

令和 6 年 6 月 3 日現在

機関番号：82105

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2020～2023

課題番号：20H03043

研究課題名（和文）in situ三次元磁場配向NMRによるセルロース-分解酵素複合体の構造解析

研究課題名（英文）Structure analysis of cellulose-cellobiohydrolase complex by in situ three-dimensional magnetic orientation NMR

研究代表者

久住 亮介（Kusumi, Ryosuke）

国立研究開発法人森林研究・整備機構・森林総合研究所・主任研究員 等

研究者番号：70546530

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,100,000円

研究成果の概要（和文）：セルラーゼによるセルロース加水分解機構の解明には、水中での分解環境を維持した状態での結合部位の解析が欠かせない。その達成のため、本研究では有機微結晶の三次元磁場配向を応用した新規NMR法を開発した。汎用プローブを基にNMR内での試料管の変調回転と測定時における変調回転軸の一時傾斜が可能なプローブを作製し、モデル化合物を同プローブによる測定に供したところ、液体中にある $\mu\text{m}$ サイズの微結晶において化学シフトテンソルを精密に決定することに成功した。同法は多次元法も有効であり、セルラーゼ糖結合モジュールやそのセルロース複合体にも適用可能なin situ三次元磁場配向NMR法を確立させるに至った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

バイオリファイナリーを加速させる上で、セルラーゼ糖結合性モジュールと結晶セルロースの結合状態の原子レベルでの実態解明が欠かせない。しかしながら、基質が水に不溶の結晶セルロースであり、加水分解環境下における結合部位の精密解析は、回折法や電子顕微鏡法、溶液NMR法など従来法では困難な状況にあった。開発したin situ三次元磁場配向NMRは水中での三次元磁気拘束を通じて対象の“単結晶NMR”を可能とし、セルラーゼに加え他の酵素や生体分子・生理活性物質などの液体・反応プロセス中での構造解析にも展開できる。有機・無機材料学・構造生物学・分子工学・創薬・医療工学など幅広い分野への波及が大いに期待される。

研究成果の概要（英文）：To elucidate the mechanism of cellulose hydrolysis by cellulases, it is essential to analyze the binding sites on an atomic scale in a water environment. To achieve this, we established a novel NMR method based on the three-dimensional magnetic orientation of organic microcrystals. We developed a probe that enables modulation rotation of the sample tube in NMR and tilting of the modulated rotation axis only during NMR measurement. The chemical shift tensor of a model compound was determined precisely by using the probe, even for  $\mu\text{m}$ -sized microcrystals in a liquid. The developed probe can be also combined with the multidimensional sequences, which are required for complex compounds such as carbohydrate-binding modules.

研究分野：木質科学

キーワード：固体NMR in situ測定 単結晶振動パターン セルロース

## 様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

セルロースは地球上に最多量に存在する非可食性のバイオマス資源であり、その利用は持続可能な環境調和型社会を構築する上で必要不可欠である。石油資源枯渇後の未来を見据え、セルロース系バイオマスの酵素糖化による燃料・化学品への変換技術(バイオリファイナリー)の開発が急務である。バイオリファイナリーを加速度的に促進させるためには、温和な条件かつ省エネルギーな酵素糖化プロセスの高効率化、特にセルラーゼによる結晶セルロースの加水分解効率をいかに向上させるかが肝要である。

セルラーゼは基質であるセルロースへの作用機作の相違から複数種に分類される。そのうち、特にセルロース鎖末端から作用する *exo* 型のセロビオハイドロラーゼ(CBH)は結晶性セルロースの分解に有効に働く。CBH はセルロース結晶表面に特異的に吸着する糖結合性モジュール(CBM)と加水分解機能を持つ触媒モジュール(CM)で構成され、これらがリンカーで連結された構造をとる。CBH による分解過程では、まず CBM が固相のセルロース結晶表面へ吸着し、表面の構造を緩めつつ CM 付近の基質濃度を向上させ、加水分解反応を促進させる。よって、CBM は加水分解反応の効率を大きく左右する重要な構成要素と言える。究極の分解効率を持つスーパーセルラーゼの人工合成のため、結晶セルロースとの結合状態の原子レベルでの実態解明が急がれる。しかしながら、基質が水に不溶の結晶セルロースであり、水中での加水分解環境を維持した状態での結合部位の精密解析は、X線・中性子回折法や電子顕微鏡法、溶液の核磁気共鳴(NMR)法など従来の手法では困難な状況にある。

