

## 第10章 「きぼう」におけるファセット的セル状結晶成長実験までの道のり

宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究本部

稲富 裕光

Journey to Kibo Experiment on Mechanism of Faceted Cellular Array Growth

Institute of Space and Astronautical Science /JAXA

Yuko Inatomi

**ABSTRACT** In situ observation experiments of faceted cellular array growth are carried out in transparent organic alloy, salol - t-butyl alcohol in a microgravity condition on the Japanese Experiment Module “KIBO” of International Space Station. Growth rate of the crystal, and temperature and solute concentration fields in the melt are simultaneously measured by an amplitude modulation microscope and by a two wavelength interference microscope in order to evaluate the morphological instability of the solid/liquid interface taking account of released latent heat in faceting material. Results can provide the useful data on the optimization of the crystal growth condition not only in space but also on earth.

### 1. はじめに

半導体結晶や酸化物超電導体の融液成長において、平坦な固液界面からファセット的セル状組織への界面形態変化が報告され関心を集めてきた [1-3]。ファセットとは一般には宝石などで見られる小さい平坦面を指す。ファセット成長では原子的に荒れた面が原子を容易に取り込んで早く成長し、成長の遅い面が残る。一方、金属の凝固に見られるノンファセット成長ではどの面にも容易に原子が付着出来るので、特定方向の平坦面は現れない。ファセット的セル状組織とはファセット面で構成された鋸歯状の成長界面形態で特徴付けられ、ファセット間にセル境界が形成される。界面の凹凸部はドーパントの偏析や欠陥形成の原因となるため、平坦界面の安定性とファセット的セル状組織との関連性は、高品質デバイスの創製技術の開発という観点からも非常に興味深い。しかしながら、ファセット的セル状凝固に関する研究は界面での成長カイネティクスの異方性を考慮する必要があるために金属的セル状凝固に比べて極めて少ない。

これまでのファセット的セル状凝固に関する研究の流れを以下に簡単にまとめる。

- L. Pfeiffer *et al.* [2] : SiO<sub>2</sub> 上の Si 結晶のゾーンメルティングによるファセット的凝固実験を行い、パターン形成の機構について議論した。試料中の温度勾配は一定と仮定した。
- D. Shangguan *et al.* [3-6] : モデル物質としてチモール/ο-ターフェニル合金を用い、その一方向凝固のその場観察実験により凝固速度とセル間隔の関係を調べた。液相内の温度勾配は一定と仮定し、ファセット的セル状凝固における界面形態は、排出された溶質のファセット凹部への濃縮に伴う過冷却により維持されるとした。液相中の濃度、温度分布の定量的な計測はしなかった。
- N. Dey *et al.* [7] : モデル物質として純ザロール (サリチル酸フェニル : C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>OHCOOC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>) を

用いてその一方向凝固の明視野観察を行った。成長条件として与えられるマクロな温度勾配が応力の不均一分布をもたらし、それがセル間隔に影響を与えるとした。

- T. Higashino *et al.* [8] : 干渉計を用いて、純ザロールの一方向凝固過程のその場観察を行った。その結果、潜熱の放出に伴ってファセット底部において逆温度勾配が生じることを見出した。また、Shangguan らの指摘した tip splitting 現象を伴っておらず、形態不安定化の駆動力は界面凹部に生じた逆転した温度勾配である可能性を指摘した。
- Y. Inatomi *et al.* [9, 10] : ザロール / t-ブチルアルコール (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>OH) 合金の一方向凝固実験を行った。2波長顕微干渉計を用いたその場観察により液相中の濃度、温度分布、凝固速度そして固液界面形状のリアルタイム同時計測を行った結果、凝固潜熱の効果が界面形態の安定性に及ぼす効果を示した。
- F. Minari *et al.* [11] : Cz 法により育成した In-doped GaAs 結晶中のファセット的セルパターンを X線トポグラフィーにより調べ、界面不安定性によりもたらされた内部応力、欠陥について調べた。
- L.M. Fabietti *et al.* [12] : ナフタレンの一方向凝固のその場観察実験を行い、この物質の複屈折を利用して結晶中の応力分布を可視化した。その結果、界面形態の不安定化が応力を発生し、その応力緩和が界面近傍にて粒界を生み出すとした。応力の発生の原因として濃度変化に伴う原子間隔の変化の可能性を指摘した。

ファセット的セル状凝固の場合、セル間には合体・分離作用が働き、これらがパターン形成を決定している。前者の作用は各セルの移動速度の違いから生ずるものであり、後者は何らかの理由により新しくセルが生成するものである。著者は、ファセット的セル状凝固において、セル分離は粒界の発生を伴う固液界面上のマクロな形態変化であるとしてブレークダウンと呼び、界面上のミクロな領域での界面形態の不安定化と区別している。

