

サブミクロン結晶用電子回析装置

# XtaLAB Synergy-ED



# FULLY INTEGRATED ELECTRON DIFFRACTOMETER

あらゆる研究者が  
気軽に電子回折構造解析を行えるプラットフォーム

サブミクロン結晶用電子回折装置

## XtaLAB Synergy-ED

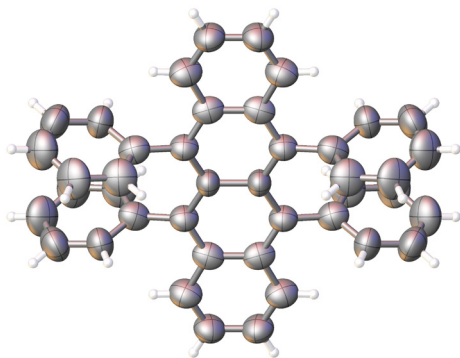
XtaLAB Synergy-ED は、リガクと日本電子のコア技術のシナジーによって生まれた全く新しい電子回折計です。

リガクの高感度検出器 HyPix-ED と、測定から構造解析までを包括するソフトウェア CrysAlis<sup>Pro</sup> ED、日本電子において長年にわたり磨き上げられてきた、電子線発生・制御技術が、有機的に統合、測定サンプル（ナノ結晶）の選別からデータ収集、解析までのフローを一体化することで、従来必須とされる電子顕微鏡と結晶学の専門知識が無い非専門家にも、電子回折を手軽に利用できる分析装置として実現いたしました。

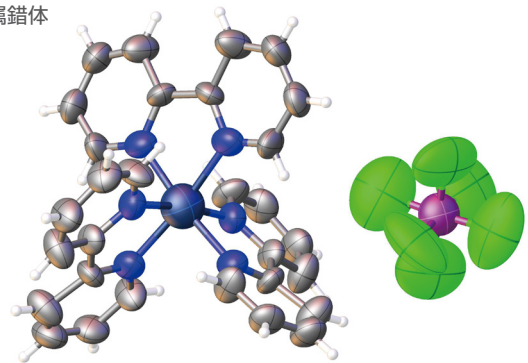


### 代表的な結晶構造解析例

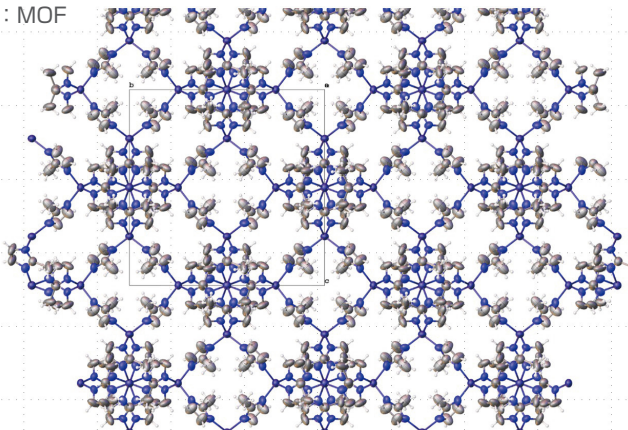
Rubrene : 炭化水素・有機単結晶薄膜半導体



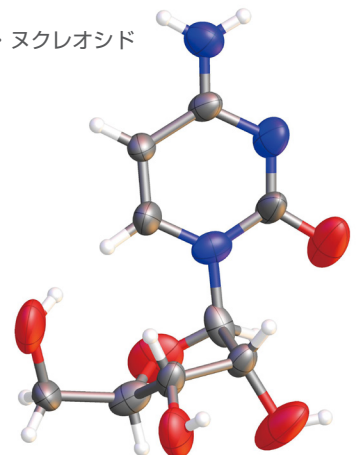
Ru 錯体 : 金属錯体



ZIF-8 : MOF



Cytidine : 有機化合物・ヌクレオシド



## Application data

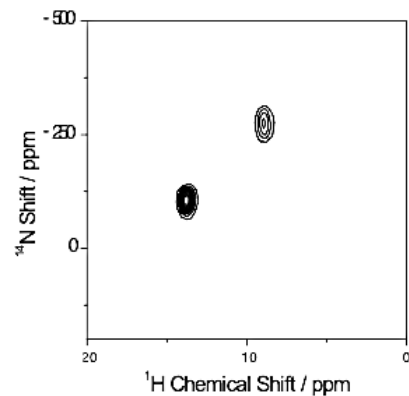
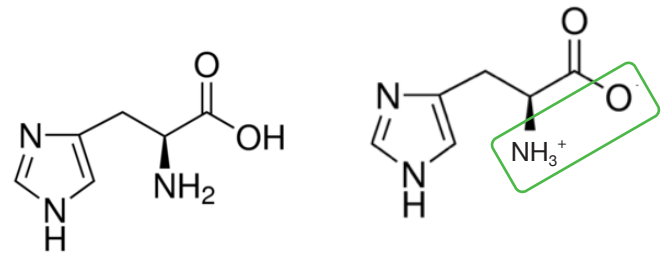
MicroED/3DED と  
固体 NMR を組み合わせた複合構造解析

電子回折を利用する MicroED/3DED は、ナノサイズの微結晶から正確な分子の骨格構造を明らかにすることができます。水素原子の位置やヘテロ原子の帰属に関して正確な情報を与える固体 NMR は、MicroED/3DED のが明らかにする構造情報をさらに補完する、構造解析機器分析の理想的な組み合わせと言えます。例えば下図に示すような双性イオン化合物のプロトン化などを固体 NMR スペクトルから判別して、電子回折から提案される化学構造を決定づけることが可能です。JEOL とリガクは、MicroED/3DED と固体 NMR を組合せた、微結晶の構造解析ソリューションを提供します。

