

IIII 特集：小型衛星・実験装置 その2 IIII
(解説)

溶液結晶成長実験装置・供試体の開発について

友部 俊之¹・岡 利春¹・吉崎 泉²

Development of the Experiment Cell and Solution Crystallization Observation Facility (SCOF)

Toshiyuki TOMOBE¹, Toshiharu OKA¹ and Izumi YOSHIKAZI²

Abstract

IHI Aerospace Co., Ltd. (IA) has been developed the experiment cell for Solution Crystallization Observation Facility (SCOF) under the Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA). SCOF is one of the two facilities in Solution/Protein Crystal growth Facility (SPCF) for Japan Experiment Module (JEM), called “KIBO”. The developments of four experiment cells were finished and the on-orbit experiments of three experiment cells were completed. This report introduces the development of experiment cells.

Keyword(s): JEM, KIBO, SPCF, SCOF, IA

1. はじめに

(株) IHI エアロスペース (IA) は、(独) 宇宙航空研究開発機構 (JAXA) のもとで、溶液結晶化観察装置 (SCOF) を用いた結晶成長実験を行うための供試体の開発を担当してきた。

これまでに 4 式の「きぼう」実験用供試体の開発を終え、うち 3 式では軌道上実験が完了した。

本稿では、実験装置 (SCOF) 及び、溶液結晶成長実験供試体の開発について、主にエンジニアリングの観点から紹介する。

2. 実験装置

「きぼう」与圧部には複数のラックが存在するが、この中の流体実験ラック (Ryutai Rack) に溶液蛋白質結晶成長実験装置 (SPCF: Solution/Protein Crystal growth Facility) が搭載されている。SPCF は溶液結晶化観察装置 (SCOF: Solution Crystallization Observation Facility) と蛋白質結晶生成装置 (PCRF: Protein Crystallization Research Facility) の 2 つの独立した装置の総称で、SCOF は溶液・融液の結晶成長過程その場観察を、PCRF は蛋白質の結晶の生成を行う。

流体実験ラックや PCRF については本誌特集の永島ら¹⁾の解説に譲るとし、以下、SCOF について述べる。

2.1 SCOF

SCOF は、干渉計や顕微鏡等を用いて、結晶と溶液 (環境相) の、その場観察を行うための装置である。実験目的に応じて開発される供試体を搭載することが可能であり、温度や圧力等を制御することで結晶を成長させる。SCOF の概要を Fig. 1 に、主要機能・性能を Table 1 に示す。

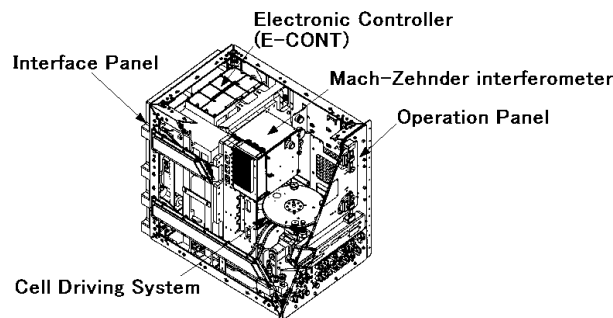


Fig. 1 General view of SCOF

1 株式会社 IHI エアロスペース 宇宙技術部 宇宙利用技術室 〒370-2398 群馬県富岡市藤木 900 番地
Space System Department, Space Utilization Office, IHI AEROSPACE Co.,Ltd, 900 Fujiki, Tomioka, Gunma, 370-2398 Japan
2 独立行政法人宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所 ISS 科学プロジェクト室 〒305-8505 茨城県つくば市千現 2-1-1
Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA), 2-1-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki, 305-8505 Japan
(E-mail: t-tomobe@iac.ihico.jp)