Mullins-Sekerka の理論に代表されるような、異方性が極めて弱い界面形態を対象とした界面形態安定性理論が示唆する安定性のクライテリオンは、ファセット的凝固に見られる異方性の強い界面には適用し難い。金属の凝固の場合、融液中の原子、分子は極めて低い表面過冷度で環境相から直ちに結晶相に取り込まれるのに対して、表面構造に大きな異方性をもつ物質では、界面成長カイネティクスは成長の駆動力（過冷度、過飽和度）の大きさや温度などに強く依存するためその取り扱いが複雑である。そのカイネティクスを説明するためにスパイラル成長や二次元核生成を考慮したモデルが提唱されているが [13, 14]、ファセット結晶成長における界面形態の変化を記述するには至っていない。

融液成長する際の固液界面の荒れについての指標の1つとして Jackson パラメータ  $\alpha$  が知られている [15]。  $\alpha < 2$  で荒れた界面、  $\alpha > 2$  で平坦な界面が熱力学的に期待される。金属と同様に異方性の弱い凝固界面形態を示すサクシノニトリルの  $\alpha$  は 1.4、凝固条件によりファセット面が現れる水や t-ブチルアルコール、Si では 2.6 程度、そしてファセット的界面を示すナフタレン、ベンジル、ザロールなどは 6 程度である。従って、Jackson パラメータの定義から分かるように、ファセット的凝固形態を示す物質は凝固潜熱が大きい傾向にあり、融液・結晶の熱伝導度が同じ

であれば、凝固速度が速いほど固液界面前方での温度勾配と外部から与える温度勾配とのずれが大きくなることは想像に難くない。ところが従来のモデルでは、ファセット的セル状凝固における界面形態は排出された溶質のファセット凹部への濃縮に伴う過冷却により維持されるとして論じられてきたのである。つまり、凝固潜熱の効果を示唆した著者らの結果[8-10]はそれまでの一方向凝固モデルの前提を根底から覆すものであった。そこで、著者らはファセット的成長を行う低融点の透明有機物質を用いて、その凝固成長過程における固液界面の形態変化および成長界面近傍の温度・濃度分布の同時測定を行い、潜熱効果を考慮したファセット界面形成の機構とその界面形態の安定性についての検討を行ってきた。

今までの自他の研究結果から著者が推測するブレイクダウンのメカニズムは以下の通り[16]。

- 1) 成長に伴う濃度や温度の不均一分布、また熱収縮ないし熱膨張などの原因により、結晶中に内部応力が存在している。
- 2) 凝固に伴う潜熱放出および濃度分布不均一の効果は、応力分布のみならず界面形態安定性にも影響を与える。
- 3) いったん界面形態が局所的に不安定化するとその箇所を中心に応力分布が変化し緩和する際に新たなセル境界の生成を誘起し、その結果ブレイクダウンが観察される。

しかし地上においては、固液界面近傍での凝固に伴う潜熱の放出による温度場の不均一分布、そして濃度場の不均一分布は密度差対流の駆動力となる。凝固速度が対流の最大流速に比べ十分速い場合は、液相内の熱・物質輸送は対流の影響を殆ど受けないのは言うまでもない。この条件は極めて大きい過冷却からの急速凝固では達成され得るものである。しかしここで述べている一方向凝固ではその成長速度は低く、対流の存在が無視できない。特に、有機物質の融液の殆どは高シュミット数、高プラントル数であるために、濃度と温度の分布は対流の影響を容易に受け、固液界面で起こる現象の理解が困難となる。地上におけるザロール/  $\alpha$ -ブチルアルコール合金の一方向凝固中の温度および濃度分布の測定例を図1に示す。ここでは対流が固液界面近傍でのそれらの分布に強い擾乱を与えていることが分かる。従って、現象の解明、理論構築とその検証には液相中の温度・溶質濃度分布が拡散により支配される条件において凝固実験を行う必要がある。

一方、微小重力環境では浮力対流の影響を極力抑制することが出来るため、熱物質輸送過程を単純なモデルで扱うことが出来るようになり、またそれらの計測が容易になるので、ファセット結晶成長のメカニズムを理解し易くなる。ISS が提供する微小重力環境を利用する理由は以下の通りである。(1) 実用上重要なファセット成長は合金系であるため、試料として混合物質を用いる。無重力の場合、結晶成長を始める前に液相中の濃度を拡散のみにより均質化させるため長時間が必要になる。(2) 結晶形態観察及び液相中の温度・濃度分布の観察にあたっては、複数のパラメータについて実験を行い系統的データを取得しなければならない。従って、その場観察実験を繰り返す必要がある。

以上のことを踏まえ、著者はISSの「きぼう」に搭載されている溶液結晶化観察装置(SCOF)を利用する2番目の宇宙実験として、「ファセット的セル状結晶成長機構の研究」(略称:FACET)を実施する予定である。

## 2. 今までに行った微小重力実験の経緯

### (1) TR-IA：透明有機物質の溶融過程の可視化実験（1992年）

透明有機物質であるサクシノニトリル-アセトン合金を用いて一方向溶融を行い、共通光路型2波長干渉顕微鏡を用いた溶融界面の溶質濃度分布の計測と非定常融解過程についての数値計算との比較検討を行った。その結果、微細熱電対を用いた試料セル内部の温度計測と顕微干渉計を用いたその場観察の併用が固液界面近傍の濃度および温度分布の同時計測に有用であることを明らかにした。また微小重力環境で融液内のアセトンの拡散係数を求めることに成功した [17]。

