状因子はフィラメントと粒界のアスペクト比にほぼ一致し、モデルの妥当性を裏付けている。S-N界面によるピン止めは、フィラメントが細いほど、また低磁場におけるほど顕著である。

S-N界面がピン止め中心として働く平行磁場でのF_p(体積ピン止め力)をV₃Si層厚の逆数に対して図2にプロットした。この直線の傾きが要素ピン止め力に比例する。図中に示すように粒界と比べて、S-N界面の要素ピン止め力は約2倍大きいことが判った。今後は、この結果に基づき、断面構造の最適設計を行ってS-N界面密度を増大させ、overall J_cの改善を図る。

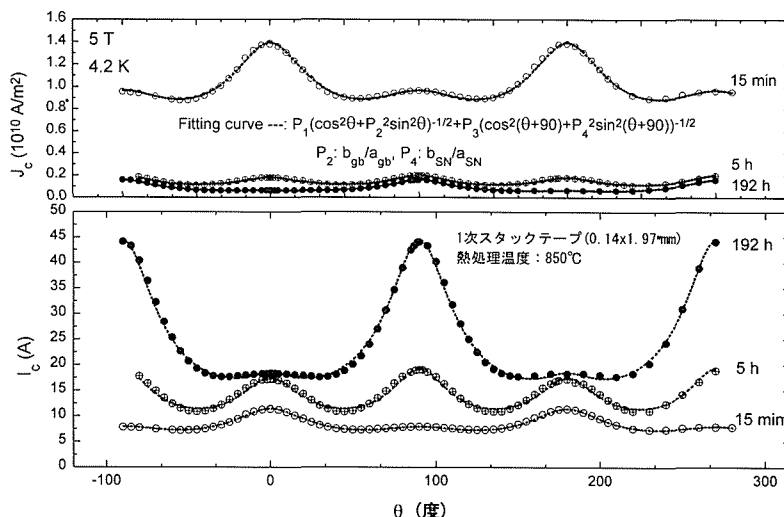


図1 テープ導体のJ_cとI_cの磁場方位依存性

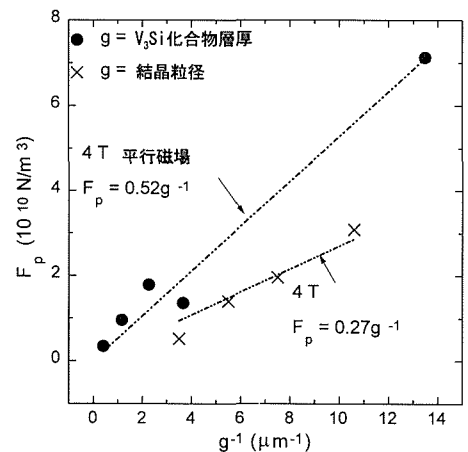


図2 体積ピンニング力のV₃Si層厚依存性

BN処理ステンレス鋼の水素透過特性とその応用

— 超高真空用の新材料開発を目指して —

原子・分子レベルで表面加工や分析等を行う場合、操作雰囲気は 10^{-10} Pa以下の極高真空に保ち、残留気体による試料表面の汚染、変質を防ぐ必要がある。そのような極高真空の環境を実現するには、大きな排気速度を持つポンプの開発と同時に、ガス放出の小さい真空容器用の材料を開発する必要がある。当研究所では、真空容器用材料として従来用いられてきたステンレス鋼の表面を改質し、低ガス放出材料の開発を試みてきた。SUS304ステンレス鋼にB(ホウ素)とN(窒素)を添加して真空中で加熱すると、ステンレス鋼の表面に化合物BNが偏析する。

偏析BNに覆われた表面には酸素や炭素の吸着がほとんど起こらず、また昇温脱離法を用いて調べた水分子や一酸化炭素の脱離量も、BN被覆を施さなかった表面に比べて著しく少なくなることがわかっている。しかし、このようなバルク材からBNを偏析させるには900K以上の高温に鋼を加熱することを要し、高真空容器用材料としては汎用性に欠けていた。解決法としてまず考えられるのは、真空容器の内面にBNを真空蒸着する方法であるが、BN皮膜とステンレス鋼との密着性は悪く、ベーキングなどの処理中に剥離しやすい。そこで、B、Nにステンレス鋼の成分を加えた密着性のよい混合皮膜をマグネトロンスパッタ法で作製し、薄膜中の拡散が速いことを利用して、通常のベーキング温度に近い600KでBNを偏析させる方法を開発した。以下、混合皮膜から低温でBNを偏析させる作業をBN処理と呼ぶ。実際に小型真空容器の内壁全面をBN処理して排気した結果、ガス放出速度は同型の

ステンレス鋼製の未処理容器に比べて約一桁小さかった。

極高真空に到達した時の主な残留ガス成分は水素である。速やかに極高真空域まで排気するには、残留ガスとなる気体が大气暴露中に表面に吸着しないことと、ベーキングによって速やかに脱離することが必要であるが、原子半径の小さい水素等、容器材に含有された成分が真空排気後に再放出される場合も検討の対象にしなければならない。安定な極高真空環境の実現には、この水素ガスをいかに制御するかが鍵を握る。そこで本研究では同処理膜について水素の吸着、ならびに水素の拡散、放出の実験を行った。

BN処理した表面への水素の吸着確率を調べるため、半分の面積にBN処理したステンレス鋼(写真)を 10^{-6} Paの水素雰囲気中に曝し、電子衝撃によって表面から脱離してくる水素を調べた(ESD)。写真(下)はその結果で、明るい点は脱離してきた H^+ イオンに対応する。未処理の左側に比べて、処理した右側の脱離量が小さくなっている。昇温脱離の実験からも、処理面は未処理面に比べて水素の脱離量が一桁近く小さい、という結果を得ている。