Table 1 Specification of SCOF

項目		機能
実験制御		<ul style="list-style-type: none"> ・プログラムに基づく自動制御 ・テレサイエンス操作が可能
観察系	結晶表面観察	<ul style="list-style-type: none"> ・振幅変調顕微鏡（透過，反射）による結晶表面観察 ・明視野観察 ・偏光観察
	位相観察	<ul style="list-style-type: none"> マッハツェンダ型 2 波長干渉顕微鏡による ・溶液相の温度／濃度分布測定 ・結晶表面観察
	撮像素子	1/2 インチカラー CCD カメラ（2 台）
	倍率	2 倍（視野 3.2×2.4mm），及び 4 倍（視野 1.6×1.2mm）
計測・制御機能	温度計測	<ul style="list-style-type: none"> ・サーミスタ計測回路 21ch ・熱電対計測回路 13ch
	温度制御	<ul style="list-style-type: none"> ・ペルチェ素子駆動回路 12ch ・ヒータ駆動回路 2ch
	モータ駆動	<ul style="list-style-type: none"> ・DC モータ駆動回路 2ch ・ステッピングモータ駆動回路 2ch
	圧力計測	<ul style="list-style-type: none"> ・圧力センサインタフェース回路 2ch
	位置検出	<ul style="list-style-type: none"> ・リミットスイッチインタフェース回路 4ch
	汎用電源	<ul style="list-style-type: none"> ・3 系統（24V×2，6V×1）
寸法		425W×660D×611H[mm]
質量		約 120[kg]

3. 供試体

実験装置と別に、実験テーマ毎に開発され、実験装置に取り付けられて使用するユニットを供試体と呼んでいる。英文では EU: Experiment Unit, EC: Experiment Cell, 或いは ECU: Experiment Cell Unit 等と表記されている。

SCOF 用に開発される溶液結晶成長実験供試体（SCOF 供試体）の場合は、実験試料である溶液・融液を封入した容器（セル）を中心に、温度計測・制御機能や観察機能等、必要な機能を付加した、結晶成長が行われる場所である。実験テーマにとって、実験装置が汎用なら供試体は専用ということになる。

一般に供試体の開発は、実験装置の開発終盤又は開発完了後にスタートする。実験装置の機能を利用できるため、供試体の開発が軽減される点はメリットであるが、実験装置仕様が供試体開発の制約となり得るデメリットもある。限られた実験装置のリソース（電気／ガス／水道等）とエンベロープ（包絡寸法）内で、実験要求を可能な限り満足できる供試体を完成させることが、供試体開発のおもしろさ（と同時に苦しさ）といえようか。

3.1 Ice Crystal Cell

2008 年 12 月から 3 ヶ月にわたり、SCOF で初の結晶成長実験を行った供試体である。筐体組立と 3 本のケーブルで構成され（Fig. 2）、筐体の内部には試料セルと側

面観察装置（マッハツェンダ干渉計と明視野観察装置）が詰まっている（Fig. 3）。SCOF での正面観察と合わせて 2 軸直交の氷結晶成長その場観察を行えることが、本供試体の特徴である。筐体組立の寸法は 250W×300D×210H[mm]、総質量は 11.9[kg]である。

氷を作るためにペルチェ素子（電子部品）をクーラとして用いている。試料の一部を目標温度（-10[°C]）まで冷やすためには、ペルチェ素子からの発熱を逃がす必要がある。SCOF 供試体は冷却水の供給を受けていないため、SCOF 内を流れている冷却水まで伝導のみで排熱することになる。試料セルの熱設計では熱抵抗が最小となる様、材質・形状、及び組立方法を工夫している。

試料セルを冷やしたときに窓ガラスが曇らない様、筐体は気密構造とし、内部を乾燥窒素で置換しているが、それだけではだめで、時間が経つと結露してしまう。微量ではあるが試料セルから水蒸気がリークするためである。そこで、地上の試験で筐体の内部に超小型の湿度センサをセットし、時間と湿度の関係を取得した。このデータを元に筐体内部に設置する乾燥剤の量を決め、軌道上での実験中は結露しない設計とした。

開発の過程では、試料セルの窓ガラスが割れてしまうことがあった。水が凍ると体積が約 1 割膨張するため、これを吸収するためにダイヤフラムを設けていたが、ダイヤフラムへ通じる穴が成長した氷に塞がれて機能を喪失したためであった。