一方、研究代表者らはこれまでに、周波数変調型の回転磁場という特殊な動的磁場により作製した有機微結晶の三次元配向体(擬単結晶)を固体 NMR と組み合わせることで、従来法では数 mm サイズの巨大な単結晶が要求されていた原子核周りの電子分布の情報の抽出を、 $\mu\text{m}$  次元の微結晶から精密に取り出すことに成功した[Kusumi et al., *J. Magn. Reson.* **223**, 68 (2012) & *Cryst. Growth Des.* **15**, 718 (2015)]。さらに、NMR の強磁場を積極活用して NMR プロープ内で微結晶を三次元磁場配向させ、微結晶に擬似的な単結晶状態をとらせることで、液体中の微結晶からの単結晶スペクトルパターンの直接観測にも世界で初めて成功している[Kusumi et al., *J. Magn. Reson.* **309**, 106618 (2019); 久住ら, 特願 2018-162723]。これらは既往の単結晶法が適用できない液体中の微小な結晶での単結晶構造解析が可能な“*in situ* 三次元磁場配向 NMR”への道を拓くものであり、水系の再結晶化溶液や生理環境下にあるタンパク質・生理活性物質の *in situ* 構造解析への応用が期待されている。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、(A) 原子核周りの精密な局所構造情報を与える二軸可変型の三次元磁場配向 NMR プロープの開発および温度可変測定・多次元法の導入による、*in situ* 三次元磁場配向 NMR システムの構築、(B) 結晶セルロース-染料複合体をモデルとした *in situ* 三次元磁場配向 NMR による構造・ダイナミクス解析手法の確立、(C) *in situ* 三次元磁場配向 NMR を通じた結晶セルロース-セルラーゼ複合体の結合部位における局所構造とその動態の解明、である。

### 3. 研究の方法

上記の目的を達成すべく、まず二軸可変型の三次元磁場配向 NMR プロープの開発に取り組んだ。CAD ソフトウェア上にて試料回転部の 3D 設計図を作成し、rf コイルおよび試料管の支えとなる支持体、試料管、変調回転および傾斜のためのレール、プーリーを 3D プリンタを用いて作製した。試料管の変調回転後の一時傾斜を可能とするため、rf コイルはサドル型とした。汎用の 7.5 mm 二重共鳴 MAS プロープから MAS スピナー等を取り外し、作製した各構成要素を取り付けた。変調回転および回転軸の傾斜の駆動にはステッピングモーターを採用し、駆動力の伝達はそれぞれドライブシャフトとプーリーによるものとした。超電導磁石およびパワーアンプには JEOL CMX300 Infinity (300 MHz, 7.05 T) のものを使用し、固体 NMR 測定は FPGA 集約型 NMR 分光計 OPENCORE に接続して行った。さらに、スペクトルの分解能・感度の向上のためコイル周りの設計を見直し、試料管および rf コイルをそれぞれガラス管とソレノイドコイルに変更した改良型プロープも作製した。同改良型プロープにて  $^{13}\text{C}$ - $^{13}\text{C}$  相関シーケンスを適用し、二次元スペクトル上での化学シフト異方性の評価を試みた。

測定試料には、まず信号の正常な送受信と三次元磁場配向の達成成否の評価のため、L-アラニンとその  $^{13}\text{C}$  ラベル化体(微結晶サイズ約 20  $\mu\text{m}$ )を使用した。セルロース系試料として、酵素触媒重合により合成したセルロース II 型の板状結晶の水懸濁液も準備した。

また上記と並行し、量子化学計算を援用してセルロースおよびセルラーゼ糖結合モジュールの磁気遮蔽計算とその磁場配向時の NMR スペクトルシミュレーションを行なった。