### (2) 落下塔実験 (JAMIC)：ファセット的凝固過程のその場観察（1992～1993年）

短時間微小重力環境において、ザロール/トブチルアルコール系融液の一方向凝固を行い、2波長干渉計による成長界面近傍の温度・溶質濃度分布の測定および成長形態変化のその場観察を行った。その結果、10秒という短時間でも凝固に伴う濃度分布および界面形態の変化を観察することに成功した [9]。

### (3) SFU：ファセット的凝固過程のその場観察（1995～1996年）

S-520-18号機（旧ISASの観測ロケット）を利用してザロール/トブチルアルコール系融液の一方向凝固実験を行う予定であったが、同ロケットの打ち上げ延期に伴い、SFU（スペースフライングユニット）で実験を行った。SFUでは、試料の加熱後に約1日温度保持した後、様々な冷却速度で徐冷し結晶化させる計画であったが、実際は他装置とのインターフェースエラーにより温度保持時間が短くなった結果試料均質化が不十分となり、有意義なデータの取得に至らなかった [18]。

### (4) STS-R2：ファセット的凝固過程のその場観察

本研究課題の解決のために、当初2002年4月打ち上げ予定のSTS-R2シャトルミッションにSCOF (EM) を改修して打ち上げ、宇宙実験を行うことが決定されていた。しかしその後の紆余曲折の結果、STS-R2ミッション実施の実現性が極めて低くなったので、著者らは代替案であったSTS-R2ミッションの実施に固執することなく、元来想定していたJEM利用ないし他の手段による長時間微小重力実験の実施を目指す方向で検討を始めた。

### (5) 観測ロケットS-520-24号機実験：純ザロールを試料としたファセット的凝固過程のその場観察（2008年）

本実験では、観測ロケットS-520-24号機の弾道飛行で得られる数分間の微小重力環境を利用して、密度差対流が極めて弱い環境で純ザロールの融液成長中の温度分布を「その場」観察する実験とグラファイト通電加熱法によるダイヤモンドの合成過程を分光測定などで「その場」計測する2つの実験を実施した。ロケットの飛行および搭載された機器の動作は全て正常で全ての実験を終えた。また加速度の計測結果から、S-520ロケットは航空機の放物線飛行による約20秒間を遥かに上回る長時間の微小重力環境を提供できるツールとしても有望であることが実証された。

ファセット実験搭載装置は、2つの温度制御装置、インターフェース回路およびペルチェ素子駆動回路、共通光路型顕微干渉計、CCDカメラ制御装置、加速度計測装置、画像処理装置で構成

された。図2にFCTのサブシステムであるSuM-1の構成を示す。試料は試料セルの中に封入され、セル両端の温度はヒーターおよびペルチェ素子を介してPID制御された。試料セル内の干涉縞画像は共通光路型顕微干涉計によりリアルタイムで取得されデジタルデータとしてテレメータで送信された。試料セル内の温度4点およびペイロード部の重力加速度2点はアナログデータとして同じくテレメータに送信された[19, 20]。

本実験はファセット成長における温度分布と成長速度、界面形態変化の関係を明らかにすることを目的とした世界初の宇宙実験となった。その結果、結晶の表面形状や成長速度、過冷度の時間変化など、ファセット成長過程を解析するために必要なデータを得た。図3は打ち上げ後270秒後に得られた干涉縞画像を示す。この画像でも明らかなように、融液・結晶界面のごく近傍に温度勾配が大きく変化した領域が現れた。従来の研究では、結晶化に伴う凝固潜熱は速やかに結晶および融液中に輸送されるとされてきたが、本実験で初めて温度境界層が界面のごく近傍に形成されることが明確に示された。更なる干涉縞画像の解析が現在進められているが、本ロケット実験の結果は2009年実施予定の「きぼう」での結晶成長実験の条件を検討する上で有用な基礎データをも提供する。

### 3. ISS 一次選定テーマ実験の実施に向けた準備

2009年実施予定の「きぼう」における「ファセット的セル状結晶成長機構の研究」では、実用上重要なファセット結晶成長は純物質よりもむしろ合金系であるため、混合物質であるザロール/*t*-ブチルアルコール合金の結晶成長過程のその場観察実験を行う。本実験で中心となる実験装置はSCOF [21]であり、それはマッハツェンダー型干涉顕微鏡と振幅変調顕微鏡を搭載している。温度・濃度分布は前者、固液界面形状の変化は後者により観察し、それぞれSCOFに内蔵されたハードディスクに記録される。図4にSCOFを用いた地上でのその場観察例を示す。結晶成長のその場観察による温度・濃度の同時測定法については拙稿をされたい[16]。微小重力実験の為にザロール/*t*-ブチルアルコール融液の屈折率の温度および濃度依存性の高精度データを事前取得した。また、図5で示すようにザロール/*t*-ブチルアルコール系の2元系平衡状態図を決定し、解析に必要な熱物性値を測定した [22]。

