

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2016AM0018 実験課題名(Title of experiment) 角層内の深さ方向における水分量分布測定検討 実験責任者名(Name of principal investigator) 岡 隆史 所属(Affiliation) ㈱資生堂 基盤研究センター 化粧品基礎研究グループ	装置責任者(Name of responsible person) 能田洋平、小泉 智 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 実施日(Date of Experiment) 2016年12月9日

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)

皮膚の最外層に位置する角層は、わずか $20\mu\text{m}$ 程度の厚みしか有していないにも関わらず、体内からの水分蒸散防止や体外からの異物侵入に対するバリア機能において重要な役割を果たしている。皮膚を健全に保つためには角層を十分に保水し、その保水された状態を長時間維持することが重要であるが、十分にうるおった肌状態における角層内の水分分布や、各種基剤を角層に水を適用した場合の水の結合状態など、皮膚保湿にとって角層内における水分量分布や水の結合状態が重要でありながら、これまでに十分な状態解析が成されていなかった。本課題では、iMATERI の小角散乱機能として新たに開発された斜入射小角散乱 (GI-SANS) および反射率測定系により、角層内の深さ方向の違いにおける水分量分布 (或は水の結合状態) について測定解析可能か見極めることを目的とした。

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

トリプシンにより剥離した角層 (5×5cm 角)、及び重水を用いた。

2.2 実験方法(Experimental procedure)

乾燥角層をシリコンウエハー間に挟み固定した (図 1)。一方、湿潤角層については、上記角層上部に重水 2mL を浸み込ませた 5cm 角コットンで 10 分間被覆適用した後、同様にシリコンウエハー間に挟み固定した。両角層サンプルについて、GI-SANS 法により、中性子線の角層への照射角度を変化させた時に生じる焦点深度の差を利用して、角層の深さ方向における反射パターンの差を検討した。

出力：150kW

測定モード：DF

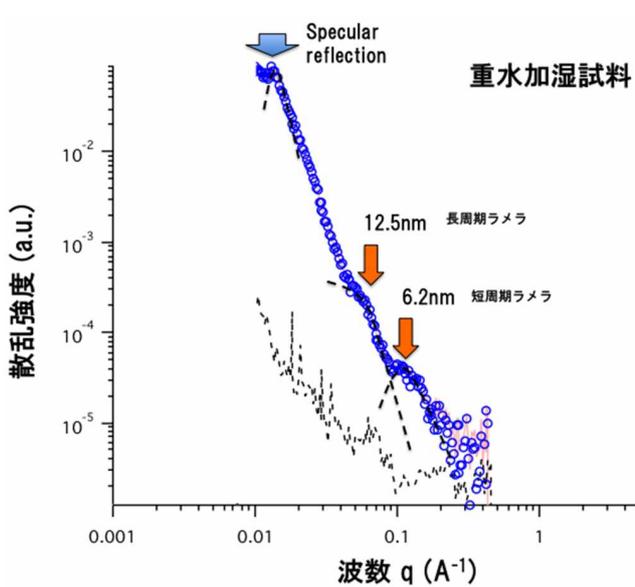
測定時間：2 時間/サンプル



(図 1. シリコンウエハー)

3. 実験結果及び考察（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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.



(図2. 角度 0.5° で照射した湿潤角層の散乱プロファイル)

図2に照射角度 0.5° で中性子線を照射した湿潤角層の反射側の散乱プロファイルを示す(図の青線、横軸の単位は $q/\text{\AA}^{-1}$ 、縦軸は散乱強度を示す)。 $q=0.05, 0.1 \text{\AA}^{-1}$ 付近、即ちそれぞれ $12.5, 6.2 \text{nm}$ に相当する実空間位置で、乾燥角層に比較してピークの明瞭化が見られた。これらは、角層細胞間脂質のラメラ構造内における 13nm の長周期構造、及び 6nm の短周期構造に由来すると考えられ、それらの構造中に重水が含まれることが示唆されるデータが得られた。この結果は、角層を粉末状に採取し、ランダムな配向のもとでの中性子小角散乱の測定結果 (SANS-J-II 27 上期課題報告書) とも一致した。この結果から、僅か十数