#### 4. 研究成果

CAD ソフトウェアと 3D プリンターの組み合わせにより、試料管の変調回転と測定時の一時傾斜が可能な二軸可変機構を備えた三次元磁場配向プローブを完成させることができた(図1参照)。L-アラニン微結晶の懸濁液をプローブ内で変調回転させ、特定のタイミングで回転軸を一時傾斜させて固体  $^{13}\text{C}$  CPNMR 測定を行った結果、ブロードな粉末パターンとは異なる鋭い共鳴ピークが検出された。また、傾斜のタイミングに応じて共鳴ピークの位置が連続的に変化し、最大で4つに分裂する様子(単結晶振動パターン)が観測された。さらに、コイル周りにアップデートを施した改良型プローブでは共鳴ピークの線幅が大幅に改善され、高分解能な単結晶振動パターンが得られた。これらの結果は、巨大な単結晶(mm次元)の結晶軸を一般角周りで回転させた場合と同等のスペクトル、すなわち化学シフトテンソルの全情報を含む単結晶振動パターンが、微結晶( $\mu\text{m}$ 次元)から懸濁液の状態から直接得られたことを意味している。得られた振動パターンについて化学シフト異方性の理論式を用いて解析したところ、化学シフトテンソルを完全な形で決定することに成功した。また、プローブ内で三次元磁場配向した状態の同懸濁液に試料管の変調回転に同期させた  $^{13}\text{C}$ - $^{13}\text{C}$  相関シーケンスを適用した結果、二次元スペクトル上にて異なる配向方位間の  $^{13}\text{C}$  相関を検出することに成功した。測定のタイミングに応じて相関ピークの位置が連続的に変化する様子も観測されたことから、セルラーゼ糖結合モジュールのような複雑系においても振動パターンの追跡が可能となったといえる。以上により、in situ 三次元磁場配向 NMR 法を確立するに至った。

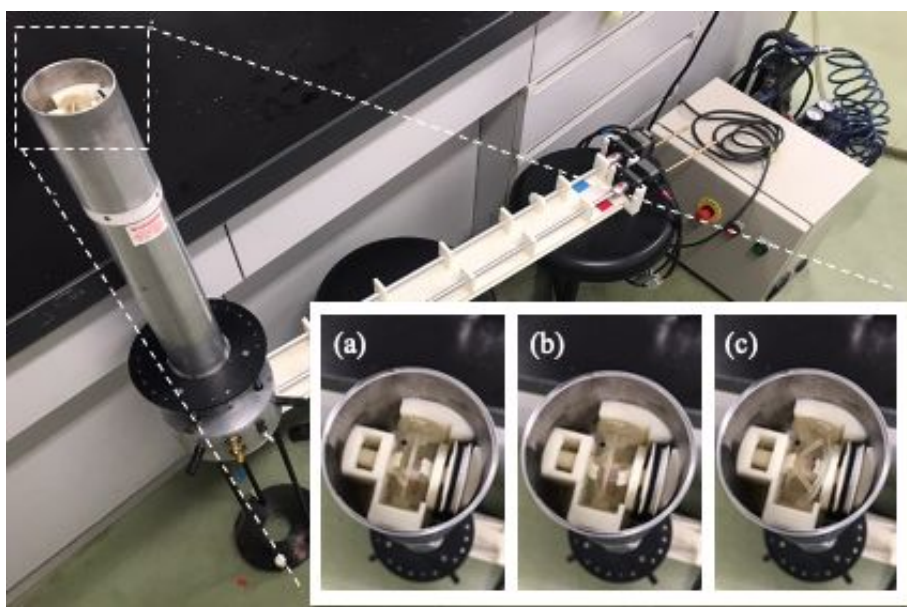


図1. 三次元磁場配向プローブの外観. 図中(a)–(c)は試料管の変調回転((a)および(b))と NMR 測定時における変調回転軸の一時傾斜の様子を表す。

また、量子化学計算を援用した磁場配向 NMR スペクトルのシミュレーションを行ったところ、同法を通じてセルロースの繊維方向のねじれといった緻密な構造変化を追跡できることが分かった。振動パターンは染料や CBM 作用時に鋭敏に変化する傾向が認められ、液体中での単結晶 NMR 解析が可能な in situ 三次元磁場配向 NMR の有用性が示された。加えて、 $^{13}\text{C}$  ラベル化セルロース II の水懸濁液での磁場配向スペクトルの取得にも成功した。