試料セルは石英ガラス製で、その両端の温度を2つのペルチェ素子を介してPID制御することにより結晶の成長・部分溶融を行うことが出来る。そして試料セル内に配置された2対のシーstype微細熱電対を用いて試料内の温度計測を行う。そのセル内に試料としてザロールに数mol% *t*-ブチルアルコールを添加した融液を注入した。ザロールは市販特級試薬を10回帯溶融精製したものをを用いた。2008年度は濃度調整しながら複数の試料セルの底部に面方位が揃った種結晶を仕込んだ。そのうちの2個をフライト用供試体カートリッジに組み込み、ロシアのプログレス補給船によりISSに輸送した(図6)。

SCOFでの結晶成長手順は以下の通り。1) 試料セルを室温から昇温して、温度勾配を与えた状態でセル内の結晶を一部溶融する。この溶融後の界面位置は種結晶より前方とする。2) ほぼ平坦な界面を得るためにいったん温度を下げた後、試料セル中の2本の熱電対先端の位置が固液

界面を挟む配置となるように界面位置を設定、つまり試料セル両端の温度を設定する。その際、固液界面および熱電対が観察視野内に収まるようにする。3) その温度で数時間保持して、界面形状が平坦となりかつ液相内の濃度分布が均一となるようにする。4) 温度勾配を維持したまま所定の冷却速度で凝固を開始する。図7に試料温度の制御プロファイルを示す。

結晶成長のパラメータは、異なる t-ブチルアルコールの初期濃度 2 条件、初期セル両端温度 2 条件、冷却速度 5 条件、の計 20 条件である。成長初期の結晶には底部の穴間隔とほぼ同じセル間隔を有するファセット的セル状界面が現れる。このセル間隔は人為的に与えたものであるから、もし凝固条件が界面形態の安定化をもたらすのであればセル同士が合体してセル間隔が時間とともに広がり、また不安定化をもたらすのであればブレークダウンが発生してセル境界の間隔が狭くなる。

#### 4. おわりに

「きぼう」実験で得られる研究成果として、以下のようなことが期待される。(1) 界面過冷度と結晶成長速度の関係を系統的に取得することで、ファセット成長の素過程が明らかになる。(2) 界面過冷度と界面近傍での温度・濃度勾配が成長界面のマイクロな形態不安定化とセル境界の離合集散過程に及ぼす影響が定量的に明らかになる。社会的貢献の視点から言えば、ファセット結晶成長機構に関するこれらの知見は半導体やその他の最先端材料の量産化や特性向上につながる。例えば、太陽電池パネルで用いられる多結晶シリコンを効率良く製造するための方法論を提供し、クリーンエネルギーの普及に貢献する。また、超伝導材料の特性を向上させ、リニアモーターカーなど大量輸送手段の普及や、携帯電話の基地局など情報通信網の拡充に貢献する。さらに、地上研究で近年注目を浴びている半導体や酸化物の無容器凝固プロセスにおいてもファセット成長が観察されており、そのファセット成長理論の構築に寄与する。

本研究テーマは宇宙科学研究所 (JAXA 宇宙科学研究本部の前身) の栗林一彦教授がテーマを提案して 1993 年に JEM の一次選定テーマとして選ばれ、その後著者が PI を引き継いだ。それから約 16 年経過してようやく ISS での実験運用開始までに辿り着いた。私儀で恐縮だが、筆者が博士号を修得して間もない頃に指導教官であった栗林教授から宇宙実験を含めた複数の微小重力実験の機会を幸いにも与えて頂き、それなりの気概があった。しかし、その頃と同じモチベーションを、今や世間では若手とは見做されない年頃になっても維持しようと努力をするのは容易ではない。微小重力科学研究に関わる若手研究者がこのような辛酸を舐めないためには、ISS のような大型ミッションに加えて、計画の立案から実施までせいぜい 2、3 年間で行える観測ロケットや大気球など小型飛行体の利用による微小重力実験を頻度良く行うことが必要であろう。

