

Pressemitteilung

Universität Wien

Stephan Brodicky

25.07.2019

<http://idw-online.de/de/news719804>

Forschungsergebnisse, Wissenschaftliche Publikationen
Biologie, Chemie, Umwelt / Ökologie, Werkstoffwissenschaften
überregional



Verborgene Seiten der Kristalle sichtbar machen

Um 3D-Kristallstrukturen zu bestimmen, müssen ForscherInnen die Kristalle von allen Seiten durchleuchten können. Sehr kleine Kristalle mit weniger als einem Mikrometer Kantenlänge können dabei nur mittels Elektronenstrahlen untersucht werden. Nach derzeitigem Stand lässt die Elektronenkristallographie aber keine 360-Grad-Betrachtung der Kristalle zu. ForscherInnen um Tim Grüne von der Fakultät für Chemie der Universität Wien haben zwei Wege gefunden, wie sich der Probenhalter der Kristalle so präparieren lässt, dass die Rundum-Analyse von Kleinstkristallen möglich wird. Die technologischen Lösungen stellten die ForscherInnen kürzlich in der Fachzeitschrift "Nature Communications" vor.

Üblicherweise bestrahlen KristallographInnen ihre Proben mit Röntgenstrahlen. Der etablierten Röntgenstrukturanalyse sind aber Grenzen gesetzt: Mit ihr können die ForscherInnen unter besten Voraussetzungen Einkristalle zwischen 50 und 100 Mikrometer Kantenlänge charakterisieren. "Die Elektronen-Kristallographie ist ein neuer, relativ junger Ansatz: Wir konnten bereits zeigen, dass wir mit ihr Kristalle von weniger als einem Mikrometer Kantenlänge analysieren können – also auch Kristalle, von denen bisher keine 3D-Struktur existiert", sagt Studienautor Tim Grüne vom Institut für Anorganische Chemie und Leiter des Zentrums für Röntgenstrukturanalyse.

Eingeschränkte Einsicht

Elektronen wechselwirken viel stärker mit Materie als Röntgenstrahlen. Werden submikrometergroße Verbindungen mit Elektronen bestrahlt, liefern sie typische Beugungsbilder als Ausgangspunkt für die Strukturanalyse. Allerdings lassen sich die Kristalle auf dem Probenhalter nicht um 360 Grad in alle Richtungen drehen: Derzeit ist nur eine Drehachse möglich und zudem sind die Metallstangen des Probenhalters für die Elektronenstrahlen undurchdringbar, so dass ab einem Drehwinkel von 75 Grad in jede Richtung eine Barriere besteht. "So sind nur maximal 300-Grad-Analysen durchführbar. Damit kommen wir zu einer fehlerhaften Strukturanalyse", so Grüne, der mit Schweizer KollegInnen der ETH Zürich und des Paul Scherrer Instituts im Rahmen ihrer Arbeit in die Trickkiste griff.

In ihrer Studie präsentieren die ForscherInnen zwei Wege, um das Problem zu umgehen: Sie präparierten die Probenträger in einer Weise, dass die Kristalle – eine Probe umfasst immer mehrere Dutzend Kristalle – von verschiedenen Seiten einsehbar sind. Für die 3D-Analyse werden die Datensätze zusammengesetzt und das Gesamtbild errechnet.

Manipuliertes Trägermaterial

Ein einfacher, schneller und leicht umsetzbarer Weg zur Probenaufbereitung ist es, den Probenträger, eine Carbon-Schicht, mit einem feinen Pinsel aufzurauen: "In Folge dessen rollen sich einzelne Fäden des angegriffenen Trägermaterials – wie Springkraut unter Spannungsverlust - auf und nimmt die darauf stabil haftenden Kristalle einfach mit", erklärt Grüne. Dadurch bietet sich den BetrachterInnen eine Vielfalt von Positionen der Einzelkristalle.

Eine zweite Möglichkeit ist es, eine Schicht aus Nylonfäden auf den Carbon-Probenträger aufzubringen: "Die Oberfläche erinnert dann an eine chaotische Oberfläche aus gefällten Baumstämmen mit vielen Zwischenräumen", so Grüne. Wird

die präparierte Trägerschicht anschließend mit den Kristallen bestäubt, bleiben die Kristalle in verschiedenen Positionen an den Nylonfäden hängen. Das Auftragen der Nylonfäden unter Hochspannungsbedingungen (electrospinning) ist allerdings vergleichsweise aufwendig.