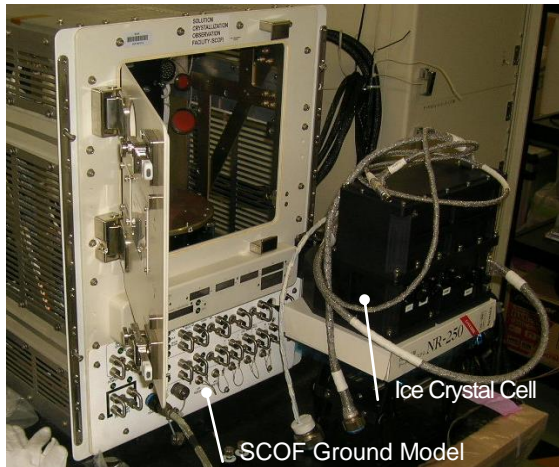


Fig. 2 Ice Crystal Cell and SCOF Ground Model

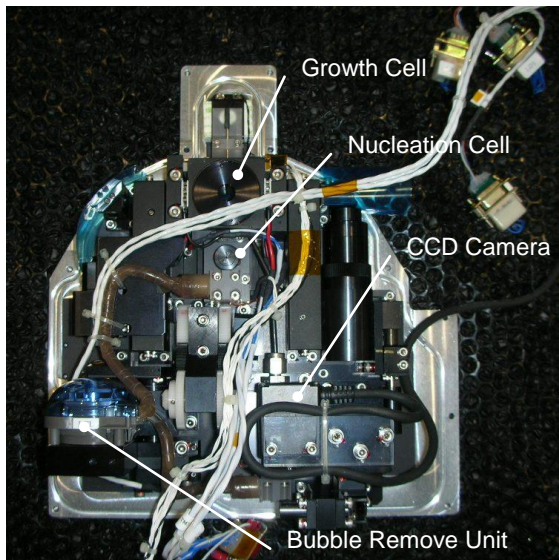


Fig. 3 Inside of Ice Crystal Cell

12 年以上も前の話であるが、ガラスが割れたときの音と、材料力学通りに中心から綺麗にヒビが入った窓ガラスは今でも印象に残っている。

本供試体による軌道上実験については、テーマ提案者である北海道大学低温科学研究所・古川先生らによって多くの発表が行われている^{2)~6)}。

3.2 Facet Cell

Ice Crystal Cell に引き続き、2009 年 4 月からファセット (Facet) 結晶成長実験を行った供試体である。

φ220×97H[mm]の円筒状の筐体組立とケーブル 1 本から成るシンプルな構成で、総質量は 5.5[kg]である。筐体の内部には試料セルが 2 式搭載されている (Fig. 4, Fig. 5)。

試料セルに封入した実験試料 (サリチル酸フェニルに微量の t-ブタノールを混合したもの) の一端を高温に、

もう一端を低温にして温度勾配を付加する。すると試料セル内で試料融点と等しいところに固体/液体の界面ができる。この状態で試料セル両端の温度を一定速度で下げることにより結晶が成長する。

温度勾配と冷却速度の 2 つのパラメータを制御できるかどうか実験成立のカギとなるため、供試体開発においては特に熱解析に力を入れ、その結果、実験要求を満足できる供試体を実現することができた。

実験試料と直接接するシール材 (Oリングと接着剤) については浸漬試験を行った。ほとんどのシール材は膨潤や変色が生じたため NG となったが、最も影響の小さかった Oリング 1 種類と接着剤 2 種類を採用し、6 ヶ月以上の試料封入に耐えられる性能を確保した。

開発中、最も頭を悩ませたのは試料リークの問題であった。ヘリウムを使って測定した試料セルのリーク量は規格内であるにも係わらず、実験試料の蒸気が外に漏れ出すのである。漏れた試料蒸気は筐体の窓ガラスに付着し、観察を阻害する。シール設計は問題無さそうだし、シール材やシール面に傷は見あたらない。