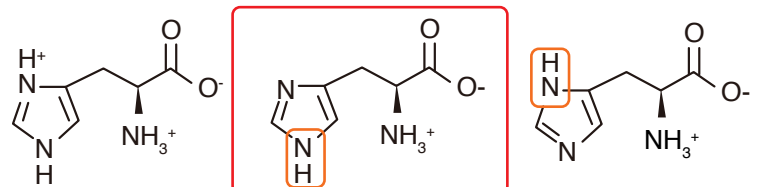
近年の高速試料回転 (MAS : Magic Angle Spinning) 技術の発展は目覚ましく、100kHz 以上の超高速の試料回転が可能になり、固体スペクトルの高分解能化が実現しています。そのため従来は測定困難とされていた水素 / 窒素相関スペクトルが、容易に測定できるようになりました。

L-Histidine の結晶において、 $^1\text{H}$ - $^{14}\text{N}$  相関固体スペクトルでは、 $^{14}\text{N}$  の化学シフトが -250ppm 付近という非常に高磁場側に相関信号が現れており、このシフト位置から  $\text{NH}_3^+$  と帰属でき、双性イオンであることが分かりました。

また、イミダゾール環の2つの窒素には3つの候補が挙げられますが、 $\text{NH}_3^+$  以外に  $\text{NH}$  の相関信号が一つしか見えないため、イミダゾール環の2つの窒素がどちらもプロトン化している可能性はありません。さらに量子化学計算を用いて結晶構造を最適化して、NMR 化学シフト及び格子エネルギーを計算し、実験的に得られた NMR 化学シフトと比較することにより、最終的に構造を決定することができました。

 $^1\text{H}$ - $^{14}\text{N}$  固体 NMR スペクトル

固体 NMR から得られる官能基情報

固体 NMR から得られる  $^1\text{H}$  の位置情報

FT NMR 装置  
JNM-ECZL600R



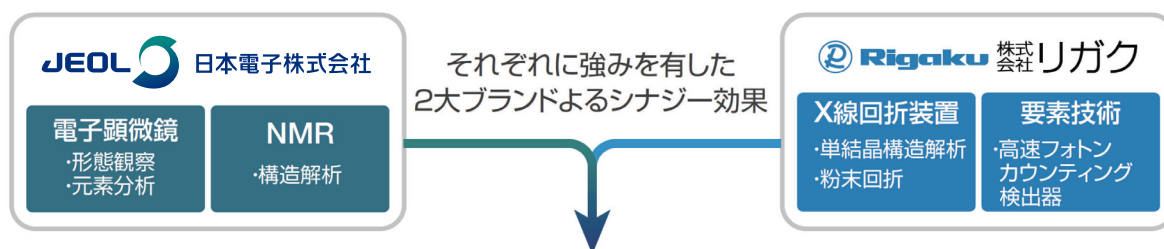
主な特徴・仕様

分析手法	単結晶電子解析法
最大の特徴	電子回折専用装置・HPC 検出器，高精度高傾斜用試料軸，電子回折構造解析に必要な全ての機能を搭載した電子回折統合ソフトウェアプラットフォーム CrysAlis <sup>Pro</sup> ED
検出器	高速・高感度電子直接計数型検出器 HyPix-ED
電子線源	最大加速電圧 200 kV
ゴニオメーター	一軸回転
オプション	低温装置

本冊子に掲載された製品の外観・仕様等は改良のため予告なく変更することがあります。

○ 日本電子 - リガク協業による微小単結晶構造解析用電子回折計の開発

近年、数 100 ナノメートル以下の極微小結晶しか得られない物質の、単結晶構造解析に対するニーズが高まっています。従来技術ではこのような解析は不可能でした。そこで、電子回折現象を用いた MicroED と呼ばれる分析手法の議論が活発になり、単結晶 X 線構造解析の適用が困難な極微小結晶に対する構造解析の手法のひとつとして期待されはじめました。ただし、電子線を用いた従来の手法では、解析対象となる物質が電子線により大きなダメージを受け、単結晶構造解析を行うのに十分なデータが得られませんでした。さらに、電子回折による構造決定に必要なデータ収集から解析までの一連のステップが、電子顕微鏡の専門家と結晶学者の両方の支援を必要としていたため、研究の現場で求められる迅速性と効率性が損なわれていました。このような課題を解決すべく、リガクと日本電子は 2020 年 5 月に、リガクの単結晶構造解析用装置の要素技術と、日本電子の透過形電子顕微鏡技術を組み合わせ、[極微小単結晶構造解析プラットフォーム] の共同開発を開始しました。



“電子線を用いた単結晶構造解析における新たなトータルソリューションの提供”

○ Synergy-ED に関するお問い合わせは

株式会社リガク 東京支店

〒151-0051 東京都渋谷区千駄ヶ谷 4-14-4  
TEL 03-3479-6011 FAX 03-3479-6171

○ アプリケーションデータに関するお問い合わせは

日本電子株式会社 SI 営業本部 SI 販促室

〒100-0004 東京都千代田区大手町 2-1-1  
大手町野村ビル 13 階  
TEL 03-6262-3567 FAX 03-6262-3577