#### 5. 謝辞

地上実験、装置開発、試料調製、ISS 実験調整など本プロジェクトに携わってこられた皆様に心からの感謝を申し上げます。

## 参考文献

- [1] M. W. Geis, H. I. Smith, D. J. Silversmith and R. W. Mountain: "Solidification-Front Modulation to Entrain Subboundaries in Zone-Melting Recrystallization of Si on SiO<sub>2</sub>", *J. Electrochem. Soc.* **130** (1983) 1178.
- [2] L. Pfeiffer, S. Paines, G. H. Gilmer, W. Saarloos and K. W. West: "Pattern Formation Resulting from Faceted Growth in Zone-Melted Thin Films", *Phys. Rev. Letters* **96** (1985) 856.
- [3] Y. Nakamura, T. Izumi, Y. Shiobara and S. Tanaka: "Model for Directional Solidification of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> Superconducting Oxide", *J. Japan Inst. Metals* **56** (1992) 810.
- [4] D. K. Shangguan and J. D. Hunt: "Dynamical study of the pattern formation of faceted cellular array growth", *J. Crystal Growth* **96** (1989) 856.
- [5] D. K. Shangguan and J. D. Hunt: "In situ observation of faceted cellular array growth", *Met. Trans. A* **22A** (1991) 941.
- [6] D. K. Shangguan and J. D. Hunt: "Experimental and numerical study of pattern formation in faceted cellular array growth", *Met. Trans. A* **23A** (1992) 1111.
- [7] N. Dey, J.A. Sekhar: "INTERFACE CONFIGURATIONS DURING THE DIRECTIONAL GROWTH OF SALOL -II. THERMAL STRESS CRACKING", *Acta Metall. Mater.* **41** (1993) 425.
- [8] T. Higashino, Y. Inatomi and K. Kuribayashi: "In-situ observation of unidirectional solidification in transparent organic alloy", *J. Crystal Growth* **128** (1993) 178.
- [9] Y. Inatomi, T. Yoshida and K. Kuribayashi: "Real-time Observation of Faceted Cellular Growth", *Microgravity Q.*, **3** (1993) 93.
- [10] T. Yoshida, Y. Inatomi and K. Kuribayashi: "In-situ Observation of Faceted Cellular Array Growth in Transparent Organic Material", *Proc. IUMRS-ICAM-93* 3A, Tokyo, Japan, Aug. 1994, pp.637-641.
- [11] F. Minari and B. Billia: "Mixed cells in directional solidification of In-doped GaAs; cellular profile and shape-induced stresses", *J. Crystal Growth* **140** (1994) 264.
- [12] L.M. Fabietti, R. Trivedi: "In situ observations of stress-induced defect formation at the solid-liquid interface", *J. Crystal Growth* **173** (1997) 503.
- [13] K.A. Jackson: "Mechanism of growth", in *Liquid Metals and Solidification*, *Amer. Soc. Metals* (1958) 174.
- [14] J. W. Chan, W. B. Hilling and G. W. Sears: "The Molecular Mechanism of Solidification", *Acta Met.* **12** (1964)1421.
- [15] K. A. Jackson, D. R. Uhlmann and J. D. Hunt: "On the nature of crystal growth from the melt", *J. Crystal Growth* **1** (1967) 1.
- [16] 稲富裕光、栗林一彦: 日本マイクログラビティ応用学会誌, "ファセット的セル状凝固過程のその場観察- 長時間微小重力実験を目指して -", **21** (2004) 224.
- [17] Y. Inatomi, K. Kuribayashi, K. Kawasaki, S. Yoda: "In-situ Observation of Unidirectional Dissolution Process in Organic Alloy under Microgravity", 日本マイクログラビティ応用学会誌 **10** (1993)

- [18] 栗林一彦, 稲富裕光, 佐藤英一: “SFU 実験報告 (搭載実験編) 2.2 MEX (微小重力下の凝固・結晶成長実験)”, 宇宙科学研究所報告 特集 第36号 (1997) 19.
- [19] 稲富裕光, 高木喜樹, 石井信明, 稲谷芳文: “観測ロケット S-520-24 号機を用いた結晶成長のその場観察実験”, JASMAC-23, 京都, 2008年11月.
- [20] Y. Inatomi, K. Higuchi, T. Maki: “Sounding rocket experiment of faceted cellular array growth in microgravity”, C-JWMS 2008, Oct. 2008, Hangzhou, Zheijian, China.
- [21] 例えば <http://kibo.jaxa.jp/experiment/pm/scof/>
- [22] K. Kuribayashi, Y. Inatomi, S. Endoh and H. Sakuta: “Influence of Release and Transport of Latent Heat on Solidification Behavior in Faceted Crystal”, *Materials Science Forum* **215-216** (1996), Solidification and Gravity (April 1995, Miskolc, Hungary) 339.

