

理研NMR施設成果非占有利用報告書

08-200-017

利用機関名	大阪大学	
実施部署名	大学院理学研究科化学専攻	
実施責任者管理職名・氏名	助教 松森信明	
実施部署所在地		
実施部署連絡先		
利用課題名 (利用目的)	スジキレボヤ精子活性化誘引物質の極微量構造決定	
利用実施時期及び期間	平成20年12月26日午後～平成21年1月2日午前 総利用日数：1週間 当初計画どおり・当初計画変更 (変更理由)	
利用施設	NMR 装置 (該当 部分に ○)	利用装置① ・(○)600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz (○)低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルエンジェー付 利用期間1：平成20年12月26日午後～平成21年1月2日午前

	<p>利用装置②</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルチェンジャー付 <p>利用期間1：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <p>利用期間2：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <p>利用期間3：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <hr/> <p>利用装置③</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルチェンジャー付 <p>利用期間1：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <p>利用期間2：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <p>利用期間3：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p>
	<p>立体構造解析 パイプ ライン</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 発現確認 : 利用回数 回 ・ フォールド判定 : 利用回数 回 ・ 大量調製 : 利用回数 回 ・ 構造決定 : 利用回数 回
<p>利用満足度 (複数選択不可)</p>	<p>(○)大いに満足、()ほぼ満足、()やや不満、 ()大いに不満</p>

成果の概要	実施内容	<p>※実際に行った作業の概要について記載してください。</p> <p>ホヤ類の多くは、精子を活性化および誘引する物質（以下 SAAF と略称）を卵が放出しており、これによって海中での種特異的な受精が可能となっている。今回はスジキレボヤから得られた SAAF の構造決定を目的とした。スジキレ SAAF はステロイド骨格に水酸基および硫酸基が結合した構造をしているが、特に水酸基は4級炭素に結合していることが予想されたため、その位置決定が困難であった。また試料量がわずか 10 マイクログラムしかないため構造決定が困難であり、推定構造にかなりの曖昧さが残っていた。</p> <p>そこで貴センターのクライオプローブによって HSQC および HMBC を測定し、四級炭素に関する構造情報の取得を行うとともに、それ以外の部分の構造確認を目指した。</p> <p>試料は重水溶媒に溶かしてシゲミ NMR にサンプリングしたものを持参し、センターにてクライオプローブを用いて室温にて HSQC と HMBC の測定を行った。</p>
	本課題により得られた成果、当初目標と結果との比較	<p>※本課題実施の結果得られた成果および当初目標に対する達成度などについて記載してください。</p> <p>試料量がわずか 10 マイクログラム程度と非常に少量のため、当初は水素炭素間の NMR 相関がほとんど観測できない可能性も危惧していたが、クライオプローブが予想以上の感度であり、HSQC スペクトルにおいてはすべての C-H 相関ピークを観測することに成功した。</p> <p>また HMBC においては、当初期待していた水酸基の結合した 4 級炭素周りの情報は得られなかったが、メチル水素からの相関がすべて観測できた。これら HSQC と HMBC の相関ピークに、測定時間の残りで測定していただいた COSY と TOCSY のデータを併せて構造解析を行った結果、4 級炭素を除くすべての炭素と水素の帰属を行うことができた。これにより必然的に水酸基が結合した 4 級炭素の位置も決定できたので、推定構造を完全に確認することができた。さらに今回の測定では、当初諦めていたステロイド骨格の帰属もできたので、ステロイド部分の立体化学の決定も行うことができ、予想以上の成果が得られた。</p>

<p>今後の展開、課題</p>	<p>※本課題の結果を踏まえた今後の展開方針および目的達成に向けた今後の課題などについて記載してください。</p> <p>本課題が達成されたことにより、スジキレボヤ SAAF の構造が解明された。ただし、ステロイド側鎖に存在するメチル基の立体化学は NMR から決定できないので、今後は天然物の分解反応もしくは化学合成によってこの部分の立体構造を決定する。同時にこのスジキレボヤ SAAF は天然からの供給が極微量であるため、合成的供給を可能にしたい。これにより SAAF 受容体の解析および精子誘引活性化の分子機構の解明につながれば幸いと考える。</p> <p>本研究はすでに構造決定したユウレイボヤ SAAF に続く 2 例目の報告になるが、主に水酸基の位置の違いによって種特異性が生じていることが明らかとなった。このことから、今後の構造活性相関研究への展開も期待できる。</p>
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>() あり : (O) なし</p> <p>「あり」の場合理由 :</p>
<p>利用における感想 (改善要望等を含む)</p>	<p>※本施設を利用して良かった点、改善してほしい点、提案事項など、施設利用の感想を記載してください。</p> <p>測定していただいた林博士の測定技術が高く、安心して測定をお願いできた。改善要望は特にない。</p>
<p>利用周辺環境に関する希望</p>	<p>駅から研究所までのアクセスに多少難あり。</p>
<p>今後の利用形態の予定</p>	<p>() 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。</p> <p>() その他理研との共同研究等</p> <p>具体的に</p>

今後期待するその他のサービス	<input type="checkbox"/> NMR 装置利用の教育（これまで NMR を使用した経験の無い方に対する教育も含む） <input checked="" type="checkbox"/> NMR 装置利用の技術的なサポート <input type="checkbox"/> その他 具体的に
その他	（上記の項目以外でご意見等お願いします。） 特になし。

本報告書については、印刷または必要な編集・加工を行った上で公開します。また、別途開催予定の成果報告会・シンポジウムや委託事業報告書作成時において、本報告書の内容についての資料作成または発表をお願いする場合があります。

特許取得等の理由により公開の延期を希望する場合は必ず事前にご相談ください。