

(様式 1-1)

提出日：2024 年 5 月 10 日

2023 年度 大阪大学蛋白質研究所 拠点事業

研究成果報告書

(1) 事業名 (下記より該当事業名を選択し、ほかは削除して下さい。)

MicroED

(2) 研究代表者

氏名：岡本 昭子

所属機関名・部局名・職名：東京農工大学・大学院 工学府 応用化学専攻 有機材料化学専修・講師

(3) 研究課題名 (申請時に記載したものと同一課題名を記入して下さい。)

非共平面的に芳香環が集積したナフタレンジケトン類縁体群の結晶構造解析：

非古典的水素結合相互作用と分子集積構造の相関解明

(4) 蛋白質研究所受入担当教員

教員名：栗栖 源嗣 教授

(研究室名：蛋白質結晶学研究室)

(5) 研究成果の概要 (公開)

【背景および目的】「芳香環が非共平面的に配置した立体構造のナフタレンジケトン類縁体群」をプローブとしてその結晶空間に働く非古典的水素結合相互作用を抽出し、類縁体間で相互作用の強さと形成方向を比較・整理することで超分子キラリティ発現の要因を解明することを目的とした。申請者らが効率的合成方法を発見したこの類縁体群は、多様な置換基を導入しやすく、単結晶形成能が高いものが多いという特長を持つ。これまでに約 100 の類縁体化合物の結晶構造を決定し、その分子集積構造が「一般的には微弱と見做されている非古典的水素結合相互作用で差別化・決定」される機序を明らかにしてきた。本研究では「キラルな分子配列を形成したいいくつかの類縁体について、それを系統的に修飾した化合物群」を対象に、精度の高い結晶構造データを網羅的に収集・整理することを計画した。

【方法および結果】1,8-位にベンゾイル基、2-位にメトキシ基を有するナフタレンを共通の母骨格として、7-位のアルコキシ基を系統的に変化させた六種類の類縁化合物の結晶試料を準備した。これらの化合物は研究代表者のグループで設計・合成したもので、薄片状や針状の結晶となっている。所属機関の X 線回折装置での測定はマシンタイムが長くなりすぎるとの予測から「後回し」にしていた試料である。結晶形状の写真などを基に中根先生とご相談し、実際に結晶試料を観察した後、適切な測定法、蛋白質結晶学研究室所有の高強度 X 線回折装置もしくは MicroED、を判断し、実施していただくこととなった。六種類の化合物のうち、7-位に hexyloxy 基を持つ類縁体は MicroED, propoxy 基を持つ類縁体は MicroED と X 線結晶解析、その他は X 線結晶解析、により、結晶構造データを得ていただいた。hexyloxy 基を持つ類縁体はサイズの今回の試料の中で最も MicroED に適したものであったが、実際に測定を進めると TEM グリッドに付着しにくいという問題点があった。グリッド上の結晶密度を確保するために先生方に試行錯誤していただき、最終的に分子立体構造が明らかとなった。X 線結晶構造解析で得た結果も踏まえると、類縁体の系統性の中で hexyloxy 基を持つ類縁体を境界に空間群が変化する傾向を読み取ることができた。