



小角 X 線散乱法を用いた感温性ゲルの架橋構造解析

遠藤 崇正, 伊藤 桂介, 曾根 宏
宮城県産業技術総合センター

キーワード：PNIPAM ゲル, 小角 X 線散乱 (SAXS)

1. 背景と研究目的

食べ物やおむつといった衛生用品等、ゲル材料は我々の生活において身の回りに多く存在している。その中で、ポリ (N-イソプロピルアクリルアミド) ゲル (PNIPAm ゲル) に代表されるような、熱刺激に応答して相転移現象を起こすものは感温性ゲルとして知られている^[1, 2]。このような性質を持つ PNIPAm ゲルはドラッグデリバリーシステム (DDS) への応用等が期待されており、関連研究が盛んに行われている^[1, 2]。アプリケーションを考える上では、適切な機能を発現・制御 (例えば、狙ったところに成分を送り放出する) するために上記のような感温性ゲルの架橋構造変化を調べ、その現象を理解することは非常に重要な意義をもつ。本実験では上記のような感温性ゲルにおける架橋構造の温度依存性を小角 X 線散乱 (SAXS) 測定により調べることを目的とする。

2. 実験内容

SAXS 測定はいちシンクロトロン光センターのビームライン BL8S3 の小角散乱測定光学系にて実施した。測定試料は 5 種類の架橋剤濃度の異なる PNIPAm ゲルとした。ゲル試料はカプトンフィルムを用いた溶液セルに封入した。SAXS 測定におけるカメラ長は約 6 m、X 線のエネルギーは 8.3 keV (1.5 Å)、検出器は PILATUS-100 K、試料の温調に冷却加熱ステージ (リンカム) を用いた。実験は 24°C から 50°C までの各設定温度まで試料を温調した後、3 分ホールドしてスポット測定した。なお、露光時間は 120 秒とした。またリンカムによる温調 0.3°C/min、露光時間 15 秒、インターバル 1 秒として 24°C から 50°C までの加熱過程における連続測定も別途実施した。

3. 結果および考察

Fig.1 に 24~36°C の各温度域で測定した SAXS プロファイルの変化を示す。測定の結果、温度上昇に伴い、低 q 領域 ($q < 0.2$) において散乱強度の増大が観測された。この低 q 領域の散乱強度の増大は PNIPAm ゲルの体積相転移が起こるとされている 33°C 以上の SAXS プロファイルにおいて特に顕著であった。今後詳細な解析を行い、観測されたプロファイル変化と架橋構造変化についての考察を行う。また、架橋剤濃度を変えた測定試料の散乱プロファイルについても詳細な解析を行い、温度変化及び架橋剤濃度変化に伴うゲルの 3 次元網目構造を調べることを予定している。

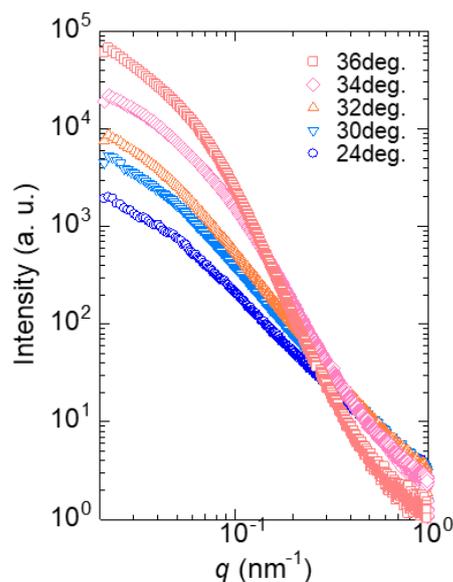


Fig.1 各温度における PNIPAm ゲルの SAXS プロファイル

4. 参考文献

1. Hirokawa T and Tanaka T, *J. Chem. Phys.*, 1984, **81**, 6379-80.
2. Shibayama M, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 2006, **79**, 1799-819.