



2007年度 夏の体験入学

物質分子科学研領域 分子機能研究部門

— 西村 グループ —

構成員および研究内容

准教授：西村 勝之

生体分子を対象とした固体NMR測定法開発、
構造・運動性解析

助教：飯島 隆広

分子材料を対象とした固体NMR測定法開発、
構造・運動性解析

IMSフェロー：上釜 奈緒子

生合成を中心とした生体分子試料調製、およ
び固体NMR構造解析

秘書：伊藤 由美

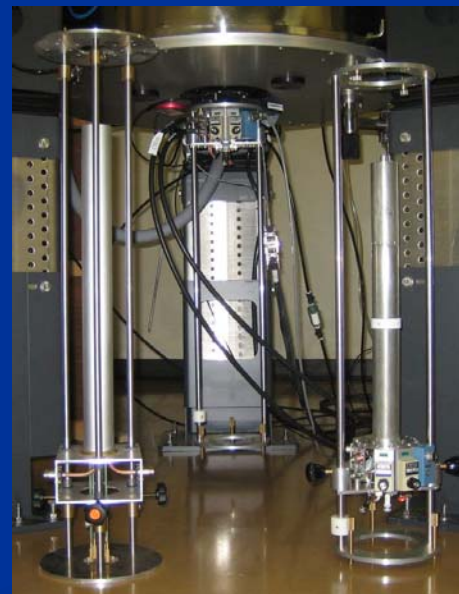


研究内容紹介

我々の研究グループでは**生体分子**、**機能性材料**を対象とした**固体高分解能NMR**新規測定法開発、周辺機器開発、およびそれら手法を用いた**分子構造**、**運動性解析**の研究を行っています。

固体NMRでは不溶、非晶、結晶、配向分子等を対象として、特定の異方的内部相互作用を選択的に観測する測定法を適用することにより、配向、局所構造、運動性等の情報を原子分解能で非破壊的に得ることができます。現在膜タンパク質の動的立体構造解析のための新規測定法開発および分子材料を対象とした新規測定法開発と共に構造、物性研究を行っています。

Varian社製400MHz固体・溶液両用
INOVA高分解能NMR分光器



(左)自作ナローボアH-X二重共鳴静止プローブ、(中央)日本電子社製ナローボアH-X二重共鳴Magic Angle Spinningプローブ(6mm使用中)および(右)同4mmプローブ

体験実験内容

固体NMRを用いた生体分子・分子材料の構造研究

体験者の希望に合わせて以下のどれかのテーマを選択する。受講条件特になし

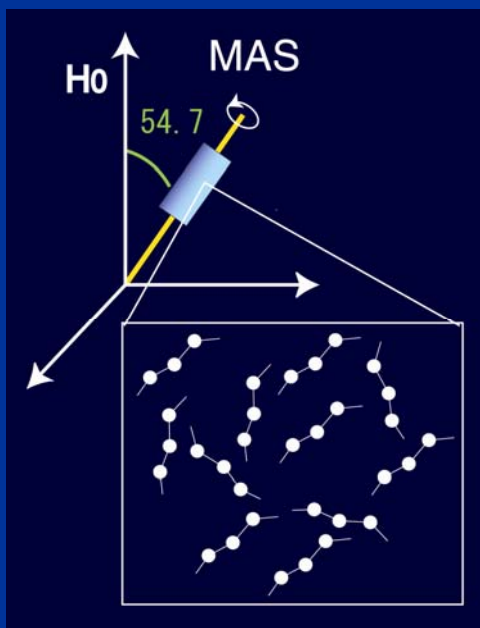
1. **＜固体NMRを用いたアミノ酸・ペプチドの精密原子間距離測定＞**
あらかじめ用意したペプチドまたはアミノ酸の微結晶試料を測定対象として、固体NMR測定法を用いて直接化学結合したC-H原子間距離の精密測定を行う。化学結合長の違いを十分に検証し得るか解析する。
2. **＜抗生物質によるマルチラメラベシクルの脂質運動性変化の解析＞**
DMPC、DMPGからなるマルチラメラベシクルを調製し、抗生物質を添加した場合としない場合で脂質膜の運動性の変化を ^{31}P -固体NMRを用いて解析する。
3. **＜固体NMRを用いた無機材料の構造解析＞**
ポーラスアルミナは均一な細孔を有するため様々な分野で応用されていますが、非晶構造であるため詳しい構造は分かっていません。今回は ^{27}Al 核をプローブとし、固体高分解能NMRの技法を使ってポーラスアルミナの非晶構造を解析をします。

