

理研NMR施設成果非占有利用報告書

10-200-038

利用機関名		筑波大学
実施部署名		大学院数理物質科学研究科・化学専攻（平成 22 年当時）／ 数理物質系・化学域（平成 24 年現在）
実施責任者管理職名・氏名		講師（平成 22 年当時）／ 准教授（平成 24 年現在）・ 北 将樹
実施部署所在地		
実施部署連絡先		
利用課題名 （利用目的）		ウミトサカ由来の炎症惹起物質の極微量構造決定
利用実施時期及び期間		平成 22 年 12 月 21 日～平成 年 月 日 総利用日数： 1 日 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 （ ）サンプルチェンジャー付 利用期間 1：平成 22 年 12 月 21 日～平成 年 月 日 利用期間 2：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間 3：平成 年 月 日～平成 年 月 日
		利用装置② ・（ ）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 利用期間 1：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間 2：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間 3：平成 年 月 日～平成 年 月 日

		利用装置③ ・ () 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 利用期間 1：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間 2：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間 3：平成 年 月 日～平成 年 月 日
	立体構造解析 パイプ ライン	・ 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
利用満足度 (複数選択不可)		(○) 大いに満足、() ほぼ満足、() やや不満、 () 大いに不満
成果の概要	実施内容	※実際に行った作業の概要について記載してください。 クライオプローブ装備の Bruker 社製 900 MHz NMR 装置にて、 ¹H NMR, H-H COSY, HMBC, および HSQC スペクトルを測定した。 サンプルはシゲミ製マイクロチューブ (磁化率を合わせた特殊マイクロチューブ, φ5 mm) に、重メタノールに溶かした状態で NMR 施設に持参し、温度 298 K で測定した。

	本課題により得られた成果、当初目標と結果との比較	※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。 本課題では、三重県産の海洋生物ウミトサカから単離した炎症惹起作用を示す極微量活性物質の NMR 測定を行った。MS, TLC 分析などから、活性物質は分子量約 280 の水溶性含窒素化合物と示唆されていたが、通常の 600 MHz NMR 測定では、¹H NMR すら満足に観測できず、サンプル量は 20 µg 以下と見積もられていた。 今回の測定により、特に H-C 相関の二次元 NMR スペクトルにおいてクロスピークが多数検出され、脂肪酸部分および 2 つのアミド炭素などを含む部分構造が決定でき、当初期待した以上の成果が得られた。しかしながら、¹³C に関する情報は少なく、完全な構造決定には至らなかった。 当初の目標では、初回の測定結果を踏まえ、海洋資源からさらなる活性物質を単離して複数回の NMR 測定を行うことを計画していた。しかし、十分な量の海洋資源の入手が難しいこと、および分離精製の過程で活性物質が失活するなど実験の再現がみられないことなどから、測定に供する十分な量の試料が得られなかった。以上のことから、今年度（平成 24 年度）にて、本課題による外部利用を終了することとした。
	今後の展開、課題	※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。 今回解析したウミトサカ由来の炎症惹起物質は、分離精製を進めるほど、有機溶媒への不溶化や、凍結融解による失活、および HPLC 分析の再現性がみられなくなるなど、その不安定性や挙動の変化が問題になった。今回の NMR 測定により、化合物の部分構造が判明したため、今後、この知見を活かして活性物質の分離精製や取り扱いなどを工夫し、その完全な構造決定を目指したい。
成果公開延期の希望の有無	() あり : (○) なし 「あり」の場合理由：	

利用における感想 (改善要望等を含む)	※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。 NMR 施設開放担当の事務の方、技術職員の方、および横浜市立大学の先生には大変丁寧な対応をしていただき、こちらの要望に沿って測定して頂きました。予想していたよりも非常に高感度の測定ができ、活性物質の部分構造に関する重要なデータを得ることができました。改めて感謝を申し上げる次第です。改善要望については、現時点では特にございません。
利用周辺環境に関する希望	周辺は静穏な環境であり、また NMR 施設の管理も行き届いていて、満足しています。特に要望はありません。
今後の利用形態の予定	() 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。 (☒) その他理研との共同研究等 具体的に 今回同様、別課題にて、成果非占有での利用を計画しています。
今後期待するその他のサービス	() 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) (☒) NMR 装置利用の技術的なサポート () 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。