"Einfache Lösungen"

Beide Verfahren liefern Datensätze für die Kristalle, die sich für eine umfassende 3D-Analyse zusammensetzen lassen. Diese Kombination von Datensätzen ist in der Proteinkristallographie üblich, in der chemischen Kristallographie noch eher unbekannt. In der Studie nutzen die ForscherInnen aus, dass diese Ansätze aber auch für die chemische Strukturbestimmung von Kristallen funktionieren. Um das Gesamtbild zum 3D-Aufbau zu entwickeln, benötigten sie etwa fünf Kristalle.

"Wir haben das Problem nicht gelöst, aber zeigen hier Möglichkeiten auf, die verborgenen Seiten der Kristalle im Rahmen der Elektronenkristallographie dennoch aufzudecken. Es sind überraschend einfache Lösungen, die technisch gut umsetzbar sind", so Grüne.

Publikation in Nature Communications:

"3D-structured supports create complete data sets for electron crystallography" J. T. C. Wennmacher, C. Zaubitzer, T. Li, Y. K. Bahk, J. Wang, J. A. van Bokhoven, T. Gruene, Nature Communications, 25 July 2019.

DOI: 10.1038/s41467-019-11326-2

wissenschaftliche Ansprechpartner:

Dr. Tim Grüne

Institut für Anorganische Chemie & Zentrum für Röntgenstrukturanalyse
Universität Wien

