

## microED を用いた極微小結晶スポンジ法の開発

(東大<sup>1</sup>・筑波大<sup>2</sup>・東北大<sup>3</sup>) ○矢野 義紘<sup>1</sup>・吉田 知史<sup>1</sup>・安達 成彦<sup>2</sup>・山田 悠介<sup>3</sup>・佐藤 宗太<sup>1</sup>・藤田 誠<sup>1</sup>

### Development of micro crystalline sponge method using microED

(<sup>1</sup>The Univ. of Tokyo, <sup>2</sup>Univ. of Tsukuba, <sup>3</sup>Tohoku Univ.) ○Yoshihiro Yano<sup>1</sup>, Satoshi Yoshida<sup>1</sup>, Naruhiko Adachi<sup>2</sup>, Yusuke Yamada<sup>3</sup>, Sota Sato<sup>1</sup>, Makoto Fujita<sup>1</sup>

The crystalline sponge (CS) method is a technique for the 3D structural analysis of organic molecules without the need for crystallization and has contributed to the efficient analysis of small amounts of samples. This technique enables single-crystal X-ray structural analysis of samples in  $\mu\text{g}$  scale by using CS crystals encapsulating guest molecules.

However, there is a strong demand for analysis with even smaller sample volumes, both in industry and academia. Conventional CS crystals are in the tens to hundreds of  $\mu\text{m}$  size range, but it is expected that the amount of soaked sample can be significantly reduced by reducing the crystal size. In this study, a new crystalline sponge method was developed with micro-size CS crystals of less than  $1\ \mu\text{m}$ . As the photon flux is insufficient for this crystal size using synchrotron radiation X-ray sources, the microED method, which uses electron beams with stronger interaction with molecules, was used. By acquiring and integrating electron diffraction data from some micro CS crystals encapsulating guest molecules, the host framework of micro CS and the structures of the encapsulated 4',7-Dimethoxyisoflavone and Nile Red were successfully observed.

**Keywords :** Crystalline sponge method, microED, Molecular structure analysis, Microcrystals

結晶スポンジ法は、結晶化を必要とせずに有機分子の三次元構造解析を可能にする技術であり、微量試料の効率的な解析に貢献してきた。この手法では結晶スポンジにゲスト分子を染み込ませることにより、 $\mu\text{g}$  スケールの試料で単結晶 X 線構造解析が可能である。

しかし、さらに微量な試料量での解析の要望は産学問わずに高い。従来の結晶スポンジは数十から数百  $\mu\text{m}$  程度のサイズであるが、結晶サイズを小さくすると染み込ませる試料量を大きく低減できると期待される。本研究では、 $1\ \mu\text{m}$  以下の極微小サイズの結晶スポンジを用いた構造解析法を開発した。このサイズでは放射光 X 線源を使用しても輝度が不十分であるため、より物質との相互作用の強い電子線を利用する microED 法を利用した。ゲスト分子を染み込ませた複数の極微小結晶スポンジから電子回折データを取得し、統合することで、結晶のホスト骨格と、包接されている 4',7-Dimethoxyisoflavone および Nile Red の構造の観測に成功した。

