

理研NMR施設成果非占有利用報告書

10-200-031

利用機関名	東京大学	
実施部署名	大学院薬学系研究科衛生化学	
実施責任者管理職名・氏名	准教授 有田 誠	
実施部署所在地		
実施部署連絡先		
利用課題名 (利用目的)	3系脂肪酸由来の新規代謝物の構造決定	
利用実施時期及び期間	平成 22年 5月 17日～平成 23年 2月 15日  総利用日数：1週間分×2回  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)	<p>利用装置</p> <p>・( )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> <p>利用期間1：平成 22年 5月 17日～平成 22年 5月 23日 (1週間分利用)</p> <p>利用期間2：平成 22年 6月 7日～平成 22年 6月 13日 (1週間分利用)</p> <p>利用期間3：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <hr/> <p>利用装置</p> <p>・( )600MHz、( )700MHz、( )800MHz、( )900MHz ( )低温プローブ付 ( )固体プローブ付</p>

	<p>( )サンプルチェンジャー付</p> <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>利用装置</p> <p>・( )600MHz、( )700MHz、( )800MHz、( )900MHz</p> <p>( )低温プローブ付 ( )固体プローブ付</p> <p>( )サンプルチェンジャー付</p> <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>
立体構造解析 パイプ ライン	<p>・発現確認 : 利用回数 回</p>
	<p>・フォールド判定 : 利用回数 回</p>
	<p>・大量調製 : 利用回数 回</p>
	<p>・構造決定 : 利用回数 回</p>
利用満足度 (複数選択不可)	<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>In vitro の酵素反応により合成し、HPLC を用いて精製した 3 系脂肪酸由来の新規代謝物について、10~20 μg を用いて NMR による詳細な構造解析を行った。具体的には、サンプルをメタノール-d4 中に溶解し、NMR 装置は 800 MHz Varian、プローブは cold TR/PF、サンプル管は 5mm 径のものを用い、それぞれの代謝物について 1H-NMR 及び H-H COSY、NOESY の測定を行った。1 つの代謝物につき 1~3 日の測定時間を要し、利用期間内に 6 種類の代謝物の分析をすることができた。</p>
	<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>	<p>まず今回の課題においては、酵素反応により合成した 10~20 μg の脂肪酸代謝物が、構造解析に十分な感度、純度で検出できるかというのが最初の目標であったが、800 MHz Varian を用い、1~3 日間の分析時間を取ることで、二次元 NMR を含め構造解析に十分な感度、純度でデータを得る事ができた。また新規代謝物の構造決定については、炭素鎖の共役二重結合のシス-トランス異性、及び不斉炭素の立体配置の決定が目標であった。本課題により、共役二重結合のシス-トランス異性については完全に決定することに成功した。一方で不斉炭素の立体配置については、今回の分析によって決定するまでには至らなかった。これは測定感度等の問題では無く、今回の分析手法では決定が難しい分子構造であったためであると考えている。よって、本課題による構造決定については、おおむね目標通りの成果を挙げる事ができたと思われる。</p>

	<p>今後の展開、課題</p>	<p>前述の通り、本課題による構造決定については、おおむね目標通りの成果を挙げることができたが、不斉炭素の立体配置の決定にまでは至らなかった。しかし、この点については他の手法により構造決定ができる可能性があるため、そちらを検討したい。</p> <p>また、今回 10~20 <math>\mu\text{g}</math> という量での分析には成功したが、通常酵素反応により合成できる脂肪酸代謝物の量は、1 オーダー低い数 <math>\mu\text{g}</math> レベルである。脂肪酸代謝物の研究においては、有機合成よりも酵素反応による合成の方が、量は少ないが圧倒的に早く合成できるので、数 <math>\mu\text{g}</math> レベルの脂肪酸代謝物の構造を無理なく NMR で分析できるかどうか、研究を迅速に進める上での今後の課題となるのではないかと考えられる。</p>
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>( ) あり : ( ) なし  「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>特になし</p>	
<p>利用周辺環境に関する希望</p>	<p>特になし</p>	

今後の利用形態の予定	<input type="checkbox"/> 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。 <input type="checkbox"/> その他理研との共同研究等 具体的に 今回の課題に関するもの以外にも、いくつかの新規の代謝物を有しているため、将来的にはそういったものの構造も同様に分析させて頂くことを考えている。
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 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。)

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。