μm 厚の薄膜角層 1 枚について、組織が一定方向に配列した測定試料とした場合においても、

今回の測定手法を用いることで明確な散乱プロファイルが得られるという、極めて重要な知見を得ることができた。

しかしながら、シリコン基板 (角層) に対して、反射方向と透過方向との間の散乱プロファイルに差は見られなかったことから、今回の試料調製の条件では角層の深さ方向における重水適用の影響を検出することは出来なかった。この理由として、湿潤条件が過剰であるため、角層膜の深さ方向における重水分布が均一化されてしまい差が見られなかった可能性が考えられる。この問題点を次回測定条件の課題の一つと捉え、今後、乾燥角層に対して重水を適切に適用できる条件における測定で検証したいと考えている。また、角層表面の情報のみをうまく抽出できるように、中性子線が角層内部に侵入しないよう遮蔽カバーを設けるなど実験装置の改良等を検討中である。

また、シリコン基板 (角層) の法線方向から中性子線を入射させ透過散乱 (いわゆる小角散乱) の測定を行ったが、試料の厚みが足りないため、十分な散乱プロファイルを得ることが出来ず、斜入射法の有効性を確認することが出来た。

4. 結論(Conclusions)

本実験課題において、十数 μm 厚程度の薄膜ではあるが、組織が一定方向に配列した角層 1 枚を測定試料とした場合においても、今回の測定手法を用いることで明確な散乱プロファイルが得られることが分かった。しかしながら、本来の課題であった、角層の深さ方向に対する水分量分布について明確な知見が得られなかったことから、更なる実験条件の改良が必要と考えられた。

今後は反射測定を中心に、乾燥角層に対して調湿条件のコントロールを行ったうえで、深さ方向における散乱プロファイルの違いについて検討したいと考え測定を継続することを計画している。

以下は、MLFで内部資料として使用します。(日本語で記載)

The following sheet is for internal use only. Please describe in Japanese.

○実験成果の効果(学術的価値、産業応用上の意義、社会的意義、教育的意義等)を記述下さい。

Please describe merits of the experiment (scientific merits, industrial application merits, social merits, educational merits, etc.).

皮膚の保湿について重要な役割を果たしている角層について、剥離した1枚膜の状態、中性子線を極めて浅い角度で照射を行い反射側の散乱プロファイルを解析することで、角層細胞間脂質のラメラ構造の繰り返し単位構造中に重水が含まれることが分かった。

○論文等による成果発表の予定(Publication of results)

a) 発表形式 ^(*1) Publication style ^(*1)	b) 発表先(誌名、講演先) ^(*2) Publication/Meeting information ^(*2) (Name of journal/book or meeting)	c) 投稿/発表時期 ^(*3) Date of paper submission or presentation ^(*3)
未定		

【記入要領】(Instructions)

(*1) 原著論文、総説、プロシーディングス、単行本、特許、招待講演(国際会議)、その他口頭発表等、具体的な発表方法を示して下さい。

Please describe planned publication and/or presentation style; *ex.* refereed journal, review article, conference proceedings, book, patent, invited talk, oral presentation *etc.*

(*2) 成果を発表する誌名、講演先を示して下さい。

Please describe the name of journal or book you are planning to submit, or name of meeting you will make a presentation.

(*3) およその発表予定時期を示して下さい。(3月以内、6月以内、1年以内、2年以内、2年以上先、等)

Please describe the estimated date of paper submission or presentation; *ex.* within 3 months, within 6 months, within 1 year, within 2 years, beyond 2 years, *etc.*

○成果になる予定が立たない場合の理由と今後の計画を記述してください。

In case you can not publish your results, please describe reasons and future plan.

(例:「論文になる十分な結果が得られなかった」、「複数回の実験が必要で次回の課題終了後に発表予定」、等)
本実験課題である、角層の深さ方向における水分分布に関する新たな明確な知見、が得られていないため、実験条件(調湿、装置改良等)を精査したうえで更なる測定検討が必要と考えている。