

課題番号 : F-18-KT-0045
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 糖鎖修飾ポリオキサゾリンが結晶化により形成する自己組織化体の XRD による構造解析
 Program Title(English) : XRD study of molecular assemblies from oligosaccharide-block-poly(isopropyl oxazoline) based on crystallization-driven assembly
 利用者名(日本語) : 角直紀¹⁾, 西村智貴^{1,2)}
 Username(English) : N. Sumi¹⁾, T. Nishimura^{1,2)}
 所属名(日本語) : 1) 京都大学院工学研究科, 2) JST-ERATO 秋吉バイオナトランスポータープロジェクト
 Affiliation(English) : 1) Graduate School of Eng., Kyoto University, 2) JST-ERATO Akiyoshi Bio-nanotransporter Project
 キーワード/Keyword : 自己組織化、結晶性、ヒドロゲル、形状・形態観察

1. 概要(Summary)

申請者らは、オリゴ糖と poly(2-isopropyle oxiazoline)(PIPOX)からなるブロック型ポリマーを新たに合成し、水溶液中で自己組織化させたところ、ファイバー状の集合体を形成する事を見いだした。さらに、ポリマーの濃度を高める事で水溶液はヒドロゲルを形成する事も明らかにしている。SEMやTEMの観察では、100 nm程度のファイバーが複数に集まりバンドル化することで、水溶液中でネットワークを形成し、ゲル化している。また、疎水性ブロックとして用いた PIPOX は、結晶性の高分子であり、水溶液中で結晶化し自己組織化しているものと考えられる。しかし、TEM などの形態観察では、実際に結晶化しているのか、どの程度の時間で結晶化し始めるのか等を行った情報は得られない。そこで、本研究では、ナノハブ拠点の XRD 装置を用いて、粉末広角 X 線回折測定により、これらの情報を得る事を目的とする。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

X 線回折装置(全自動水平型多目的 X 線回折装置 SmartLab)

【実験方法】

糖鎖修飾オキサゾリンポリマーは、Peracetylmaltopentaosyl bromideをAgOTf存在下でカウンターイオン交換を行い開始剤とし、次いで isopropyl oxazoline を添加し、70°Cで44時間攪拌した後、Acetyl 基を脱保護することで合成した。得られたオキサゾリンの数平均重合度は、70前後であることがNMRの

測定からわかった。比較として、糖鎖の修飾されていない poly(isopropyl oxazoline)も Methyl triflate を開始剤として合成した。

得られたポリマーは、1 wt%となるように超純水に溶かし、70°Cで48時間静置することで、ポリマー溶液を作成した。さらに、得られた溶液を凍結乾燥し、ポリマーの粉末を得た。

得られた粉末をナノハブ拠点の XRD 装置を用いて、広角 X 線回折測定を行いポリマーの結晶性、及びその結晶化度の算出を行った。測定条件は、以下に示す。

Wavelength : 1.54Å, Power=45 kV and 200 mA, filter=Cu K-beta filter, detector=scintillation counter, scan speed=1.0°/min, and resolution=0.02°.

3. 結果と考察(Results and Discussion)

得られた広角 X 線回折パターンを Fig. 1 に示す。

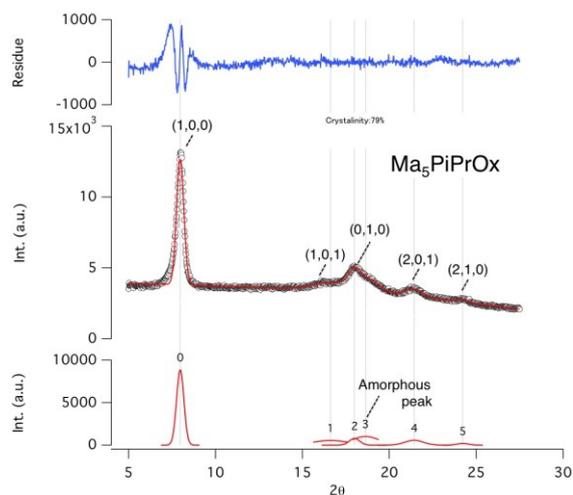


Fig. 1 XRD pattern of molecular assembly from maltopentaose-block-poly(isopropyl oxazoline).

Fig.1 より、広い角度領域に渡って回折由来のピークが観察されることから、結晶性の自己組織化体であることが判明した。結晶性ピークと非晶質ピークの割合から、自己組織化体の見かけの結晶化度は、約79%であることも明らかとなった。これらのことから、糖鎖修飾ポリイソプロピルオキサゾリンは、結晶化を駆動力としてファイバーを形成し、そのファイバーがバンドル化することでヒドロゲルを形成したと考えられる。

4. その他・特記事項 (Others)

該当なし。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許 (Patent)

該当なし。