

マイクロ電子回折を用いた有機結晶の局所構造観察

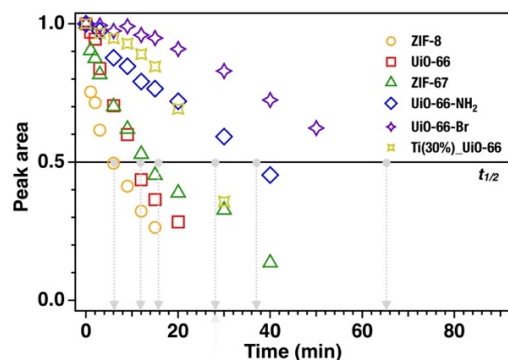
(高知工大院工) ○坂本 ひかる・大谷 政孝

Nanoscale local structural analysis of organic crystal by micro electron diffraction
(Kochi University of Technology) ○Hikaru Sakamoto, Masataka Ohtani

Recently, micro electron diffraction (microED) has been in high demand in the field of material science, especially for the analysis of submicron-sized organic crystals. Meanwhile, the ED analysis for such organic crystals needs advanced techniques because organic crystals are very sensitive and damaged under electron-beam irradiation. However, the collapse mechanism of organic crystals due to electron irradiation has yet to be scrutinized. This study focused on the quantitative evaluation of electron damage in organic crystals to establish microED conditions. From the systematic analysis of time-course changes of diffraction intensities, we found that the density of organic crystals is a crucial factor for the stability of the material against the electron beam.

Keywords : *Micro electron diffraction; Metal-organic framework; Quantitative evaluation; Electron beam damage; Crystal density*

近年、マイクロ電子線回折法を利用した材料の構造解析が注目されており、特にサブミクロンオーダーの有機微結晶の分析において高い需要がある。一方で、有機結晶は電子線に対して脆弱であるため測定・解析に高度な技術が必要とする。そのため、これまでの研究では、電子線照射によって材料がいつ、どのように崩壊するのかといったメカニズムについて不明瞭な点が多い。本研究では、有機結晶のマイクロ電子回折条件を確立するために、電子線照射によって有機材料が受けた電子線ダメージの定量的評価を行った。電子線照射下で種々の有機結晶の電子線回折強度の時間変化を追跡した結果、電子線照射による材料の崩壊速度は大きく異なることがわかった (Fig. 1, left)。一連の結果より、結晶崩壊の半減期 ($t_{1/2}$) は、材料の結晶密度に依存することがわかった (Fig. 1, right)。



sample	density (g/cm ³)	half-life ($t_{1/2}$)
ZIF-8	0.92	6 min
ZIF-67	0.95	16 min
UiO-66	1.20	11 min
Ti-doped UiO-66	--	28 min
UiO-66-NH ₂	1.29	37 min
UiO-66-Br	1.48	65 min
L-histidine	1.55	> 120 min

Figure 1. Time course of total diffraction peak intensity (left) and summary of the estimated half-life for various crystals (electron dose rate: 0.05 e⁻/Å²·s).