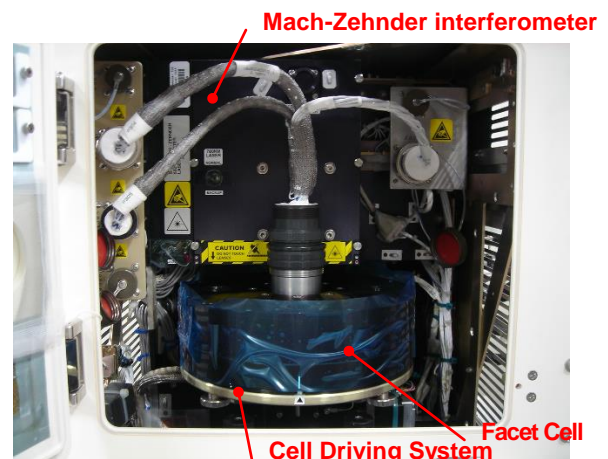


Fig. 4 Facet Cell in SCOF Ground Model

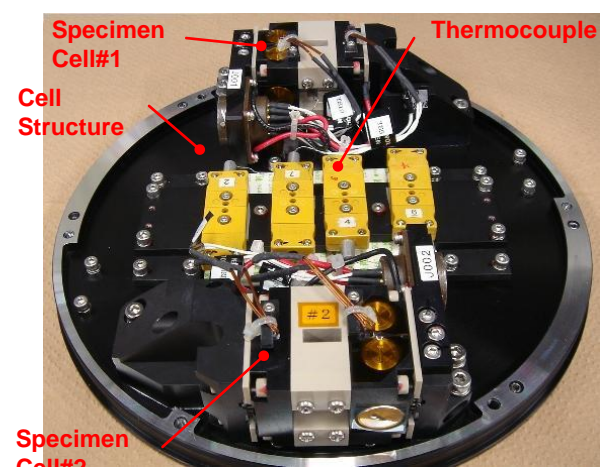


Fig. 5 Inside of Facet Cell

試料セルに改良を加えては、筑波宇宙センタで試す日々が続いた。ようやく対策の目処が経ったのは問題発生から5ヶ月も経ってからのことであった。

本供試体による軌道上実験についても、テーマ提案者である JAXA 稲富先生らによって、多くの発表が行われている^{2), 4), 5), 7)}。

軌道上実験を開始してみると、SCOF の干渉縞が揺れており、これが後に問題となった^{2), 7)}。縞揺れの原因は、光路上をアビオニクスエアが流れているためであった。振り返ってみると、SCOF 単体や SCOF+SCOF 供試体の試験では、通常は必要が無いためアビオニクスエアを流していなかった。又、流体ラック全体での試験では、アビオニクスエアを流していたが干渉縞には注目していなかったと思われる。結果的に軌道上実験を想定した検証が漏れてしまったと反省している。最終的にエアを遮るカバーを付けることで問題を解決した。

3.3 Nano Step Cell

2012年8月から12月にかけて Nano Step 実験を行った供試体である。

筐体組立、回路ボックス、及びケーブル6本から構成され、総質量は 15.1[kg]、寸法は筐体組立が 250W×280D×185H[mm]、回路ボックスが 300W×150D×100H[mm]である (Fig. 6, Fig. 7)。

筐体内部には半導体励起固体レーザー (波長 532[nm]) を光源とした反射型干渉計が搭載されている。この干渉計により、蛋白質結晶表面の状態や、結晶界面での濃度勾配をその場観察することができる。Nano Step 実験の詳細については、テーマ提案者である塚本先生の解説⁸⁾をご覧ください。

実験試料 (蛋白溶液、種結晶) はガラスセルに封入され、銅製の温調ブロックに組み付けて試料セルを成している。この試料セルを、光軸調整のための3軸のセルステージに乗せて組み上げて、試料セル組立 (Fig. 8) と



Fig. 6 Astronaut Aki Hoshide with Nano Step
©NASA

している。試料セル組立は軌道上で筐体内部に着脱できるようになっている。軌道上実験は3式の試料セル組立を使用し、第1シリーズから第3シリーズに分けて実験が行われた。

本供試体の設計には、ガラスセルやセルステージの仕様を始め、塚本先生のアイデアが色濃く反映されている。先生のアイデアを実現するために試行錯誤を繰り返したが、最も苦勞したのがセルステージの駆動範囲を確保しつつ試料セルの冷却を実現することだった。

