

プレート結晶スポンジ法の開発による分子構造解析

(東大院工¹・塩野義製薬²・JASRI³・分子研⁴) ○高田 雄介^{1,2}・奥村 英夫³・佐藤 宗太¹・藤田 誠^{1,4}

Development of plate-CS method for molecular structure analysis (¹Graduate School of Engineering, University of Tokyo, ²SHIONOGI & CO., LTD, ³JASRI, ⁴IMS) ○Yusuke Takata^{1,2}, Hideo Okumura³, Sota Sato¹, Makoto Fujita^{1,4}

Crystalline Sponge (CS) method is a powerful analysis technique for the absolute structure determination of small amount of compound. However, screenability and success rate of CS method was decreased because this method needs human hand at some steps for fragile crystals such as crystal selection and picking up crystals. In this research, we aimed to develop a new method by using crystallization plate. We have succeeded in crystallizing CS (10-30 μm) by using dispensing machine to dispense the sample onto thin-plate for X-ray measurement with high speed and accuracy. Following the displacement of the crystallization solvent in the vacancy, guest inclusion was achieved by adding the guest molecule solution using a dispensing machine. Furthermore, by applying the plate multi-measurement used in protein X-ray diffraction measurements, which were performed without picking up the crystals from the plate. In the above manner, we have achieved a structure analysis of guest molecules using crystallization plates without any human hands.

Keywords : Crystalline Sponge Method, Structural Determination, Single Crystal X-ray Diffraction, Coordination Complex

結晶スポンジ法は微量の試料に対し、結晶化せずに立体構造を含めた構造解析を可能とする強力な手法である。しかし、本手法では脆くて取り扱いにくい結晶に対し、人の手を介して選定し、また包接後に結晶を取り出す必要があるなど、難度の高い部分を有し、これがスクリーニング性や成功率を低下させる要因となっている。本研究ではこの問題点を解決するため、結晶化プレートを用いた新手法の開発を目指した。X線測定に用いられる、薄膜プレート上に分注機を用いて高速かつ正確に分注することで、10-30 μm の結晶化に成功した(図1)。空孔中の結晶化溶媒の置換に続き、分注機を用いゲスト分子溶液を添加し、ゲスト包接を達成した。さらにタンパク質のX線回折測定で用いられるプレートのマルチ測定を応用することで、プレートから結晶を取り出すことなく回折測定を行った。以上のように、結晶化プレートを利用した、人の手を介さないゲスト分子の構造解析を達成した。

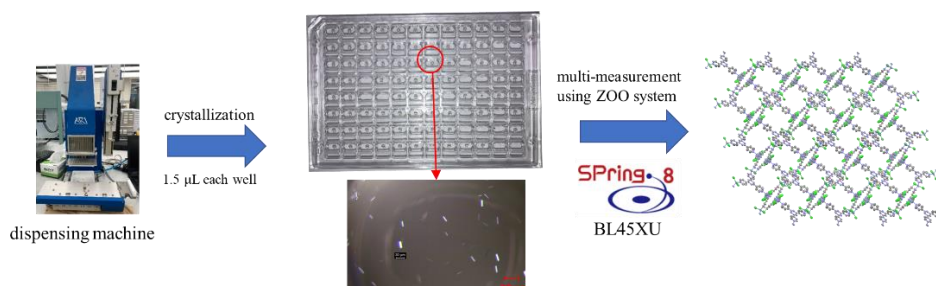


図1：プレート上での結晶化と得られた結晶構造