



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 2017/12/9 承認者 Approver Jun-ichi Suzuki 提出日 Date of Report 2017/9/20
課題番号 Project No. 2017A0085 実験課題名 Title of experiment Structure analysis of core-shell polymer by contrast variation SANS 実験責任者名 Name of principal investigator 久保 啓 所属 Affiliation 資生堂グローバルイノベーションセンター	装置責任者 Name of responsible person 岩瀬 裕希 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL15 実施日 Date of Experiment 2017年4月12日～4月15日

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.	
試料	: コア-コロナ型ポリマー コア部 重水素化 PMMA 系ポリマー シェル部 PEG 系ポリマー 溶媒重水素化率 : 5種類 (D/H = 100/0, 80/20, 60/40, 40/60)

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.	

【背景と目的】

乳化とは、本来混じりあうことのない油／水的一方を他方に分散させることであり、水および油の両性質を兼ね備えた製剤を設計するために必要不可欠な技術である。汎用な乳化系としては界面活性剤による乳化や、固体粒子により安定化したピッカリングエマルジョンが挙げられる。しかしながらいずれも乳化可能範囲に制約があり、また肌への刺激、使用感触など全てを満足するものではなかった。そこで近年、我々は、界面活性剤、固体粒子両者の長所を併せ持ちつつ互いの短所を払拭した「コア-コロナ型ポリマー粒子」乳化剤を開発した。これは疎水性のコア部に親水性のコロナ部を導入した、約 200～300nm 径を有する両親媒性微粒子である。コア-コロナ型ポリマー粒子は直径が 200 から 300nm であることが動的光散乱で確認され、コアシェル型の構造を有していると考えられているが、乾燥状態では構造変化が生じるため TEM による観察はいまだ達成できておらず、液中での測定が可能な散乱実験による構造解析を目的とした。USAXS の測定を実施したが、シェル部分と思われる散乱強度が弱く、コアシェル構造もしくは他の構造体かの判断ができなかったためコントラスト変調中性子小角散乱を実施した。

【実験方法と結果】

コアシェル構造の解析のために、コア部を重水素化し、シェル部とのコントラストをエンハンスすることを目的としたコア-コロナ型ポリマーを作成し、重水素化率を変化させた溶媒中に分散させ、コントラスト変調 SANS 測定を実施した。粒子サイズが 200nm 程度であるため、通常の SANS 測定より lowQ 範囲の測定が可能な USANS 測定を実施した。

SANS 測定結果およびフィッティング結果を図 1 に示す。通常のコアシェル構造のフィッティングでは、シェル部分の散乱長が異常な値をとっていたため、シェル層に水和構造が存在すると考えてフィッティングした結果を図 1 に示す。多少の誤差はあるが、ほぼフィッティングできており、直径 200nm のコアの周りに水和した約 10nm の PEG のシェル層であることが確認され、水和による界面エネルギーの低下がコア-コロナ型ポリマーの乳化機構の一端であることが推察された。この構造の妥当性および乳化のメカニズムの解析のため、現在、中性子小角散乱により得られた構造をもとに分子動力学により解析中である。

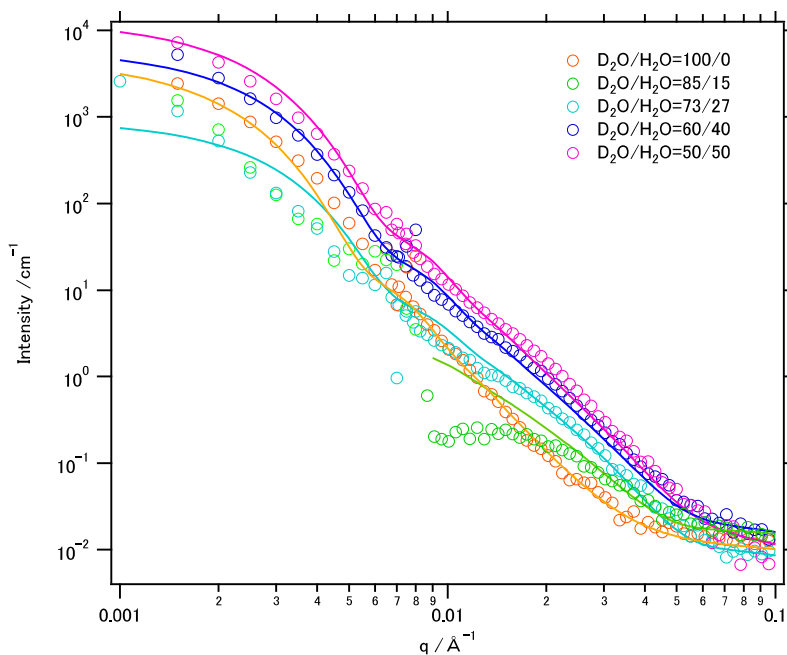


図1 SANS 測定結果