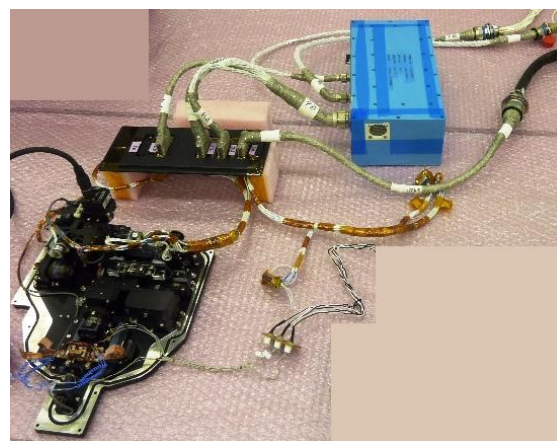


Fig. 7 Inside of Nano Step Cell

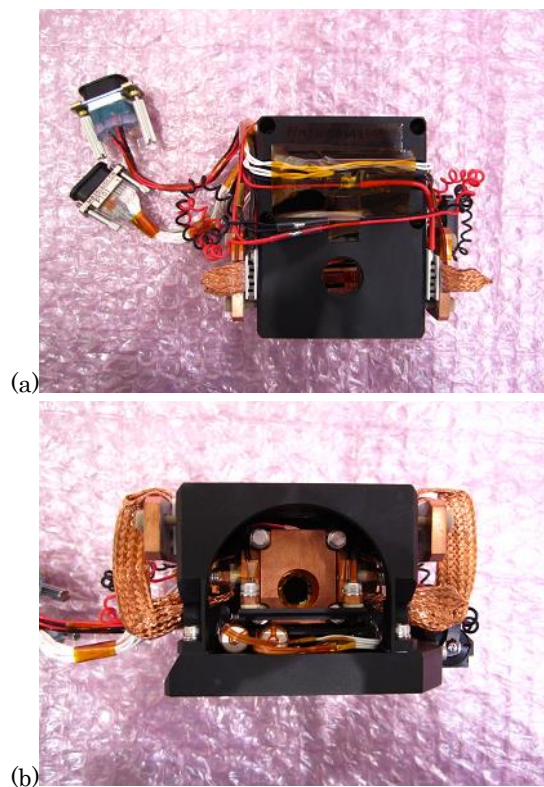


Fig. 8 Specimen Cell Unit of Nano Step Cell
(a) Top view, (b) Side view

蛋白溶液を過飽和状態にして結晶を成長させるために、試料セルには冷却能力が求められる。冷却はペルチェ素子により行うが、その排熱をセルステージに流すことは制限された。熱膨張により観察に支障が出るためである。このため、ペルチェ排熱面に平網銅線を固定し、銅線伝いに熱を逃がすことにしたが、排熱効率を上げるために銅線（の断面積）を増やすと銅線の機械的な抵抗でセルステージが動かない／セルステージが動ける様に銅線を減らすと充分に冷えないというジレンマに陥った。関係者の協力を得ながら試料セル設計の最適化を行い、当初目標の 5[°C]には達しなかったものの、最終的に結晶成長に必要な 8~40[°C]の温度制御を実現することができた。

3.4 Ice Crystal Cell 2

2013 年 8 月末に Ice Crystal 2 実験を開始した供試体である。Nano Step Cell 同様、筐体組立、回路ボックス、及びケーブル 6 本の 3 体構成である (Fig. 9)。

筐体組立の寸法は 250W×250D×215H[mm]、回路ボックスは 300W×150D×100H[mm]、総質量 18.6[kg]と、SCOF 供試体としては過去最大である。

筐体の内部には試料セルと観察系が搭載されている。試料セルは JAXA と北海道大学低温科学研究所が開発を担当している。観察系はレーザダイオード(LD)を光源とした①反射型干渉計と、白色 LED を光源とした②透過位相差顕微鏡、更に③結晶方位確認用 CCD の 3 系統を有する。①②は同軸、③は①②と直交しており、③の画像を見ながら、結晶を①②の観察に適した向きに調整することができる。

本供試体は光学調整と前述の結晶の向きの調整を行うために合計 5 つのステッピングモータを持つ。一方で、SCOF が供試体向けに用意しているステッピングモータ駆動回路は 2ch しかない (Table 1)。リレーで切り替えることはすぐ思い付いたが、リレー制御に適した通信インターフェースが SCOF にはない。さて、どうするか？悩んだ末に、SCOF が持つ DC モータ駆動回路を流用し、出力電圧に応じてモータを切り替えることにした。出力電圧 1.0[V]のときは 1 番目のモータが選択され、1.5[V]のときは 2 番目のモータが選択され、という具合になる。この切り替えを実現するために、回路ボックスは実に 40ch ものリレー（半導体リレー）を搭載している。

本供試体も Ice Crystal Cell (3.1 項) 同様、試料を冷却する。Ice Crystal Cell は目標温度-10[°C]であったが、本供試体の目標温度は試験の結果を受けて最終的に-18[°C]に設定された。Ice Crystal Cell と同じ熱設計では到底実現はできない。そこで、筐体組立の底面に厚さが 5[mm]の冷却ユニットを追加し（5[mm]より厚いと SCOF に搭載できなくなるため）、筐体組立の底面をペルチェ素子で冷却することにした。しかもこのペルチェは、SCOF のペルチェ素子駆動回路では電力が不足するため、ヒータ駆動回路に接続することにした。この様に、

