

# 有機・高分子系材料の 高分解能電子顕微鏡観察技術

SATテクノロジー・ショーケース2024

## ■ はじめに

分子集合体、有機・錯体結晶、高分子などのソフトマテリアルの原子レベル構造解析技術の確立は、材料の構造と機能の相関を理解し、合理的な材料設計を実現するために不可欠である。電子顕微鏡による原子レベル構造同定は金属・無機材料分野においては汎用化された手法となっているが、ソフトマテリアルの電子顕微鏡観察では、電子線照射による試料損傷が高分解能イメージングの妨げとなっている。本研究では、独自開発した電子顕微鏡試料作製手法および高速電子顕微鏡動画撮影・解析技術に基づき、電子線による試料損傷を最大限抑制することで、単一分子や分子集合体の構造を原子分解能で明らかにし、さらに化学反応や構造変換など分子が関わる動的過程をリアルタイム映像として記録する「映像分子科学」研究を展開している。また、これらの研究で培った電顕技術を活かし、分子とマクロを繋ぐナノ、メゾ領域の階層的分子集合機構の理解に基づく、ナノ薄膜などの機能性分子集合体材料の開発を行っている。

## ■ 活動内容

1. 単分子原子分解能時間分解電子顕微鏡法(SMART-EM)による分子性材料の構造解析およびダイナミクス追跡

SMART-EM法は、カーボンナノチューブやグラフェン等の低次元材料に孤立化して担持した観察対象分子を透過電子顕微鏡(TEM)と高速撮像素子を用いて動画撮影するイメージング手法である。原子分解能の映像として分子の時間変化を追跡できる本手法は、複雑な有機分子や分子集合体の三次元構造変換や、熱や電子線によって誘起される化学反応を映像として与え、バルク分析では得られない個々の分子の振る舞いの統計データとして様々な化学現象を解析することができる。また、分析電子顕微鏡を用いた単分子レベルの元素組成や電子状態の分析にも取り組んでいる。

最近我々は、ポリアクリロニトリル(PAN)の熱処理によって生成するカーボンファイバーについて、加熱に伴う分子鎖一本レベルでの構造変化の過程を原子分解能映像として追跡することに成功した。通常の炭化過程においては炭素六員環からなるグラファイト構造の形成が起こるが、PANを原料として用いた炭化過程では五、七員環を含む非平面のグラファイト構造が形成しており、PAN由来カーボンファイバーの高い機械的強度を生み出す要因となっていることが示された(参考文献1)。

2. 低電子線量イメージングを駆使した有機・高分子材料の構造観察

有機・高分子の固体材料を直接電子顕微鏡観察する手法として、クライオ電子顕微鏡による構造生物学研究で汎用される直接電子検出器を材料研究に応用し、極めて低い電子線照射量で固体中の分子配列を可視化する研究も行っている。一例として、我々は Covalent Organic Frameworkと呼ばれる有機多孔性物質について、X線回折では検出できない10ナノメートルサイズの結晶ドメインの周期構造を可視化することに成功した(参考文献2)

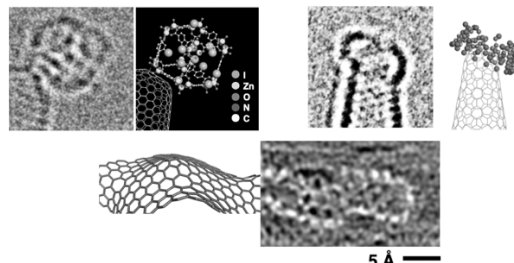
## ■ 関連情報等(特許関係、施設)

これらの研究は主として物質・材料研究機構 技術開発・共用部門で管理する最先端電子顕微鏡を用いて遂行している。これらの装置は外部利用も可能であり、利用を希望される方は以下のURLをご参照いただきたい。

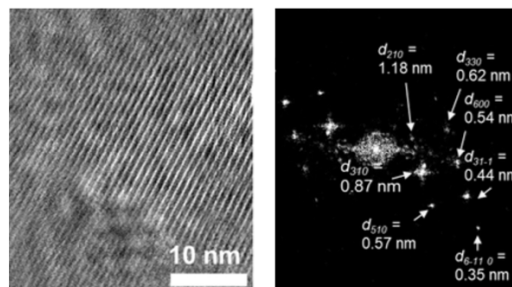
<https://www.nims.go.jp/arim/>

参考文献:

- (1) Ishikawa et al. *J. Am. Chem. Soc.* **2023**, *145*, 12244.
- (2) Yang et al. *J. Am. Chem. Soc.* **2023**, *145*, 14417-14426.



有機分子・分子集合体・高分子の原子分解能動画撮影



低電子線量イメージングによる有機固体構造解析

代表発表者 **原野 幸治(はらの こうじ)**  
 所属 **物質・材料研究機構  
 マテリアル基盤研究センター**  
 問合せ先 **〒305-0044 茨城県つくば市並木1-1  
 TEL:029-860-4965  
 Harano.koji@nims.go.jp**

■キーワード: (1)透過電子顕微鏡  
 (2)単分子観察  
 (3)高速動画撮影

■共同研究者: 木本浩司・吉川純・Ovidiu Cretu