テーマ1:固体NMRを用いたアミノ酸・ペプチドの 精密原子間距離測定

実験では

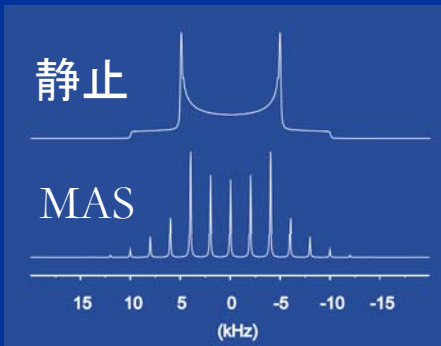
○ 静磁場からマジック角傾いた角度で試料を高速回転させる固体2次元NMRを用いて ^{13}C 化学シフトから ^1H - ^{13}C 間磁気双極子相互作用を分離して観測する。

○ スペクトルのシミュレーションプログラムによる解析を行い、原子間距離を決定する。

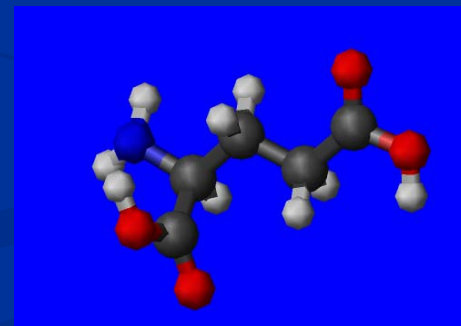


NMR測定

シミュレーション



原子間距離情報



双極子結合定数

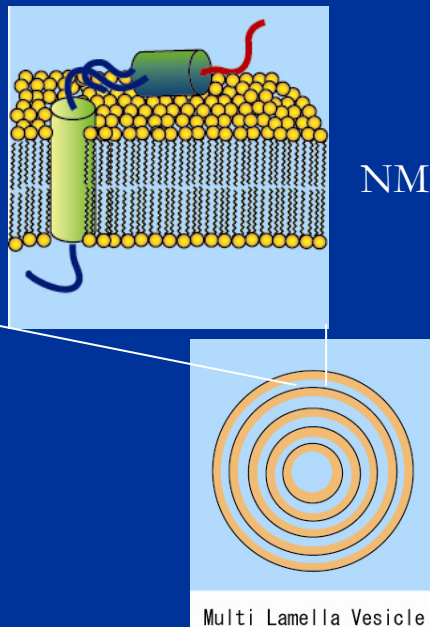
$$D_{\text{IS}} = \left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right) \left(\frac{\gamma_I \gamma_S \hbar}{r_{\text{IS}}^3}\right)$$

核間距離の関数！

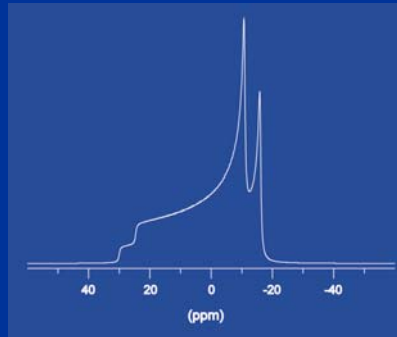
テーマ2:抗生物質によるマルチラメラベシクルの 脂質運動性変化の解析

実験では

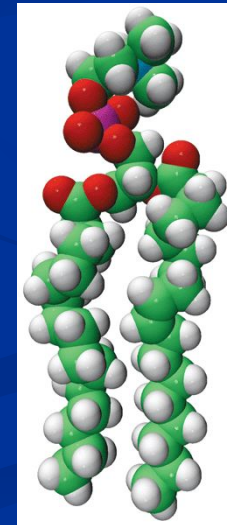
- 抗生物質の添加、無添加のマルチラメラベシクルの調製を行い、固体NMR分光器を用いて静止条件下でリン脂質の ^{31}P を観測する。
- シミュレーションプログラムを用いて分子運動により平均化された ^{31}P 化学シフト異方性スペクトルから脂質の運動性の解析を行う。



^{31}P -NMRスペクトルシミュレーション



脂質の状態に関する
分子レベルでの情報



テーマ3: 固体NMRを用いた無機材料の構造解析

○まず、ポーラスアルミナの固体一次元NMRスペクトルを測定します。固体試料特有の異方的相互作用を取り除くため、試料管を高速回転させて測定します(マジック角回転)。

○次に、固体二次元NMRスペクトルを測定します。ここでは核スピンの多量子コヒーレンスを利用する高分解能NMR測定を行います。得られたデータを元に、ポーラス・アルミナの非晶構造を議論します。

