

## TEMによる有機低分子結晶の構造解析 -MicroED- について

○村上 洋輔

大阪大学 産業科学研究所 技術室

### 1. はじめに

有機低分子結晶の構造解析を行う際、一般的には $10\sim 100\ \mu\text{m}$ 程度のサイズの単結晶が必要になるが、数 $\mu\text{m}$ の微結晶しか用意できない場合がある。微結晶の構造解析を行う際は、電子線回折を用いた微結晶の構造解析、MicroED という手法が有用である。本稿ではMicroEDの導入について紹介する。

### 2. X線回折と電子回折

単結晶X線回折は、 $10\sim 100\ \mu\text{m}$ 程度の単結晶に対してX線を照射し、サンプルの結晶構造に対応した回折パターンを得る。サンプルに対するX線の入射角を変化させ多数のパターンを取得することで、三次元の結晶構造を明らかにすることができる。X線の代わりに電子線を照射すると、同様の原理で結晶構造解析を行うことができる。電子線はX線と比較して散乱能が強いため、小さな結晶サイズのサンプルからも回折パターンを得ることが可能である。また、電子線回折は透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて測定するため、顕微鏡像と回折パターン像を切り替えることができる。つまり拡大した実像を見ながら最適な微結晶を見つけ、その結晶に電子線を収束させて回折パターンを撮影するので、混ざりものが含まれているサンプルでも解析できる場合がある。

### 3. 電子線回折スポットの撮影

ヒスチジンをを用いて電子回折スポットの撮影を行った。サンプルはスライドガラスに挟んですり潰し、溶媒に分散させカーボン膜上に滴下した。サンプルが厚い場合は電子線が透過しにくい、多重散乱の影響が大きくなるといったデメリットがあるため、なるべく薄く広い結晶が必要になる。

透過電子顕微鏡の通常の観察モードで適した微結晶を探し、目的の結晶だけを制限視野絞りの内側に収めて、電子回折モードに切り替え、ホルダーを傾斜させながら連続撮影を行った。

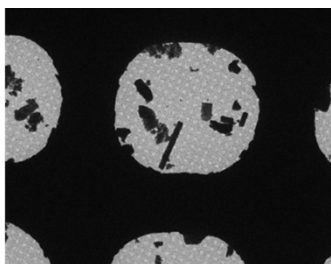


図1 TEM像による微結晶の選択



図2 ヒスチジンの電子回折像

### 4. 今後の展開

MicroEDの導入にあたって、いくつかの課題が残されている。透過電子顕微鏡による測定では高加速電圧の電子線を用いるため、熱ダメージに弱い有機分子結晶にMicroEDを適用するとサンプルが壊れてしまう場合が多い。電子線の照射量も熱ダメージに関わるため、一般的な測定よりも抑える必要があるが、少なすぎると解析に必要なスポットのコントラストが足りなくなる。今後、様々なサンプルについての最適な観察条件、試料サイズについて検討を進めていきたいと考えている。