SCOF 側の機能を本来の用途と異なる目的で使用するという、ややアクロバティックな設計を採用した結果、要求を満足する供試体に仕上げることができた。

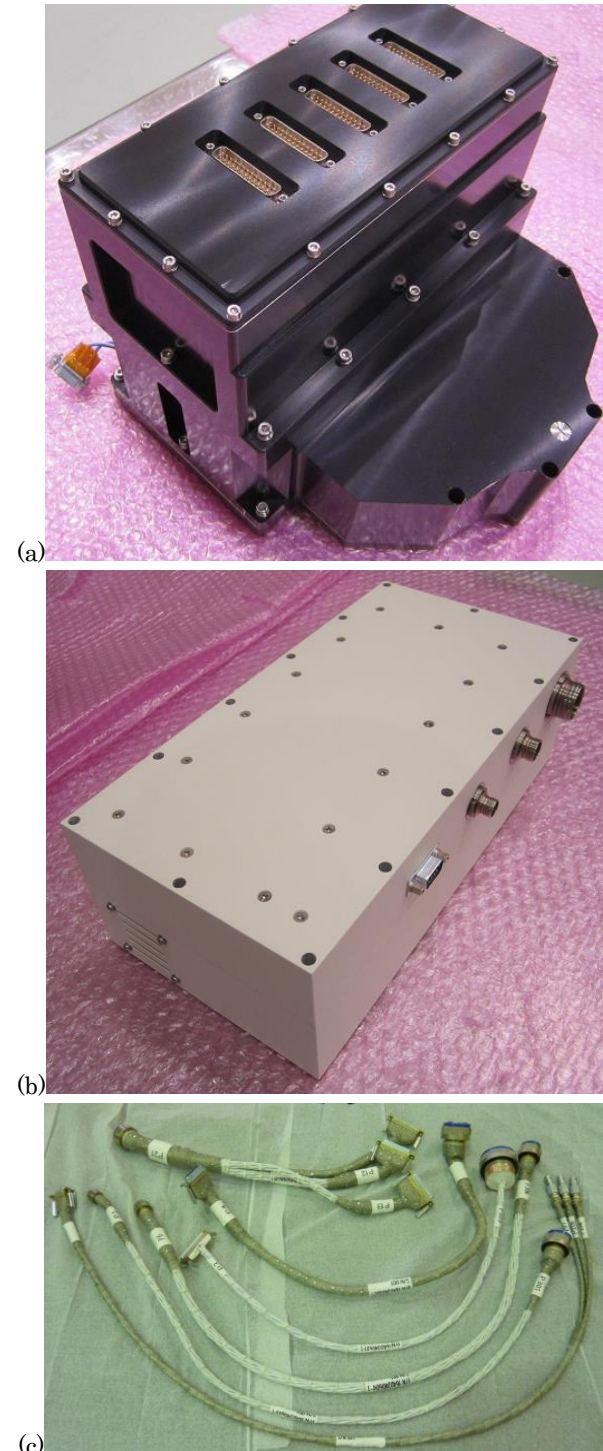


Fig. 9 Ice Crystal Cell 2
(a) Structure ASSY, (b) Circuit Box, (c) Cables

3.5 その他の供試体

軌道上実験の実施には至らなかった供試体についても簡単に紹介したい。

Figure 10 の SCN Cell は、SCOF 用供試体として始めて結晶成長を行った供試体である。石英ガラスで出来た試料セルに実験試料のサクシノニトリルを封入し、

