

実験報告書様式(一般利用課題・成果公開利用)

(※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。)

 Experimental Report 	承認日 Date of Approval 2015/9/15 承認者 Approver Jun-ichi Suzuki 提出日 Date of Report 2015/2/5
課題番号 Project No. 2014A0122 実験課題名 Title of experiment Neutron Small-Angle Scattering of Aqueous Suspensions containing Polymer Surfactant Food Additives. 実験責任者名 Name of principal investigator 南部 宏暢 所属 Affiliation 太陽化学株式会社 研究推進室	装置責任者 Name of Instrument scientist 装置名 Name of Instrument/(BL No.) MLF 物質・生命科学実験施設 BL15 実施日 Date of Experiment 2014/05/26～2014/05/28 2014/11/11～2014/11/12

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.

<p>1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.</p> <p>本実験では、コエンザイム Q10 (CoQ10)またはビタミン E(V.E)を、自社開発した高分子系界面活性剤(乳化剤)であるポリグリセリン脂肪酸エステルを用いて、重水素化物を混合した溶媒(グリセロール/エタノールまたはグリセロール)に分散させることにより CoQ10 製剤および V.E 製剤を作製した。これらを、溶媒と散乱長密度を揃えるために重水を用いて各濃度に水希釈したものを測定試料とした。</p> <p>また上記とは別に、複数濃度の V.E を重水素化物を混合した溶媒(グリセロール)に乳化剤を用いて分散させた、V.E 含量の異なる V.E 製剤も測定試料とした。</p>
--

<p>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。)</p> <p>Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.</p> <p>乳化剤を用いた会合体(数 nm ~ 100 nm)の構造が、製剤の製造から生体利用時まで、どのように変化するかを解析を主目的とし、本測定では、製剤を実際に飲料などの最終製品へ添加する際の、水で希釈(溶媒を水に置換)するプロセスにおける会合体の構造変化について検証することを目的に、まずは作製された各製剤の水希釈による構造に対する影響を調べるため、重水分散系の構造解析を SANS 測定にて実施した。</p> <p>Figure 1 は CoQ10 製剤を任意の比率で希釈していった際の SANS プロファイルである。なお Y 軸は、各試料の散乱強度を CoQ10 製剤の含有率で除して濃度にて規格化した値をプロットした。それぞれを比較すると、$Q < 0.02 \text{ \AA}^{-1}$ 以下の小角領域を除き、散乱プロファイルがほぼ一致した。これは、水を添加していても会合体の構造は保持されていることを示唆している。一方、$Q < 0.02 \text{ \AA}^{-1}$ 以下の小角領域では、CoQ10 製剤の含有率が増加するにつれ、散乱強度は系統的に減少した。これは、会合体間の相関によるものと考えられた。</p>

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

Figure 2 は V.E 製剤を任意の比率で希釈していった際の SANS プロファイルである。なおこちらにも同じく Y 軸は、各試料の散乱強度を CoQ10 製剤の含有率で除して濃度にて規格化した値をプロットした。それぞれを比較すると、水を添加していない製剤 100 % の試料で $Q = 0.03 \text{ \AA}^{-1}$ 付近に明確に確認できていたピークが、添加される水の量が増えるにつれ、系統的に弱くなった。

現在、粒子間相互作用を考慮したモデルの散乱係数を用いて、別途測定している X 線小角散乱(SAXS)の測定結果も合わせて、フィッティング解析を実施中である。

次に、V.E 含量の異なる V.E 製剤の構造解析を SANS 測定により実施した。

Figure 3 は V.E 含量の異なる V.E 製剤の SANS プロファイルである。V.E 含量が上昇するにつれて、低 Q 領域($Q < 0.05 \text{ \AA}^{-1}$)の散乱強度が増加した。また V.E 含量が 0.675 % 以上の試料において、明確なピークプロファイルを示し、V.E 含量が上昇するにつれてピーク位置が低 Q 領域にシフトした。これは V.E が会合体の中に取り込まれて、会合体のサイズが大きくなったためと考えられる。V.E 含量が 0.675 – 3.38 % の試料のプロファイルのうち 2.7 % の試料のみ、より低 Q 領域($Q < 0.02 \text{ \AA}^{-1}$)で立ち上がりが確認されなかった。これについては理由が断定できておらず、再測定も考慮に入れて検討を続ける予定である。

