

実験概要

K3 IS カメラと626液体窒素クライオトランスファー試料ホルダー

タイトル

低電子線照射条件でのクライオ電子顕微鏡法(cryo-EM)と電子カウンティング法による液相-固相界面における不連続に存在するイオンの観察

Gatan 使用装置

K3[®] IS カメラは、リアルタイムでの電子カウンティング処理による低電子線照射量観察と高速の連続データ取得、そして広視野観察の全てを実現します。また、モデル 626 液体窒素クライオトランスファー試料ホルダーは、霜付きの無い低温での試料挿入と電子線照射に敏感な凍結試料の高分解能観察を正確に温度を測定しながら実現します。

背景

クライオ電子顕微鏡法は、タンパク質や他の生体分子の原子分解能レベルでの像観察を実現することで構造生物学の分野に革命をもたらしてきました。今回、同様の低温観察と低電子線照射条件を含水材料に対して適用しました。本例では、正に帯電した金のナノロッドとリンタンングステン酸との間の液相-固相界面を観察し、界面におけるイオンの個々と集団のふるまいを検討しました。固体表面とイオン、そして溶媒との間の相互作用は、電池材料や触媒、コロイド、メンブレン、スーパーキャパシタに関わる様々な材料のふるまいが明らかになることから、これらの相互作用を理解することは非常に重要です。

材料と手法

試料はマイクログリッド上の液体膜を急速凍結することで作製しました。Gatanのモデル626クライオホルダーを使用し、イメージコレクタが装着されたTitan ETEMに試料を100 Kに維持したまま挿入しました。像はK3 ISカメラの電子カウンティングモードを使用して取得し、照射電子線密度は500 e⁻/Å²/s、そして総照射電子線量は100 e⁻/Å²で撮影を行いました。

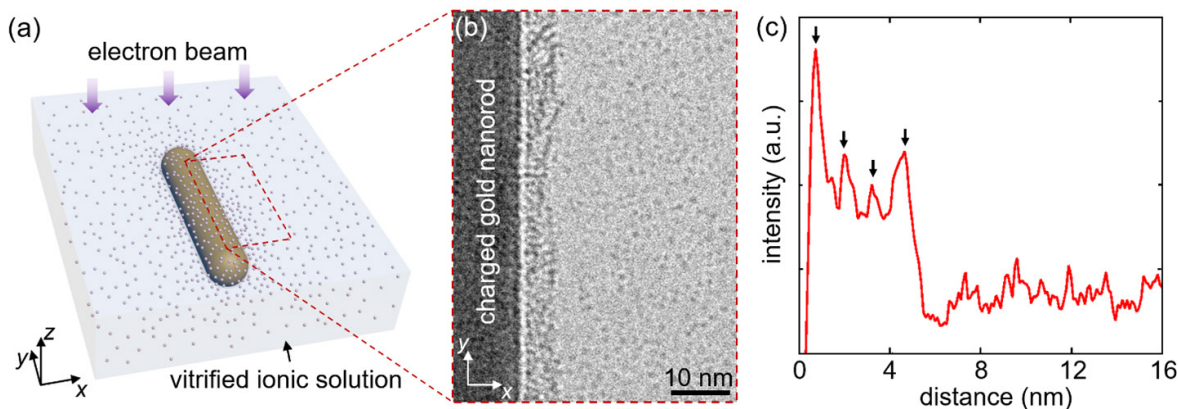


図1. 液相-固相界面間のイオンの観察。a) 観察条件の模式図 b) 観察像 c) 図b中の赤枠で示された領域から得られた信号強度プロファイル。明確な層の存在を示唆している。矢印は分子動力学シミュレーションにより予想されるイオンピーク位置を示す。Li, H.-K., et al. Nano Lett. 2020, 20 (11), 7927– 7932. <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.0c02669>. Copyright 2020 American Chemical Society. 許可を得て転載。

サマリー

K3カメラの電子カウンティングモードによる低電子線照射量観察とモデル626試料ホルダーを用いた低温観察によって、液相-固相界面におけるイオン分布の可視化が個々のイオンを明瞭に解像し実現されました。像の解析にはラインプロファイルと高速フーリエ変換(FFT)を用い、表面近傍に独立した層に沿って配列したイオン層の存在を明らかにしました。さらに分子動力学シミュレーションと像シミュレーションによる結果と比較し実験的に得られた像解釈を補足しています。

クレジット

Hao-Kun Li, Ze Zhang, Joel Martis, Arun Majumdar各先生の米スタンフォード大学のグループに感謝いたします。

Gatan社は、試料作製から像観察や分析までの電子顕微鏡の能力を広げる装置とソフトウェアの世界トップレベルのメーカーです。

This work was supported as part of the Center for Enhanced Nanofluidic Transport (CENT), an Energy Frontier Research Center funded by the U.S. Department of Energy, Office of Science, Basic Energy Sciences under Award no. DESC0019112. Z.Z. and J.M. acknowledge financial support by the Air Force Office Scientific Research under grant no. FA9550-19-1-0309.