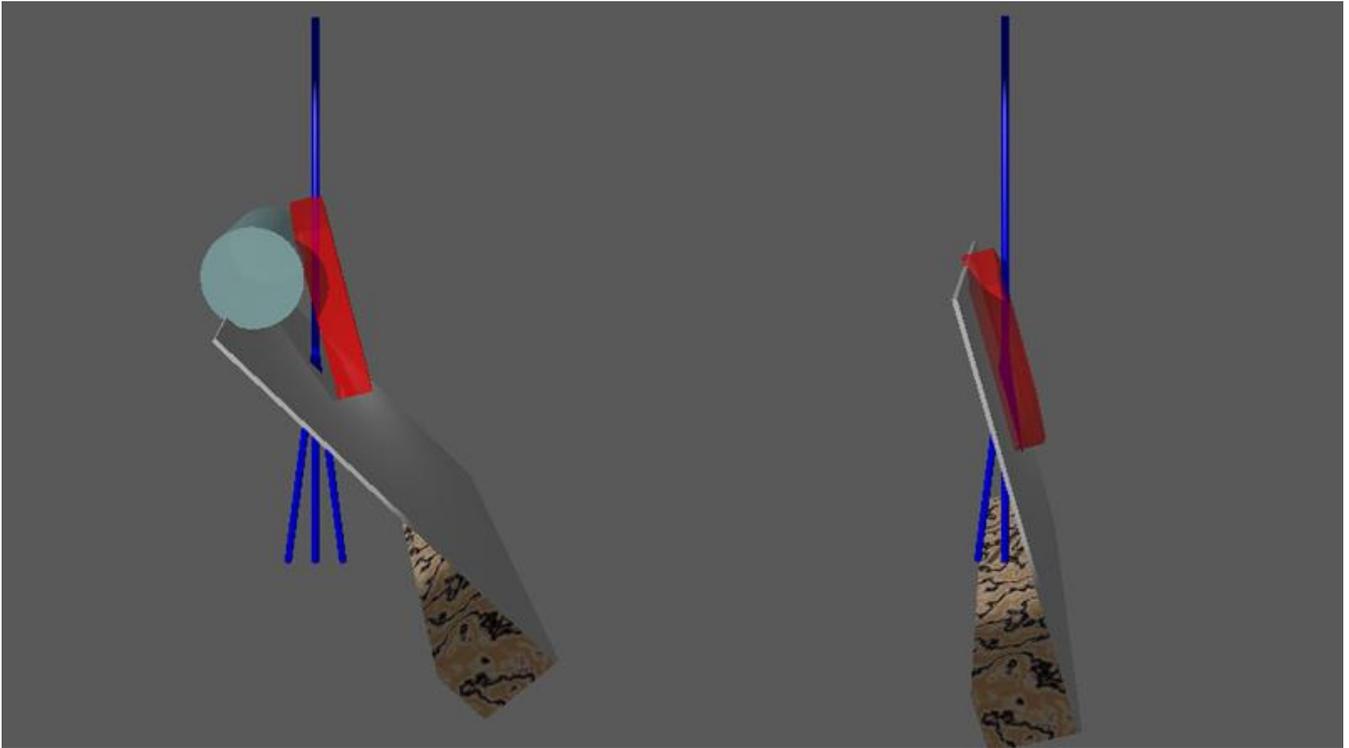
1090 - Wien, Währinger Straße 42

+43-1-4277-702 02

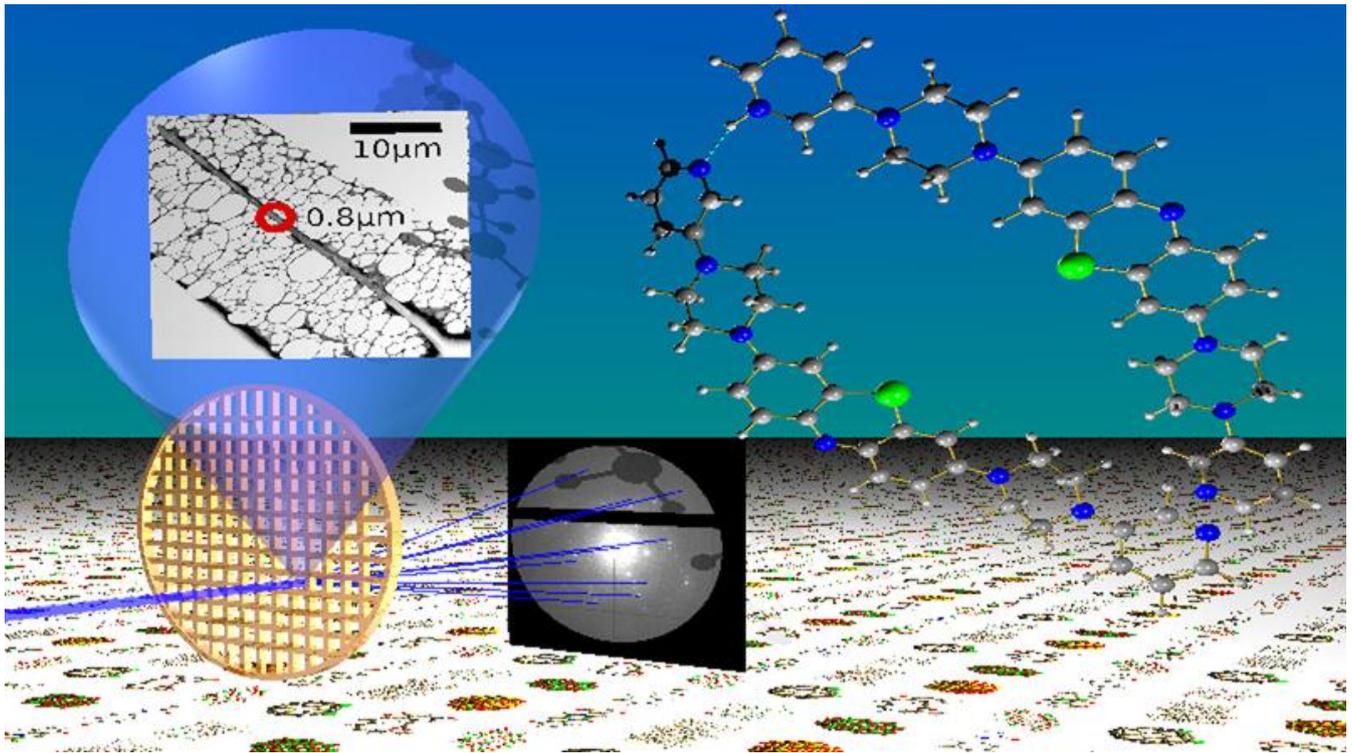
tim.gruene@univie.ac.at

Originalpublikation:

<https://www.nature.com/articles/s41467-019-11326-2>



Eine Nylonfaser (hellblau) liegt auf dem Carbon-Probenträger (grau) und ermöglicht es, dass ein Kristall (rot) nicht in der üblichen flachen Aufsicht mit den Elektronenstrahlen zu durchleuchten ist.
© Tim Grüne



Die Elektronen-Kristallographie bietet aufgrund der viel stärkeren Wechselwirkung von Elektronen mit Materie neue Möglichkeiten.
© Tim Grüne