今後は、モデル解析などを行い、これまでの物性評価(SAXS、DLS、レオロジー、製剤の保存安定性等)の結果などと併せて解析し、会合体の構造を明らかにしていく予定である。

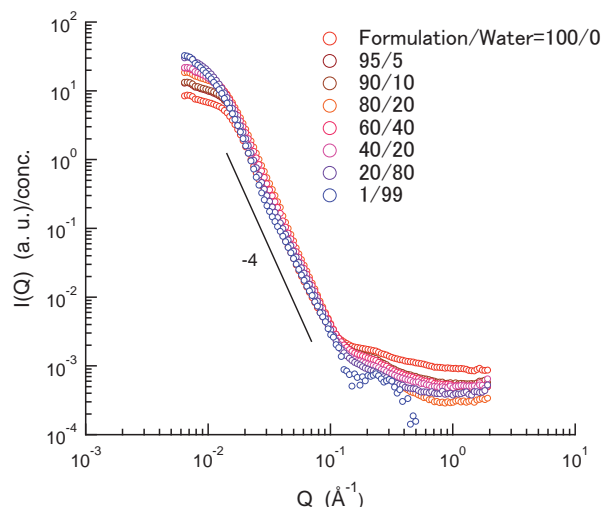


Figure 1 V.E 製剤に系統的に水を加えた溶液の SANS プロファイル(製剤含有率で規格化済).

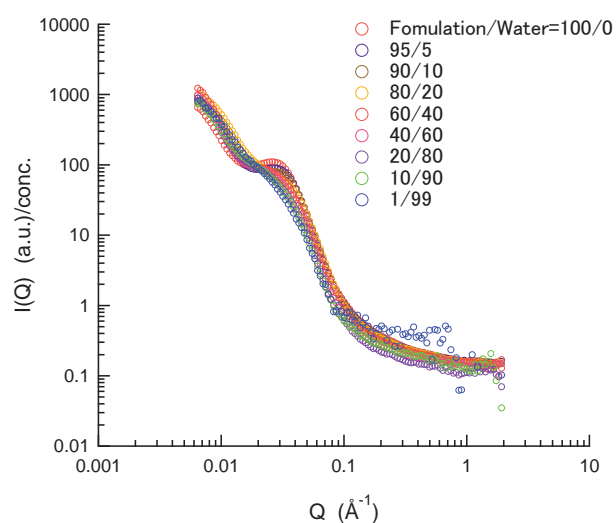


Figure 2 V.E 製剤に系統的に水を加えた溶液の SANS プロファイル(製剤含有率で規格化済).

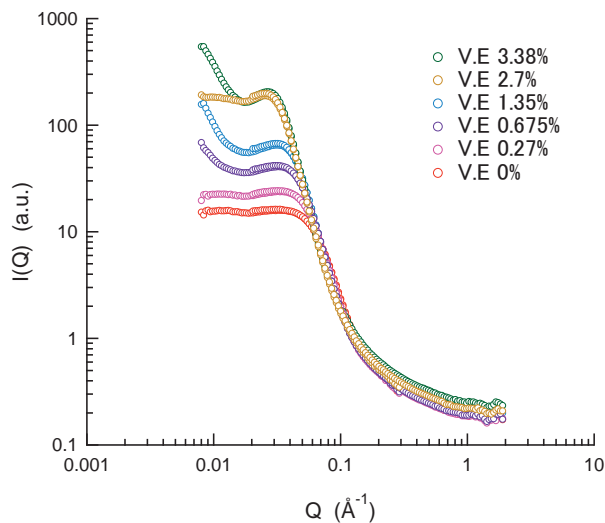


Figure 3 V.E 含量の異なる製剤の SANS プロファイル