

実験概要

Metroカメラ

タイトル

直接検出型電子カウンティングカメラを用いたMicroED/3DEDによる解析能力の向上

Gatan社使用装置

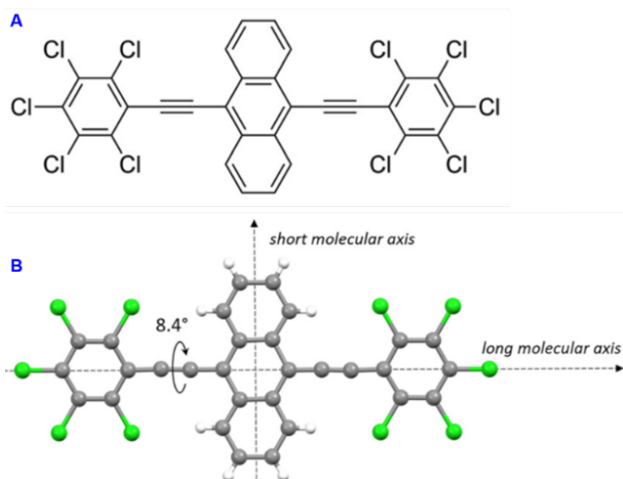
Metro® カメラは、シンプルなユーザーインターフェイスを通じてリアルタイム電子カウンティング処理を行った低電子線照射条件下での像観察と電子線回折測定を実現します。

研究の背景

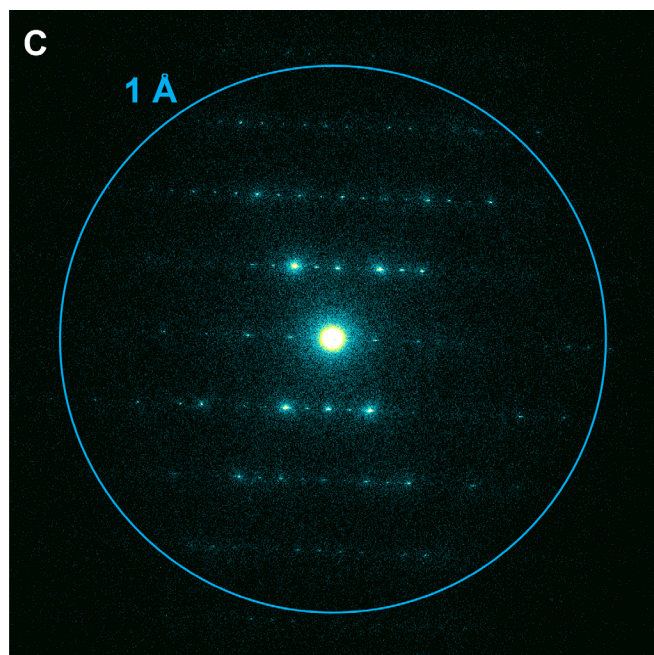
半導体分子であるPPEAは、グラフェン表面に対する高い親和性を示します。PPEA分子は非常に小さな長さが数 μm 、幅が100から200 nmの針状結晶を形成します。寸法が非常に小さいことから、X線単結晶構造解析の手法を適用することが出来ません。さらにPPEAは電子線照射に対して敏感であることから、結晶へのダメージを避けるために透過型電子顕微鏡(TEM)の低電子線照射観察の手法が必要であり、連続電子線回折トモグラフィ法 (MicroED/3DED) がその構造決定に適した手法であると考えられます。

材料と測定手法

参考文献1に記載されている方法でPPEA結晶を成長させTEM試料の準備を行いました。データは加速電圧200 kVでMetroカメラを使用して取得しています。連続傾斜像の取得においては、総照射電子線量が $2 \text{ e}^-/\text{Å}^2$ 未満となるよう照射電子線密度を $0.0311 \text{ e}^-/\text{Å}^2/\text{s}$ に調整し、試料傾斜角度が -30° から 30° まで、傾斜速度 $\sim 1^\circ/\text{s}$ tilt でデータを取得しました。



図A: 9,10-bis-((perchloro-phenyl)-ethynyl)anthracene (PPEA)の分子構造。図B: PPEAの結晶構造中のコンフォーメーション。図C: 連続電子線回折トモグラフィのデータから抜き出した回折図形。1 Åを超える分解能の高次反射を示している。完全なデータは下記リンクよりご覧ください、https://youtu.be/Nr3v4vTa_lY。



まとめ

本研究ではビームストッパーを使用しないMicroED/3DEDの測定において、Metro電子カウンティングカメラが有効であることを示しています。これはPPEAのような電子線照射に敏感な材料を、その本来の状態を維持したまま研究する上で非常に重要です。さらに、Latitude® Dソフトウェアを活用することによって、連続電子線回折トモグラフィデータセットの高スループット自動データ取得が実現されます。

参考文献

1) Gorelik, T.E., Ulmer, A., Schleper, A.L., Kuehne, A.J.C., Crystal Structure of 9,10-bis-((perchloro-phenyl)-ethynyl)anthracene Determined from Three-Dimensional Electron Diffraction Data, Z. Kristallogr. (2023), <https://doi.org/10.1515/zkri-2023-0009>

謝辞

Special thanks to Dr. Tatiana Gorelik at the Helmholtz Centre for Infection Research.

