

MERIT インターンシップ報告書

令和 4 年 8 月 25 日

理学系研究科化学専攻

修士課程 2 年・MERIT-WINGS11 期生

和山 稔明

※本報告書は未発表のデータを守るため、一部抽象化された表現を用いている。

■ インターン先

東京大学大学院工学系研究科応用化学専攻藤田研究室

■ 実施期間

令和 4 年 7 月 20 日から令和 4 年 8 月 19 日

■ テーマ

結晶スポンジ法の習得と天然物化学への応用

■ 背景

私は天然物化学を専門としており、日々の研究は新規分子の合成と構造決定に大別される。構造決定で用いられる分析ツールには、質量分析や核磁気共鳴 (NMR)、赤外・可視・紫外分光、単結晶 X 線構造解析などがある。そのような分析手法の中でも単結晶 X 線構造解析は、最も信頼度が高く分子の立体構造を示してくれる、非常に強力なツールである。しかしながら単結晶 X 線構造解析を行うためには対象化合物の結晶化が必要であり、しばしばその難しさから敬遠されていた。そこで私は、結晶化の過程を必要としない「結晶スポンジ法」に注目した。この手法は、結晶スポンジと呼ばれる細孔性結晶を対象化合物の溶液に浸すだけで測定用の単結晶サンプルが作製できるため、対象化合物の結晶性は全く問題とならず、油状のサンプルであっても単結晶試料を得ることができる。また、100 μm 角の結晶 1 粒から試料が調整できるため、ナノグラム量のサンプルでも解析が可能にである。すなわち、油状サンプルの構造決定や微量サンプルの構造決定を行う天然物化学の研究にとって結晶スポンジ法は大変有用な手法であり、習得することで研究の急速な発展が見込まれた。そこで私は結晶スポンジ法を開発した東

京大学大学院工学系研究科応用化学専攻藤田研究室で MERIT インターンシップを行うこととした。

■活動概要

本インターンシップでは、結晶スポンジ法を藤田研究室のある三井リンクラボ柏の葉で習得し、本郷キャンパスにおいて習得した技術を再現・活用した。以下に本インターンシップを通して習得した結晶スポンジ法の一連の実験操作をまとめる。

① 結晶スポンジの作成

既報の方法 (*Nature* 2013, 495, 461-466.) に従って結晶スポンジの作成を行った。蓋付き試験管の下層にトリス(4-ピリジル)トリアジンのニトロベンゼン/メタノール溶液を、上層にヨウ化亜鉛のメタノール溶液を用意した。二層系で3日間ほど静置し、結晶を得た (図1)。続いて5日間かけて結晶を満たす溶媒を n-ヘキサンに置換した。

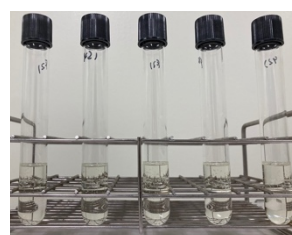


図1 結晶化の様子

② 化合物の包接

良好な偏光を示す結晶を顕微鏡を見ながら選び、1粒ずつマイクロバイアル (図2) に移した。そこに構造を確認したいゲスト分子の溶液を加え、バイアルの蓋に開けたピンホールを通して2日間かけて溶媒を揮発させた。



図2

③ X線構造解析

実験室規模の X 線をあて、その回折点を解析することで構造情報を得た。

最終的に、① 結晶スポンジの作成 から③ X線構造解析 まで、本郷キャンパスの化学西館内で完結させることができた。今後は本手法をさらに応用し、天然物化学をさらに発展させていきたい。

■謝辞

本インターンシップ計画を快諾、ご指導いただきました佐藤宗太 特任教授に心より御礼申し上げます。また、実験操作や解析方法について丁寧にご指導いただいた吉田知史さんに心より御礼申し上げます。このインターンシップをご支援くださいました MERIT-WINGS プログラムに心より感謝申し上げます。



図3 三井リンクラボ柏の葉