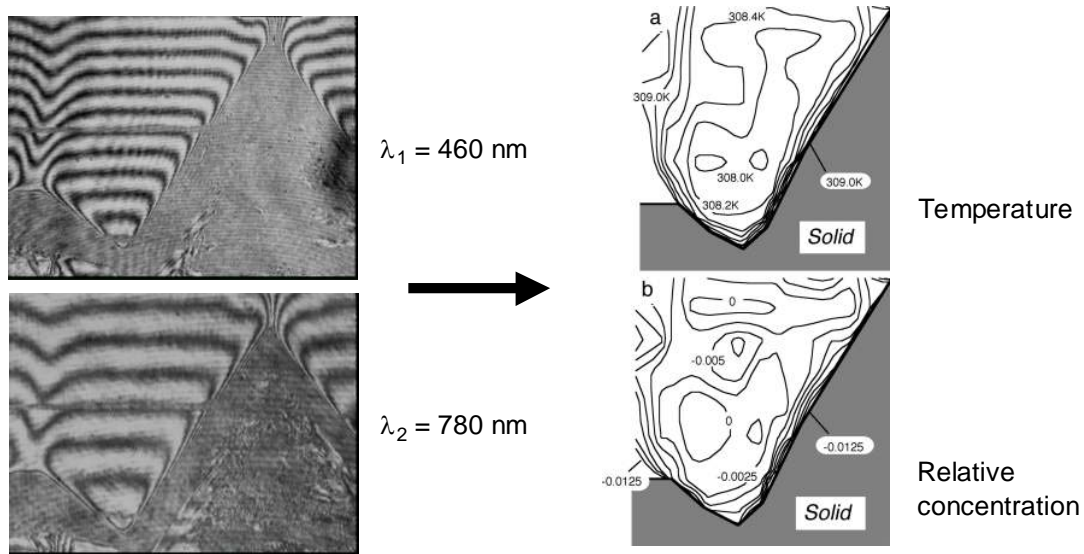


図1 地上でのザロール/t-ブチルアルコールでの温度・濃度分布計測例 [10]



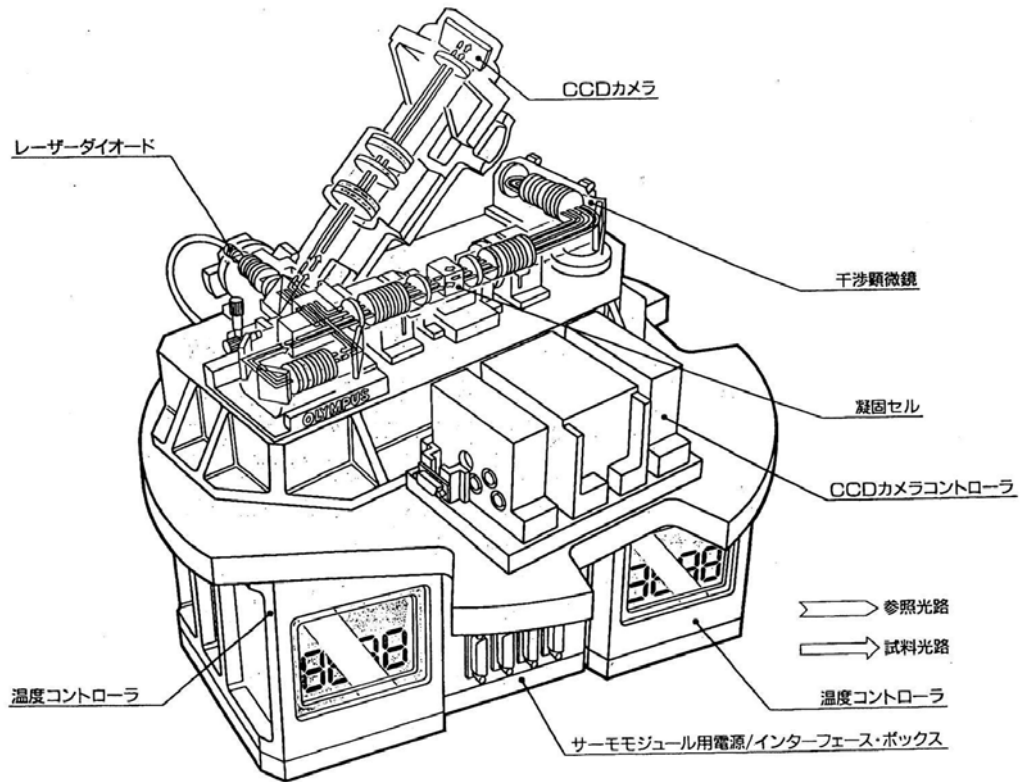


図2 SuM-1の構成

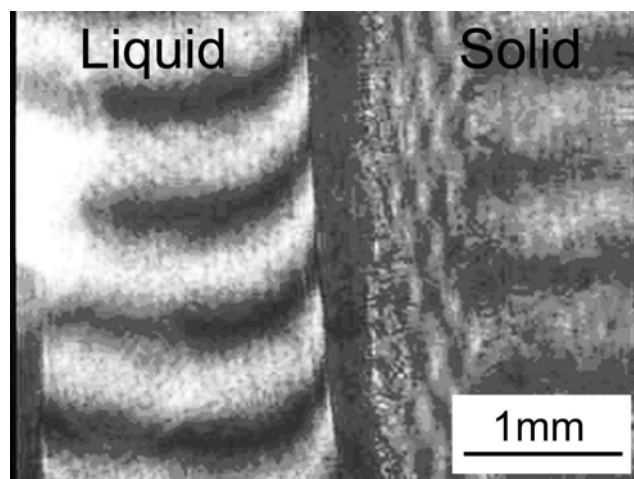
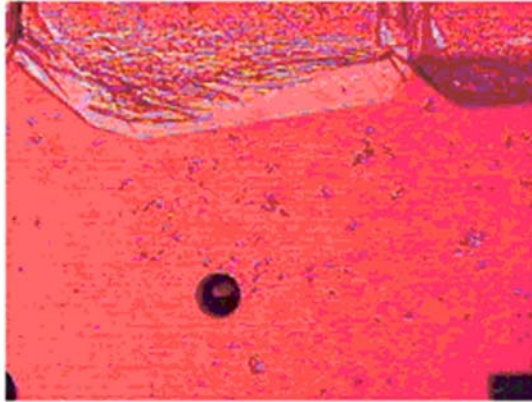
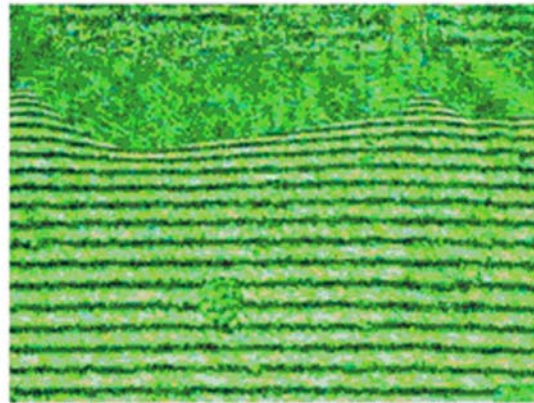