他方、上記に付随する特筆すべき成果として、酵素触媒重合により得られた低重合度セルロース(セルロースオリゴマー)において両末端残基に由来する  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  共鳴ピークを高分解能で検出し、それらを含む形でセルロースの NMR ピークを完全に帰属することに成功した。一般に高分子かつ難溶性であるセルロースの高分解能 NMR スペクトルの取得は困難であり、特に OH 基や両末端残基の共鳴ピークを帰属できた例はほとんどない。同オリゴマーを用いた NMR 解析は、未だ不明瞭なセルロースの溶解メカニズムについて有用な知見を提供する可能性がある。また、同オリゴマーの板状結晶を生分解性高分子の代表格であるポリ(L-乳酸)(PLLA)に分散させると、PLLA の結晶化を促進できることが分かった。酵素触媒重合の特性を活かして板状面に種々の官能基を導入し、PLLA に均一分散させて結晶化挙動を評価したところ、フェニル系官能基で高い核剤効果が認められた。分子動力学計算の結果とも一致したことから、同オリゴマーは PLLA の核剤としても有用であることが分かった。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計11件（うち査読付論文 10件 / うち国際共著 1件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Kobayashi Kayoko, Isobe Noriyuki, Kusumi Ryosuke, Nemoto Junji, Wada Masahisa	4. 巻 25
2. 論文標題 Elucidation of the Specific Ion Effects and Intermediate Structures of Cellulose Fibers Swollen in Inorganic Salt Solutions via In Situ X-ray Diffraction	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 Biomacromolecules	6. 最初と最後の頁 864 ~ 870
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acs.biomac.3c01016	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Zhang Yangyang, Kobayashi Kayoko, Kusumi Ryosuke, Kim Ung-Jin, Wada Masahisa	4. 巻 682
2. 論文標題 Adsorption properties of cellulose beads prepared by emulsion-gelation method and subsequent oxidation	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects	6. 最初と最後の頁 132859 ~ 132859
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.colsurfa.2023.132859	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する
1. 著者名 Miyaji Koki, Zhou Chunfan, Maeda Asahi, Kobayashi Kayoko, Kusumi Ryosuke, Wada Masahisa	4. 巻 215
2. 論文標題 Biodegradation of various forms of cellulose and chitin in natural waters with different salinity	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Polymer Degradation and Stability	6. 最初と最後の頁 110423 ~ 110423
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.polymdegradstab.2023.110423	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Kusumi Ryosuke, Asai Shinichi, He Qinfeng, Kobayashi Kayoko, Kimura Satoshi, Yoshida Makoto, Wada Masahisa	4. 巻 534
2. 論文標題 -d-(1 3)-graft-(1 6)-glucan: Comb-like polysaccharide synthesized in vitro with -1,3/1,6-glucosyltransferase L from Streptococcus salivarius	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Carbohydrate Research	6. 最初と最後の頁 108969 ~ 108969
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.carres.2023.108969	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Wada Masahisa, Wakiya Sayuri, Kobayashi Kayoko, Kimura Satoshi, Kitaoka Motomitsu, Kusumi Ryosuke, Kimura Fumiko, Kimura Tsunehisa	4. 巻 28
2. 論文標題 Three-dimensional alignment of cellulose II microcrystals under a strong magnetic field	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Cellulose	6. 最初と最後の頁 6757 ~ 6765
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s10570-021-03954-z	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Nagamine Ryo, Kobayashi Kayoko, Kusumi Ryosuke, Wada Masahisa	4. 巻 29
2. 論文標題 Cellulose fiber biodegradation in natural waters: river water, brackish water, and seawater	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Cellulose	6. 最初と最後の頁 2917 ~ 2926
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s10570-021-04349-w	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 He Qinfeng, Kobayashi Kayoko, Kusumi Ryosuke, Kimura Satoshi, Enomoto Yukiko, Yoshida Makoto, Kim Ung-Jin, Wada Masahisa	4. 巻 5
2. 論文標題 In Vitro Synthesis of Branchless Linear (1-6)-D-Glucan by Glucosyltransferase K: Mechanical and Swelling Properties of Its Hydrogels Crosslinked with Diglycidyl Ethers	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ACS Omega	6. 最初と最後の頁 31272-31280
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acsomega.0c04699	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 He Qinfeng, Kusumi Ryosuke, Kimura Satoshi, Kim Ung-Jin, Wada Masahisa	4. 巻 245
2. 論文標題 Cationic hydrogels prepared from regioselectively azidated (1-3)-D-glucan via crosslinking and amination: Physical and adsorption properties	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Carbohydrate Polymers	6. 最初と最後の頁 116543-116543
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.carbpol.2020.116543	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 He Qinfeng, Kusumi Ryosuke, Kimura Satoshi, Kim Ung-Jin, Deguchi Kenzo, Ohki Shinobu, Goto Atsushi, Shimizu Tadashi, Wada Masahisa	4. 巻 237
2. 論文標題 Highly swellable hydrogel of regioselectively aminated (1 3)- $\beta$ -d-glucan crosslinked with ethylene glycol diglycidyl ether	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Carbohydrate Polymers	6. 最初と最後の頁 116189-116189
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.carbpol.2020.116189	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Isobe Noriyuki, Tsudome Mikiko, Kusumi Ryosuke, Wada Masahisa, Uematsu Katsuyuki, Okada Satoshi, Deguchi Shigeru	4. 巻 2
2. 論文標題 Moldable Crystalline $\beta$ -Chitin Hydrogel with Toughness and Transparency toward Ocular Applications	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ACS Applied Polymer Materials	6. 最初と最後の頁 1656-1663
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acsapm.0c00087	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 久住亮介	4. 巻 27
2. 論文標題 三次元磁場配向体の固体NMR	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Cellulose Communications	6. 最初と最後の頁 44-49
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計51件 (うち招待講演 7件 / うち国際学会 6件)

