

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。)

	承認日 Date of Approval 2016/7/25 承認者 Approver Jun-ichi SUZUKI 提出日 Date of Report 2016/8/2
課題番号 Project No. 2014B0171 実験課題名 Title of experiment 高分子型界面活性剤系食品添加剤水分散体の中性子小角散乱 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 responsible person Jun-ichi SUZUKI 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 2015/11/08 – 2015/11/10 2016/05/13 – 2016/05/14

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、2種類の製剤(コエンザイム Q10 とビタミン E)と、それにそれぞれ対応する自社開発したポリグリセリン脂肪酸エステル(乳化剤)から構成される系に、重水を添加した試料について測定を行なった。製品の製造後、実際に体内で吸収されるプロセスにおいて、(1) 製剤希釈溶液の加熱殺菌処理、および(2) 酸性条件下の胃内を通過するプロセスに着目し、製剤と乳化剤が形成する会合体の加熱処理前後の構造変化、および pH 依存性について、中性子小角散乱(SANS)により調べた。加熱処理は、3条件(93°C 達温、80°C で 30 分アニール、121°C で 20 分アニール)について、pH 依存性の測定では、溶液の pH が 1、2、3、および 5 となるように調製し、実験に供した。</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>Figure 1 はコエンザイム Q10 (CoQ10) 製剤希釈水溶液の各加熱処理後での SANS プロファイルである。これまでの X 線小角散乱(SAXS)、SANS、および光散乱(DLS)測定により、製剤と乳化剤からなる製品の会合体は、グリセロール保存液中、および水希釈溶液中において、100 nm 程度のミセル会合体を形成することが明らかとなっている。Figure 1 に示した散乱プロファイルをそれぞれ比較すると、会合体ミセルの構造を反映する $Q < 0.1 \text{Å}^{-1}$ の Q 領域では、散乱プロファイルがほぼ一致した。これは、CoQ10 製剤が形成する会合体は、加熱処理をしても会合体の構造を維持していることを示している。一方、$Q > 0.1 \text{Å}^{-1}$ の領域では、80°C で 30 分アニール、および 120°C で 20 分アニールのデータで、散乱強度がわずかに増加した。これは小さいスケールの構造が変化している可能性を示唆するが、この Q 領域では、プロトンからの非干渉性散乱の影響も現れることから、今後、SAXS などの他の測定結果も交えて検討する予定である。</p> <p>次に Figure 2 に CoQ10 製剤希釈水溶液の SANS プロファイルの pH 依存性を示した。こちらは、すべての測定 Q 領域で散乱プロファイルがほぼ一致した。この結果は、胃内のような高酸性条件でも会合体構造は変化しないことを明らかに示している。</p>

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

Figure 3 はビタミン E (V.E) 製剤の各加熱処理後の SANS プロファイルである。殺菌強度が弱い 2 条件 (93°C 達温、80°C で 30 分アニール) では、 $Q < 0.012 \text{ \AA}^{-1}$ の強度が減少するが、 $Q > 0.1 \text{ \AA}^{-1}$ では、わずかに増加した。低 Q 領域における強度の減少は、Figure 1 に示した CoQ10 製剤と同様に、小さいスケールの構造変化、または非干渉性散乱の影響と思われる。一方、殺菌強度の強い 121°C で 20 分アニール条件では、散乱プロファイルが大きく変化した。121°C で 20 分アニールの加熱処理では、会合体の構造が大きく変化することが明らかとなった。Figure 4 は V.E 製剤の SANS プロファイルの pH 依存性である。低 pH 条件下にて低 Q 領域 ($Q < 0.01 \text{ \AA}^{-1}$) で立ち上がり確認されたが、それよりも高 Q 領域では散乱プロファイルは、水溶液中のものと一致していた。これは、Q10 製剤の結果と同様に、会合体の構造は維持されているが、会合体間の相関に変化が現れたと解釈される。すなわち、溶液の pH の変化は会合体間の相関に影響を及ぼすことが明らかとなった。

現在、モデル解析による会合体の定量化とともに、これまでの物性評価 (DLS、レオロジー測定、製剤の保存安定性等) の結果などと併せて解析を進めている。

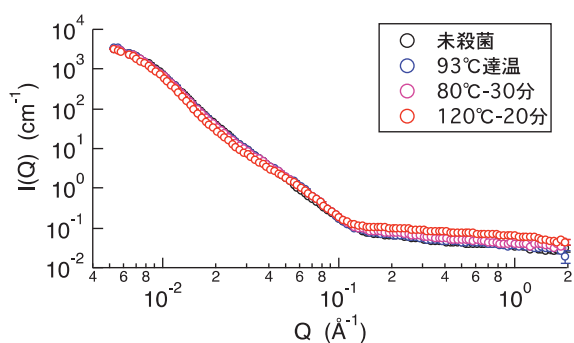


Figure 1. コエンザイム Q10 製剤希釈水溶液の加熱処理前後の散乱プロファイル

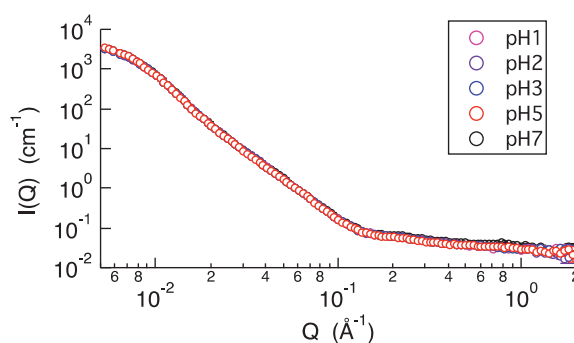


Figure 2. コエンザイム Q10 製剤希釈水溶液の散乱プロファイルの pH 依存性

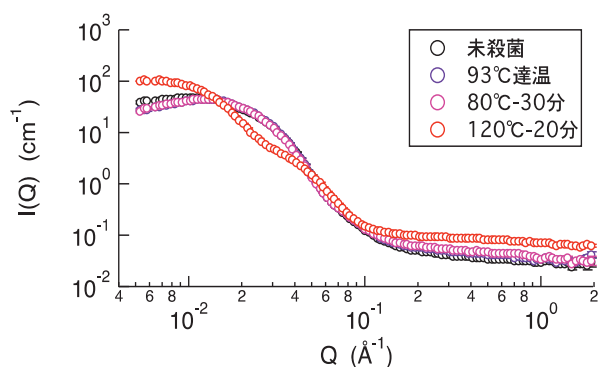


Figure 3. ビタミン E 製剤希釈水溶液の加熱処理前後の散乱プロファイル

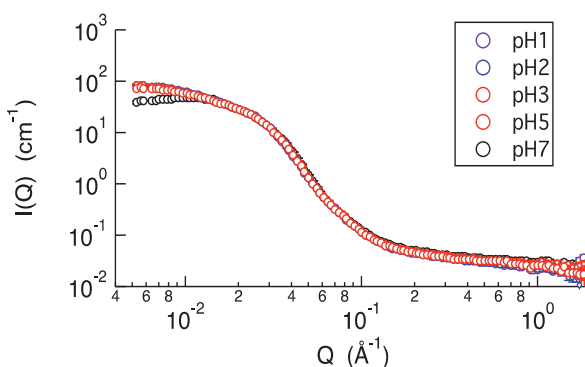


Figure 4. ビタミン E 製剤希釈水溶液の散乱プロファイルの pH 依存性