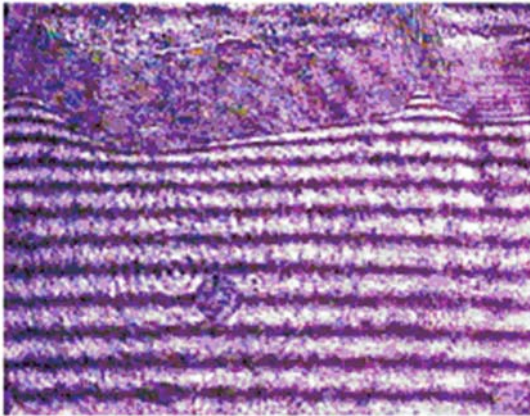
図3 打ち上げ後270秒後に得られた干渉縞画像



(a) 振幅変調顕微鏡 ( $\lambda = 660 \text{ nm}$ )



(b) 干渉顕微鏡 ( $\lambda = 532 \text{ nm}$ )



(c) 干渉顕微鏡 ( $\lambda = 780 \text{ nm}$ )

図4 SCOF (EM) および試料セル (EM) による同一視野でのザロール/*t*-ブチルアルコール合金の結晶成長のその場観察例。ここで $\lambda$ は光源の中心波長を指す。

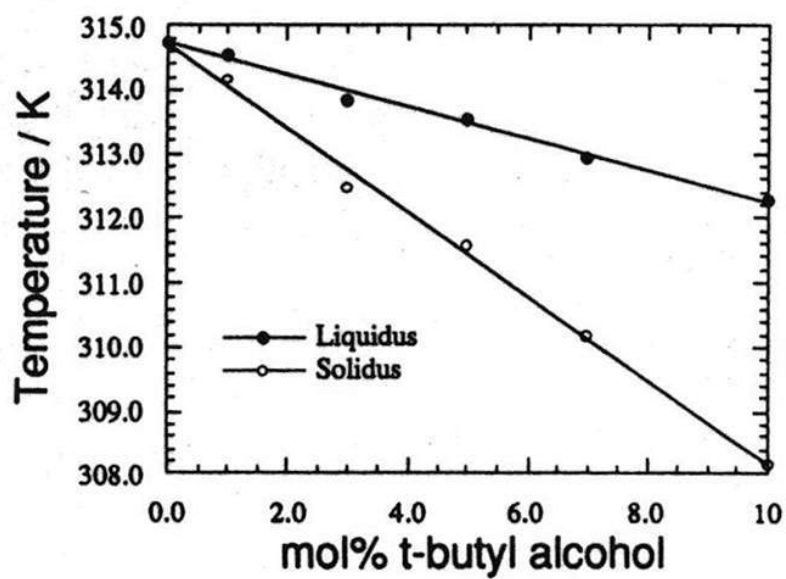
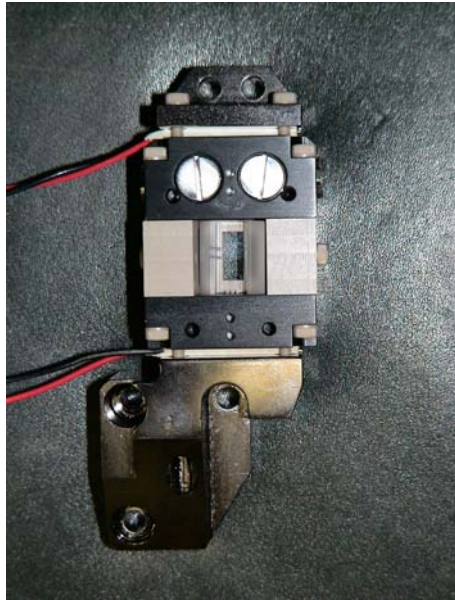
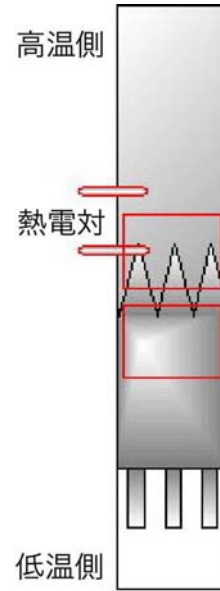