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 三次元磁場配向NMRの強磁場への拡張
3. 学会等名 第71回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 周楚帆, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 LiBr水溶液を用いて調製した分子量の異なるセルロースフォームの力学特性
3. 学会等名 第74回日本木材学会大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 宮田皓基, 小林加代子, 和田昌久, 武田和行, 久住亮介
2. 発表標題 MRIシステムによる木材の組織構造の観察
3. 学会等名 第74回日本木材学会大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 山本千莉, 今井友也, Osama A. Afifi, 久住亮介, 小林加代子, 梅澤俊明, 飛松裕基
2. 発表標題 細胞壁改変イネのリグノセルロース超分子構造の比較解析
3. 学会等名 第74回日本木材学会大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 古西辰光, 久住亮介, 和田昌久, 小林加代子
2. 発表標題 様々な構造のプライマーを用いて酵素合成したセルロースオリゴマーの構造解析
3. 学会等名 第74回日本木材学会大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 久住亮介, 香川晃徳, 武田和行, 根来誠
2. 発表標題 磁場配向を応用したトリプレットDNP
3. 学会等名 第1回高分子学会NMRシンポジウム
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 R. Kusumi
2. 発表標題 Applications of three-dimensional magnetic orientation to NMR
3. 学会等名 The 9th International Workshop on Materials Analysis and Processing in Magnetic Fields Program & Abstracts (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 前田朝陽, 小林加代子, 和田昌久, 久住亮介
2. 発表標題 セルロース微結晶の磁場配向がそのナノコンポジットの力学特性に与える影響
3. 学会等名 日本磁気科学会第17回年会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 山本千莉, Pui Ying Lam, 木村(武田)ゆり, Osama A. Afifi, 刑部祐里子, 刑部敬史, Laura E. Bartley, 今井友也, 久住亮介, 小林加代子, 梅澤俊明, 飛松裕基
2. 発表標題 フェルラ酸を介した細胞壁の架橋を抑制したゲノム編集イネの作出と性状解析
3. 学会等名 日本農芸化学会中部・関西支部合同大会
4. 発表年 2023年