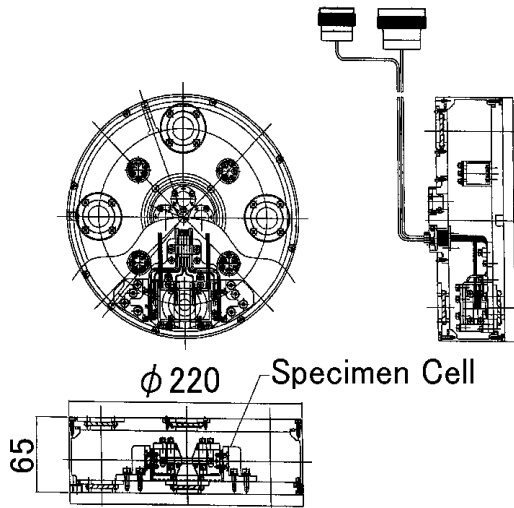


Fig. 10 SCN Cell

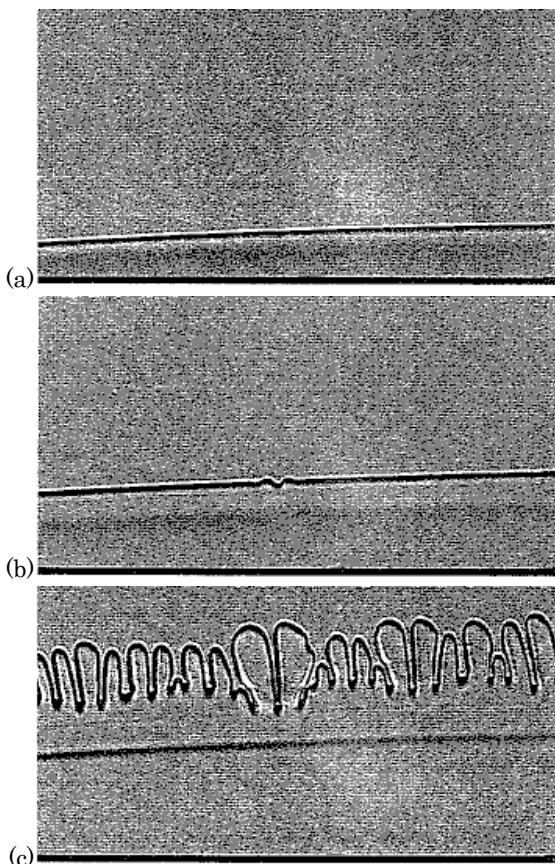


Fig. 11 Crystallization by SCN Cell

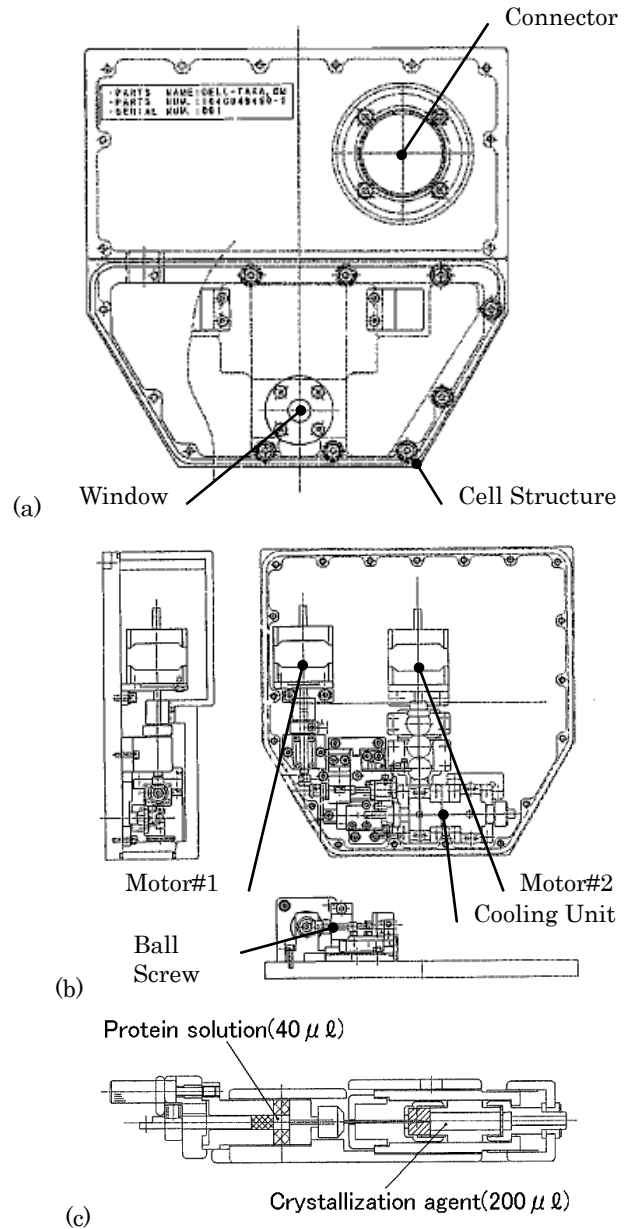


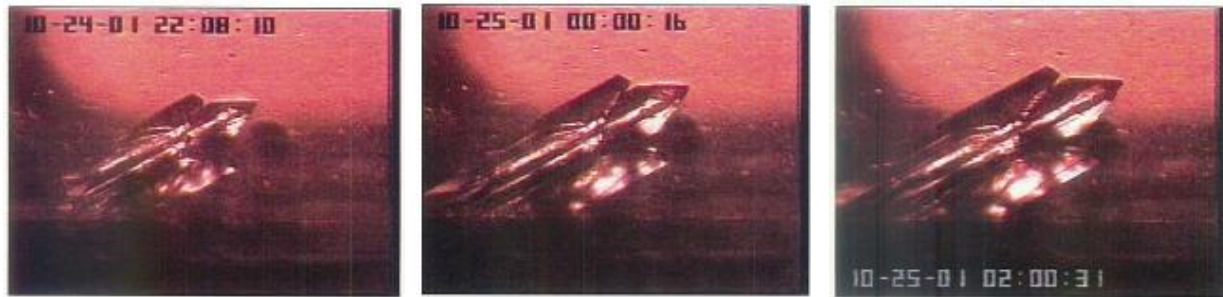
Fig. 12 b5R Cell
(a)Outside, (b)Inside, (c)Specimen Cell

FACET Cell 同様、試料セルの両端の温度制御を行い、一方向凝固を行う。SCOF の透過振幅変調顕微鏡により、平滑界面がブレイクダウンする様子が観察された (**Fig. 11**)。

Figure 12 の b5R Cell は、日本語名称が蛋白質結晶成長 (微量注入法) 実験供試体で、注射器内部の蛋白質溶液中に、画像を見ながら結晶化剤を少しずつ注入することにより蛋白質溶液の濃度を直接制御し、結晶化を開始することができる。**Fig. 13** は結晶化剤注入後の注射器内部の様子、**Fig. 14** は注射器内部で結晶が成長する様子を SCOF で捉えた画像である。何もないところに核が生じ、1 時間に約 $50[\mu\text{m}]$ のペースで成長を続ける様は幻想的であった。



Fig. 13 Sample injection by b5R Cell



(a) 4Hr after injection

(b) 6Hr after injection

(c) 8Hr after injection

Fig. 14 Crystallization by b5R Cell

4. おわりに

SCOF 供試体 6 式について紹介した。思い起こせば、筆者が SCOF 供試体の検討に着手したのは 1996 年の事であった。先の見えない時期が長く続いたが、Ice Crystal Cell 以降、担当した供試体が順次打ち上がり、軌道上実験で活躍する現状は嬉しい限りである。

SCOF 供試体の開発にあたり、IA は多くのメーカから協力を得ている。その形態は、IA から構成品開発を発注するケース、図面を元に製作を発注するケース、民生品を購入するケース、設計検討を委託するケース、支給品扱いで受領するケースと様々である。主なメーカ名をここに記したい。供試体が内蔵する全ての観察系の開発は、オリンパス株式会社によるものである。株式会社ジュピターコーポレーションには回路ボックスの開発を担当して貰った。初期の SCN Cell, b5R Cell は NEC マシナリー株式会社（現・キャノンマシナリー）製である。その他、テクノハンズ、大星電機、日機装サーモ、立山科学工業、日本電産コバル電子、光進電気工業、ダイトロンテクノロジー、日本航空電子工業、潤工社、双葉電線、小間工業、IHI エスキューブ等の協力を得て、SCOF 供試体は成立している。