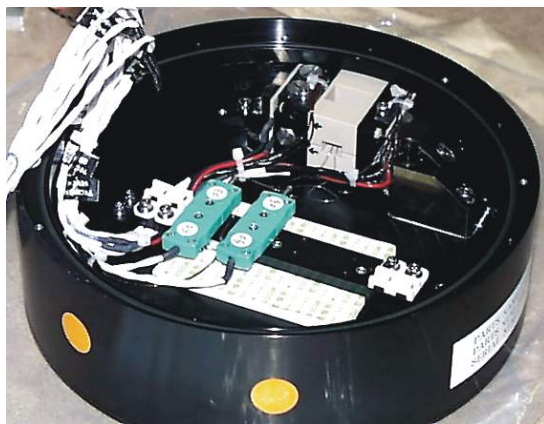
図5 ザロール/*t*-ブチルアルコールの2元系平衡状態図 [10]



(a) 試料セル(PFM)



(b) 試料セルの模式図



(c) 供試体カートリッジ



(d) SCOF

図6 SCOF に組み込まれるファセット結晶成長実験用試料セルおよび供試体カートリッジ

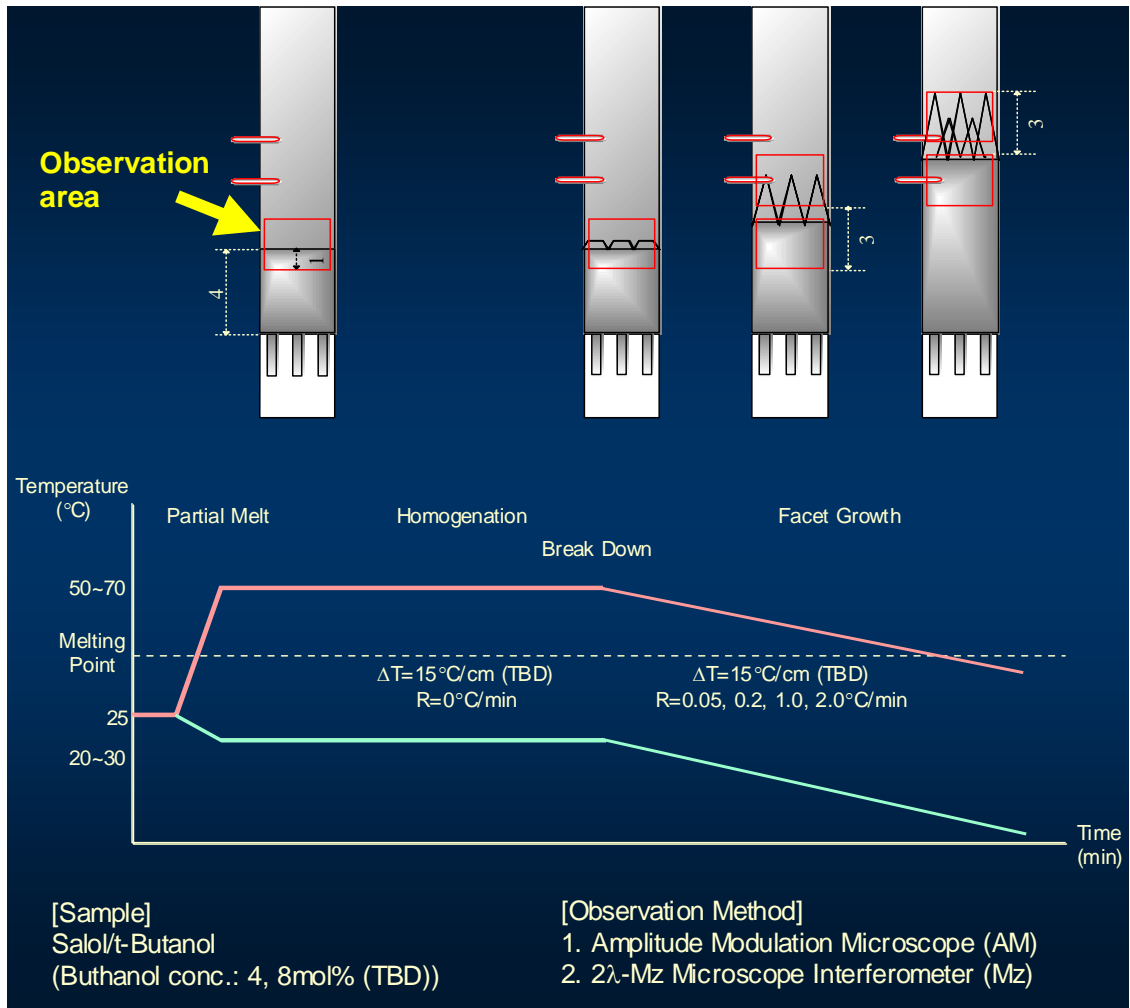


図7 ISS 実験での試料温度制御プロファイル