1. 発表者名 土井芳徳, 大長一帆, 久住亮介, 藤澤秀次, 齋藤継之
2. 発表標題 13C標識CNFの分散・会合プロセスにおける結晶性の評価
3. 学会等名 セルロース学会第30回年次大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 古西辰光, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 セルロースオリゴマー微結晶が形成する液晶の磁場応答
3. 学会等名 セルロース学会第30回年次大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 K. Kobayashi, R. Kusumi, N. Isobe, M. Wada
2. 発表標題 Swollen and regenerated structures of cellulose by inorganic salt solution treatments
3. 学会等名 International Cellulose Conference (ICC2022+1) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 C. Zhou, S. Miura, K. Kobayashi, R. Kusumi, M. Wada
2. 発表標題 Characterization of Cellulose Hydrogels Prepared from Molten Lithium Salt Hydrates
3. 学会等名 International Cellulose Conference (ICC2022+1) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 A. Maeda, K. Kobayashi, R. Kusumi, M. Wada
2. 発表標題 Mechanical Properties of Magnetically Oriented Tunicate Cellulose Microcrystals / Polyvinyl Alcohol Nanocomposite Films
3. 学会等名 International Cellulose Conference (ICC2022+1) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 R. Kusumi, I. Tsuduki, M. Kobayashi, K. Kobayashi, M. Wada
2. 発表標題 Surface modified cellulose II microcrystals as nucleating agents for poly(L-lactic acid)
3. 学会等名 International Cellulose Conference (ICC2022+1) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 磁場配向したセルロース微結晶のNMRスペクトルシミュレーション
3. 学会等名 第70回応用物理学会秋季学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 多糖の生合成/分解プロセスのin situ解析が可能な三次元磁場配向NMRの開発
3. 学会等名 2023年繊維学会年次大会 (招待講演)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 三次元拘束磁場下の固体NMR
3. 学会等名 第71回固体NMR・材料フォーラム（招待講演）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 續育実, 小林加代子, 和田昌久, 久住亮介
2. 発表標題 表面修飾されたセルロースII板状結晶のポリ(L-乳酸)への核剤効果
3. 学会等名 第71回高分子学会年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小林加代子, 久住亮介, 磯部紀之, 和田昌久
2. 発表標題 無機塩水溶液中で膨潤するセルロースの構造変化
3. 学会等名 セルロース学会第29回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 久住亮介, 浅井慎一, 何沁峰, 小林加代子, 和田昌久
2. 発表標題 グルコシルトランスフェラーゼGt fLにより合成したグラフト型多糖の誘導体化と特性解析
3. 学会等名 セルロース学会第29回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 佐々木惇, 小林加代子, 和田昌久, 久住亮介
2. 発表標題 還元末端を修飾したセルロースオリゴマーの溶液NMR解析
3. 学会等名 セルロース学会第29回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 古西辰光, 小林加代子, 和田昌久, 久住亮介
2. 発表標題 表面に芳香環を導入したセルロースII型微結晶の特性解析
3. 学会等名 セルロース学会第29回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 和田昌久, 何沁峰, 佐々木惇, 小林加代子, 久住亮介
2. 発表標題 Li 塩水溶液中でのセルロースのNMR解析
3. 学会等名 セルロース学会第29回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 前田朝陽, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 静磁場下で調製したセルロースII型微結晶/ポリビニルアルコールフィルムの力学特性
3. 学会等名 セルロース学会第29回年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Asahi Maeda, Kayoko Kobayashi, Ryosuke Kusumi, Masahisa Wada
2. 発表標題 Mechanical Properties of Magnetically Oriented Cellulose II Microcrystals Film
3. 学会等名 第69回応用物理学会秋季学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 久住亮介, 安井颯, 門間啓, 和田昌久, 武田和行
2. 発表標題 三次元磁場配向プローブによる微結晶粉末のin situ単結晶NMR
3. 学会等名 日本核磁気共鳴学会第61回NMR討論会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 三次元磁場配向NMRの開発：セルロース合成系への応用を目指して
3. 学会等名 第61回機能紙研究会（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Ryosuke Kusumi, Hiroshi Kadoma, Hayate Yasui, Masahisa Wada, Kazuyuki Takeda
2. 発表標題 Single-crystal NMR in Polycrystalline Samples by Magnetic Orientation
3. 学会等名 ISMAR-APNMR-NMRSJ-SEST 2021（国際学会）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Ryosuke Kusumi
2. 発表標題 Development of in situ solid-state NMR system for magnetically oriented microcrystal suspensions
3. 学会等名 第45回日本磁気学会学術講演会シンポジウム"New trends in magnetic field application" (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 久住亮介, 浅井慎一, 何沁峰, 小林加代子, 木村聡, 和田昌久
2. 発表標題 誘導体化を通じたグルコシルトランスフェラーゼGt fLによる合成多糖の一次構造解析
3. 学会等名 第70回高分子討論会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 續育美, 久住亮介, 小林加代子, 和田昌久
2. 発表標題 ポリ(L-乳酸)の三次元配向フィルムの創製とその酵素加水分解特性の評価
3. 学会等名 第70回高分子討論会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮地皇希, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 セルロースとキチンの環境水中での生分解性評価
3. 学会等名 セルロース学会第28回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 三浦周平, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 セルロースの分子量がセルロースヒドロゲルの力学特性に及ぼす影響
3. 学会等名 セルロース学会第28回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 佐々木惇, 久住亮介, 小林加代子, 和田昌久
2. 発表標題 磁場配向を利用したセルロース微結晶のNMR構造解析
3. 学会等名 セルロース学会第28回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 岡本吉生, 久住亮介, 小林加代子, 和田昌久
2. 発表標題 木質系バイオマスの非破壊観察に向けたMRIシステムの構築
3. 学会等名 セルロース学会第28回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Yangyang Zhang, Qinfeng He, Kayoko Kobayashi, Ryosuke Kusumi, Masahisa Wada
2. 発表標題 Super-swellaible polysaccharide hydrogels for water purification
3. 学会等名 セルロース学会第28回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 安井颯, 門間啓, 久住亮介, 小林加代子, 和田昌久, 武田和行
2. 発表標題 微結晶懸濁液からの化学シフト異方性解析を実現するin situ固体NMRプローブの開発
3. 学会等名 第15回日本磁気科学会年会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 三次元磁場配向を利用したNMR
3. 学会等名 高分子学会21-2NMR研究会(招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 鈴木彩奈, 久住亮介, 和田昌久, 小林加代子
2. 発表標題 含水率を変化させた木材の固体NMRによる分子運動性解析
3. 学会等名 第72回日本木材学会大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 岡本吉生, 久住亮介, 小林加代子, 和田昌久, 武田和行
2. 発表標題 強磁場MRIシステムの構築と木質系バイオマスへの適用
3. 学会等名 第72回日本木材学会大会
4. 発表年 2022年