次に、BN処理した表面の水素透過特性について述べる。BN処理したSUS304ステンレス鋼薄膜および未処理の薄膜について、高純度水素ガスの透過挙動を調べた。図は、BN処理した0.1mm厚のステンレス鋼薄膜を隔壁とし、片側の空間に導入した水素ガスが真空側に透過する場合の透過係数を示す。BN処理によって水素の透過係数は一桁減少する。この低減効果は実験の範囲内でBN

の膜厚に依存しない。また透過係数の温度依存性から、透過の活性化エネルギーは未処理のステンレス鋼の場合と等しいことがわかる。高圧力側に水素を供給し隔膜を通して真空側に透過するまでに要する時間と隔膜の膜厚から、見かけの拡散係数を求めると、実験に用いたいずれの隔膜も $1\sim 3\times 10^{-12}m^2/sec$ の範囲にあり、BN処理による差はなかった。また、ここに示した実験ではBN処理面を真空側に向けているが、高圧力側に向けた場合はこれほどの低減効果を示さなかった。これらの結果から、水素透過係数低減の機構はBNの最表面の構造に依存することがわかる。BN処理膜の構造は、粒径100nm程度の多結晶体であり、表面法線方向にc軸が配向していることが電子回折(RHEED)の実験からわかっている。また高分解能の透過電子顕微鏡によってもBNの格子像が得られている。

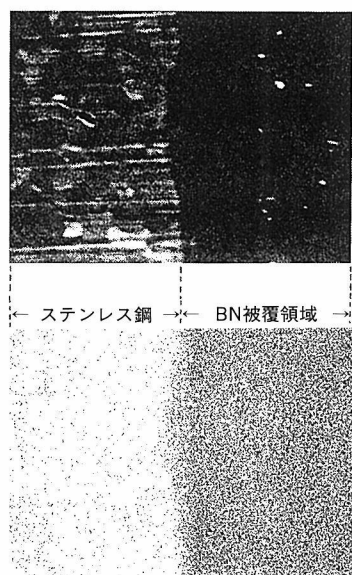


写真 BN偏析表面のSEM像(上)とESDによる H^+ イオン放出像(下)

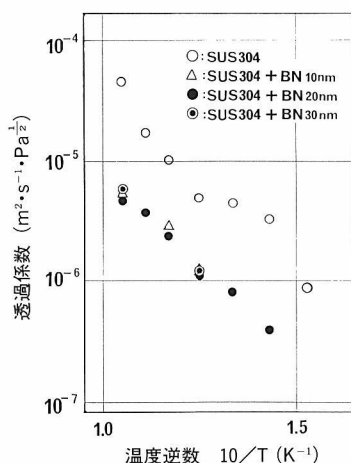


図 BN処理ステンレス鋼隔膜の水素透過係数。
○：未処理のステンレス鋼隔膜
△：BN処理ステンレス鋼 (BN膜厚10nm)
●：BN処理膜厚20nm
○●：BN処理膜厚30nm

平成7年度金属材料技術研究所研究発表会のご案内

当金属材料技術研究所では、研究活動をより広くご理解していただき、その成果をご活用願うために、毎年「研究発表会」を開催しております。平成7年度は、「金属間化合物材料の組織と特性」と題し、関連分野に携わる研究者が、これまでの研究の進展と成果について発表いたします。

多くの皆様方の御来聴をお待ち申し上げます。(プログラムと講演要旨は前号に掲載)

日 時：平成8年4月24日(水)午後1時10分より

場 所：金属材料技術研究所 第1会議室 (茨城県つくば市千現1-2-1)

金属材料技術研究所科学技術週間行事のお知らせ

当研究所は、科学技術週間行事の一環として、下記の日程で行事を実施いたします。多数ご来場下さい。

《研究所一般公開》

●つくば地区(茨城県つくば市千現1-2-1)

日 時：平成8年4月17日(水)10:00~16:00

展示・公開内容

- ・当研究所で行っている研究を、実際の研究現場でパネル等を用いて説明します。
- ・展示コーナーにおきましては、当研究所で開発した新材料のサンプルを展示し、パネルや実物で研究内容を説明します。
- ・柴崎地区の大型実験施設(強磁場実験施設、精密励起場実験施設、極高真空場実験施設)まで、当研究所のマイクロバスで送迎し、施設・設備の説明をします。

●東京地区 材料試験事務所(東京都目黒区中目黒2-2-54)

日 時：平成8年4月17日(水)10:00~16:00

展示・公開内容

- ・材料の信頼性向上のために必要な金属材料のクリープ・疲労試験のデータを蓄積するための試験機、データ解析装置などを公開します。
- ・当研究所が発行しているデータシートの役割と、材料信頼性研究の重要性を説明します。

《青少年向け行事》

●つくば地区

日 時：平成8年4月20日(土)10:00~16:00

内 容：テーマ「鉄をつかう」一形を変えていく金属―

- ・日常でよく見かける自動車、船、飛行機などは、原材料の鉄からどのようなプロセスをたどって製品になるのか色々な実験によりその過程を分かりやすく紹介します。
- ・日本古来の伝統的製鉄法(たたら製鉄)の実演をはじめ、溶けた鉄を鋳型に入れ製品を作る鋳造、NC旋盤による鉄の加工、溶解圧延など鉄の様々な加工方法の実験を行います。

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
TEL (0298)53-1045(企画室直通)、
FAX (0298)53-1005

通巻 第449号
編集兼発行人
問 合 せ 先
印 刷 所

平成8年4月発行
武 藤 英 一
企画室普及係
前 田 印 刷 株式会社
茨城県つくば市東新井14-5