

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

	承認日 Date of Approval 2013/11/23 承認者 Approver Jun-ichi SUZUKI 提出日 Date of Report 2013/01/28
課題番号 Project No. 2012B0057 実験課題名 Title of experiment コントラスト変調 SANS 測定を利用したリポソームの構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 杉島 明典 所属 Affiliation 富士フイルム株式会社	装置責任者 Name of Instrument scientist 鈴木 淳市 装置名 Name of Instrument/(BL No.) 大強度型中性子小中角散乱装置(大観) /BL15 実施日 Date of Experiment 2012/11/26 10:00 - 2012/11/27 10:00

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.

PEG 修飾量および水溶媒の D₂O:H₂O 比を変えたリポソームを乳化法により作成し、SANS 測定用試料とした。
 ・HSPC/DSPE-PEG2000 (PEG 濃度 1 mol.%) リポソーム (溶媒: D₂O:H₂O=100:0, 75:25, 50:50 の 3 種)
 ・HSPC/DSPE-PEG2000 (PEG 濃度 7 mol.%) リポソーム (溶媒: D₂O:H₂O=100:0, 75:25, 50:50 の 3 種)
 ・D₂O:H₂O=100:0, 75:25, 50:50 の混合溶媒

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)

Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

【実験方法】

SANS 測定は波長 0.7~7.8 Å⁻¹ を利用し、小角/中角/高角/背面バンクを用いて行った。試料は BL15 共用の厚さ 2mm の円筒形石英セルに充填した。測定時間は試料の溶媒種に応じ、D₂O:H₂O=100:0 の試料は 90000 kicker, 75:25 の試料は 135000 kicker, 50:50 の試料は 225000 kicker とした。

【結果】

図 1 に D₂O:H₂O=100:0 溶媒中のリポソームの SANS パターンを示す。両対数プロットの q~0.1 nm⁻¹ 付近の傾きは平板状散乱体を特徴づける -2 に近く、リポソーム膜に由来した散乱であることが示唆された。

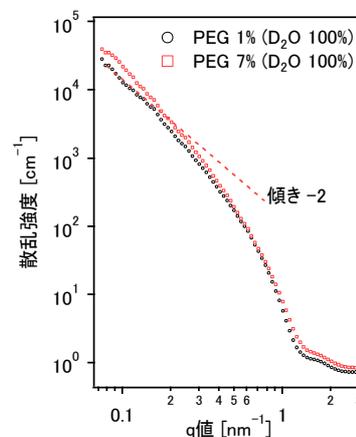


図 1. リポソームの SANS パターン

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

膜構造情報を得るため、間接フーリエ変換法[1]によりSANSパターンから二体距離分布関数(PDDF)を導出した。得られたPDDFは単調減少で約12 nmで減衰したが、その減衰長は脂質二重膜の平均的な膜厚である約6 nmよりも大きかった。約12 nmの減衰長はPEG修飾基を含めた膜厚に対応すると考えられ、これよりPEG鎖の厚みは約3 nmと見積もられた。SANSでは二重膜表面のPEG鎖を含めたリポソーム膜厚が得られ、PEG鎖の存在状態に関する有用な情報が得られることが明らかになった。

PDDF解析から得た、膜厚6 nm、PEG鎖3 nmの粗描像を精密化するため、 H_2O と D_2O の混合比を変えてコントラスト変調したパターンに対し、グローバルフィッティング解析を行った。フィッティングモデルには、4重のコアシェル構造を有する平板モデル[2]を使用し、フィッティング精度を向上させるため、グローバルフィッティングには同じリポソームから別途実験で得たSAXSパターンも加えた。

PEG濃度1%の場合のフィッティング結果を図3に示す。二重膜及びPEG鎖の構造パラメータを用いて一連のデータはよくフィッティングできた。PEG鎖の厚みは濃度1%の場合には3.6 nm、7%の場合には4.5 nmと評価され、PEG濃度の上昇により鎖長がわずかに広がる様子が明らかになった。

[1] D. I. Svergun, *J. Appl. Cryst.*, **25** (1992) 495-503.

[2] O. Glatter and O. Kratky, "Small Angle X-ray Scattering", (London, Academic Press, 1982).

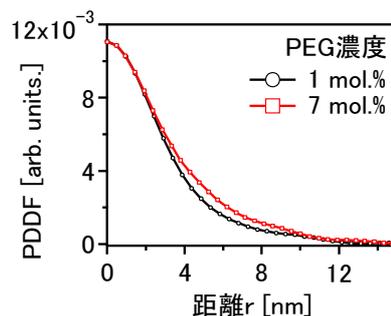


図2. SANSパターンから得たリポソームのPDDF

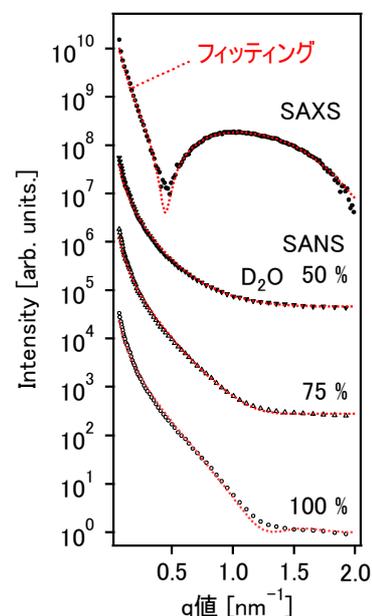


図3. SANS/SAXSパターンのフィッティング解析結果。