

MERIT インターンシップ報告書

工学系研究科 化学生命工学専攻

相田研究室 吉川 航平

MERIT 10期生

【受入先機関】

理化学研究所 環境資源科学研究センター 技術基盤部門 分子構造解析ユニット（仲村高志）

【概要】

2024 年6月20日～2024 年7月31日にかけて理化学研究所の分子構造解析ユニットの仲村高志先生の下で「固体NMRを用いた接着相互作用の解析」というテーマで実習を行った。

【背景】

私が本インターンシップを決めた理由としては以下の3点である。

- （1）接着相互作用の解析において必要ではあるが、高度な技術が必要な固体 NMR について学び、知見を深めたかったから。
- （2）固体 NMR の専門家である仲村先生のもとで実験を行い、共同研究のきっかけにしたかったから。
- （3）大学とは異なる、研究機関の研究環境や雰囲気について知りたかったから。

今回、接着相互作用の解析で用いる化合物が化学的に安定であり、溶液 NMR での測定は困難であるために、このインターンシップを通じて、理化学研究所の仲村先生のもとで、固体 NMR 測定を行い、共同研究を始めることを目指した。

【内容】

本内容は論文未発表のため、具体的な内容については記載しない。

フッ素含有ポリマー（ポリテトラフルオロエチレン（以下 PTFE））はその化学的・熱的安定性から食器や医療機器、コーティング、電子材料など様々な場面で使用されている。PTFE の非常に高い化学的安定性は C-F 結合で構成されていることに由来する。一方で、その化学的な安定性のために、接着性に乏しく、実際材料として使用する際には、PTFE 表面を特殊な処理を用いることにより活性化させてから、他の材質と接着して用いられている。私は、PTFE のような難接着性樹脂を特殊な表面処理なしで強

固に接着可能な接着剤を開発した。この接着剤はフッ素原子を含有しているが、比較としてフッ素を水素に置き換えた分子を用いた場合には、PTFE を接着できなかった。対照実験から、接着剤内のフッ素原子と PTFE 表面の C-F 基がフッ素-フッ素相互作用により接着しているのではないかと考えた。そこで、本インターンシップでは、接着剤と PTFE がどのように相互作用しているかを固体 NMR を用いて、実験的に解析することを目的とした。

初めに測定原理から実際の測定方法までを教えていただき、その後自身のサンプルを用いて測定を進めていった。初めの数週間はサンプリングしたものの回転数が上がらなかったり、回転が安定しなかったりとサンプル調整に苦戦し、さらにスペクトルを綺麗に得るための条件検討にも時間を要した。うまく測定できる条件を見つけ、温度を変えて、 ^1H 、 ^{13}C 、 ^{19}F のそれぞれの核でスペクトルを得たところ、接着剤内で水素結合やフッ素-フッ素相互作用が形成されていることが示唆された。固体状態でこれらの相互作用の情報を得られたことは、本研究において非常に重要なデータである。

次に、接着剤と PTFE 粒子の間の相互作用の解析である。それら二つの化合物の割合を変えて測定を行っていく予定であったが、装置の故障が起こってしまったために、途中で終わってしまった。故障前に行えたのは ^{13}C NMR のみであるが、接着剤のみや PTFE のみの時のスペクトルとはほぼ変わりなく、現時点では有効な情報を得られていない。MERIT のインターンシップの期間中には最後まで実験を終えることはできなかったが、接着剤のみの固体 NMR の測定で良い結果が得られたこともあり、今後も引き続き、仲村先生と連絡を取って ^{19}F NMR の測定を行っていく予定である。

【所感】

今回の実習を行うにあたって、固体 NMR の測定について経験がなかったこともあり、サンプリングや条件検討に最初は非常に苦戦した。しかし、仲村先生が丁寧でわかりやすく説明して下さったことや、測定のコツを直接指導して下さったこともあり、接着剤内の相互作用の解析を行うことができた。測定だけでなく、結果の考察のところでも解釈について細かい部分まで意見をいただけたことは、進めていく上で非常に助かった。また、この期間を通じて固体 NMR に関する本を数冊読見込んで、関連知識について深めることができる良い機会となった。理化学研究所にはさまざまな設備が揃えられており、また研究グループ間の共同研究やディスカッションが頻繁に行われていて、研究者にとって非常に魅力的な環境であった。

【謝辞】

今回、急な依頼にも関わらず快く引き受けていただいたこと、また今後も引き続き共同研究を行なっていくことをご快諾いただき、貴重な経験を下さった仲村高志先生に深

くお礼を申し上げます。本インターンシップの機会を与えて下さった、MERIT プログラム及び指導教員である相田卓三教授に感謝申し上げます。