1. 発表者名 三浦周平, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 Li塩水溶液を用いて調製したセルロースヒドロゲルの特性評価
3. 学会等名 第72回日本木材学会大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 佐々木惇, 小林加代子, 和田昌久, 久住亮介
2. 発表標題 酵素触媒重合したセルロースII型微結晶のNMR構造解析
3. 学会等名 第72回日本木材学会大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 田村聡真, 久住亮介, 和田昌久, 小林加代子
2. 発表標題 X線CTデータを用いた3次元CNNによる木材の物性予測
3. 学会等名 第72回日本木材学会大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 青島里佳, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久, 吉田誠
2. 発表標題 木材腐朽過程のX線CTによる観察
3. 学会等名 第72回日本木材学会大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Hayate Yasui, Kayoko Kobayashi, Masahisa Wada, Kazuyuki Takeda, Ryosuke Kusumi
2. 発表標題 Analysis on Chemical Shift Anisotropy via In situ Solid-state NMR for Magnetically Oriented Microcrystal Suspension
3. 学会等名 第69回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Ikumi Tsuzuki, Kayoko Kobayashi, Masahisa Wada, Ryosuke Kusumi
2. 発表標題 Characterization for Three-dimensionally Oriented Poly(L-lactic acid)
3. 学会等名 第69回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 三次元磁場配向体の固体NMRとその可能性
3. 学会等名 第433回生存圏シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 久住亮介
2. 発表標題 セルロース系多糖の構造理解に役立つ分析手法：NMRを中心に
3. 学会等名 セルロース学会第24回マイクロシンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 久住亮介, 門間啓, 安井颯, 和田昌久, 武田和行
2. 発表標題 MOMSプローブを用いた化学シフト異方性の解析
3. 学会等名 第69回高分子討論会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 鈴木彩奈, 長峰亮, 小林加代子, 久住亮介, 和田昌久
2. 発表標題 ヒノキ正常材およびあて材の固体NMR解析
3. 学会等名 第71回日本木材学会大会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 久住亮介 (分担執筆, 執筆者:59名)	4. 発行年 2021年
2. 出版社 技術情報協会	5. 総ページ数 676
3. 書名 NMRによる有機材料分析とその試料前処理、データ解釈	

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分担者	和田 昌久  (Wada Masahisa)  (40270897)	京都大学・農学研究科・教授    (14301)	

6. 研究組織（つづき）

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	武田 和行  (Takeda Kazuyuki)	京都大学・理学研究科・准教授  (14301)	
研究協力者	今井 友也  (Imai Tomoya)	京都大学・生存圏研究所・教授  (14301)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関