謝辞

SCOF 供試体の開発は、JAXA 関係各位との協力のもとで行われたものである。日本宇宙フォーラムの島岡

太郎氏、有人宇宙システムの曾根武彦氏には、特に問題発生時に、立場を越えて開発にご協力頂いた。又、テーマ提案者の古川先生/稲富先生/塚本先生を始めとする先生方には、時に叱咤激励頂きながら開発を進めてきた。皆様に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) T. Nagashima, T. Oka, K. Matsumoto, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **30** (2013) 176 (in Japanese).
- 2) I. Yoshizaki, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **27** (2010) 18 (in Japanese).
- 3) Y. Furukawa, E. Yokoyama, I. Yoshizaki, S. Yoda, T. Tanaka, T. Shimaoka, T. Sone and T. Tomobe, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **27** (2010) 24 (in Japanese).
- 4) T. Shimaoka, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **27** (2010) 37 (in Japanese).
- 5) T. Sone and Y. Abe, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **27** (2010) 46 (in Japanese).
- 6) Y. Furukawa, E. Yokoyama, I. Yoshizaki, T. Shimaoka, T. Sone and T. Tomobe, J. Crystal Growth, **39** (2012) 61 (in Japanese).
- 7) Y. Inatomi, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **27** (2010) 32 (in Japanese).
- 8) K. Tsukamoto, J. Jpn. Soc. Microgravity Appl., **29** (2010) 106 (in Japanese).

(2013 年 9 月 2 日受理, 2013 年 9 月 18 日採録)