

## ポロキサマーのゲル特性を決定するための回転温度依存測定と振動温度依存測定の比較

### 著者

T. Agnese, T. Cech, M. G. Herting, BASF SE, Ludwigshafen, Germany

F. Brandenstein, F. Soergel, Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Germany

### キーワード

ゾル/ゲル転移、ゲル化点、ゲル強度

### はじめに

可溶化剤の製薬用途では、ゲル化点が非常に重要です。ゲル化点とゲル強度のレオロジー測定は、回転測定または振動測定で行えます。本研究の目的は、これら2つのアプローチが同じレオロジー結果をもたらすかどうかを検証することです。

### 実験方法

#### 材料

この調査では、BASF SE社のポロキサマー407 (Lutrol™ F127) および188 (Lutrol™ F68) を使用しました。

#### 配合

それぞれ異なる濃度の溶液 (10、15、20% w/w) のポロキサマー188および407の水溶液を調製しました。一般的な方法に従って、「冷水」調製を行いました (1)。ポロキサマーをマグネチックスターラーを使用して攪拌し、低粘度で均一な分布を確実にするために、溶液を冷蔵条件 (5 °C) で2日間放置しました。

#### 装置

レオロジー測定の実施には、Thermo Scientific™ HAAKE™ レオメーターを使用し、回転測定には共軸二重円筒のダブルギャップ形状のDG43Tiを、振動測定には60 mm平行平板形状のP60Tiを使用しました。

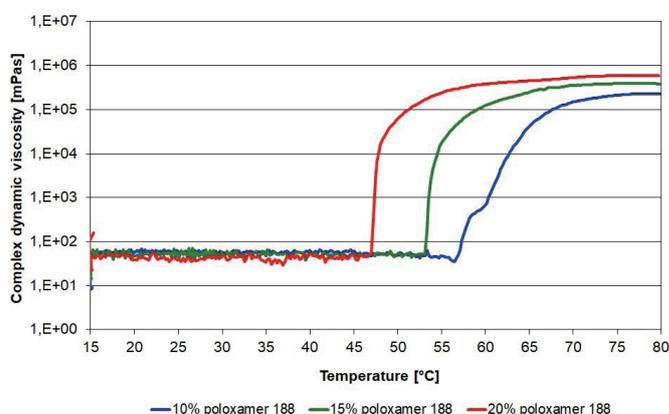


図1. 振動試験で測定されたポロキサマー188の複素粘度 (P60Ti)

### 方法

サンプルをセットした後、各サンプルは15 °Cで平衡に達するまで3分間放置しました。ゲル化点の調査には、温度範囲15~80 °Cを2 K/minの昇温速度で測定しました。

回転ではせん断速度50s<sup>-1</sup>を設定し、振動では、歪1.0%、周波数1.0 Hzの歪制御 (CD) モードを適用しました。

### 結果と考察

#### ポロキサマー188

測定ジオメトリーを使用した回転測定では、せん断粘度を得るために一定のせん断速度が必要です。これは、共軸円筒またはプレート/コーンの測定形状のいずれかを使用して実現できます。

動的測定は、複雑な粘度データを提供し、一般的に平行プレート測定の測定ジオメトリーで実施します。

レオロジーの全体像は振動測定 (図1) により明らかになり、ゲル転移温度は、使用したポロキサマー濃度依存性 (ポリマー含有率20%で47 °C、15%で53 °C、10%で57 °C) の急激なオンセットとして示されます。ポロキサマー濃度が高いほど、ゲル化点は低くなり、最大粘度によって示されるゲル強度は高くなります。

ゲル形成による粘度上昇は、回転の方が振動よりもはるかに小さいため、これらのデータは線形のスケールで示しています (図2)。15~35 °Cでは、ゾルの熱軟化により粘度が低下するため、ゲル形成温度の正確な測定はほぼ不可能です。

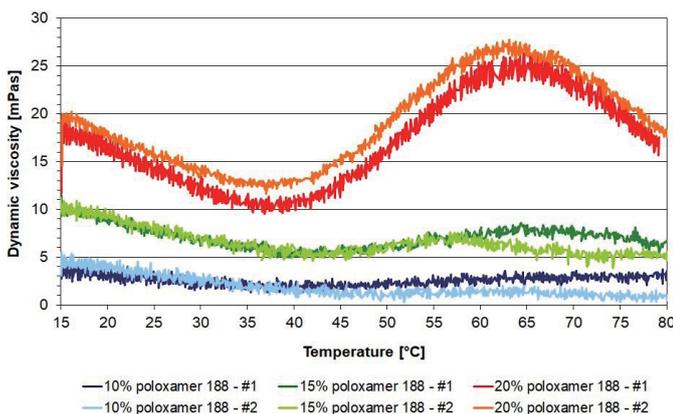


図2. ポロキサマー188の粘度は回転測定 (DG43Ti) で測定

### ポロキサマー407

ポロキサマー188と比較して、ポロキサマー407はより低い温度でゲルを形成しています。ゲル化点の明確な測定は、全ての濃度について振動測定を使用して得られたレオロジー曲線から分かります (図3)。

ポロキサマー407溶液での回転測定では、ゲルの粘度が高すぎることが判明したため、DG43Tiはポリマー含有量が15%および20%の場合には使用しませんでした。したがって、P60Tiジオメトリーを回転測定では使用しました。

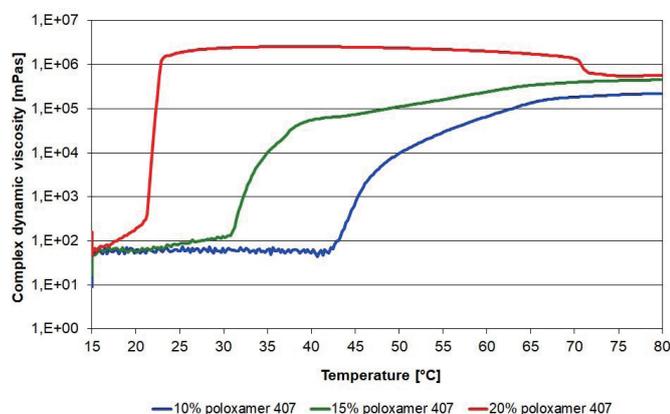


図3. 振動試験で測定されたポロキサマー407の複素粘度

回転測定では、20%濃度のみで明らかな粘度の上昇曲線が発生しました (図4)。ただし、測定されたゲル形成温度は振動試験よりもかなり高い温度でした。回転中、せん断速度の適用により形成ネットワークが部分的に破壊されるため、ゲル形成には安定したゲルネットワークを構築するためにより高い温度が必要になります。このオフセットは昇温速度にも依存します。昇温速度が低いほど、オフセットは小さくなります。

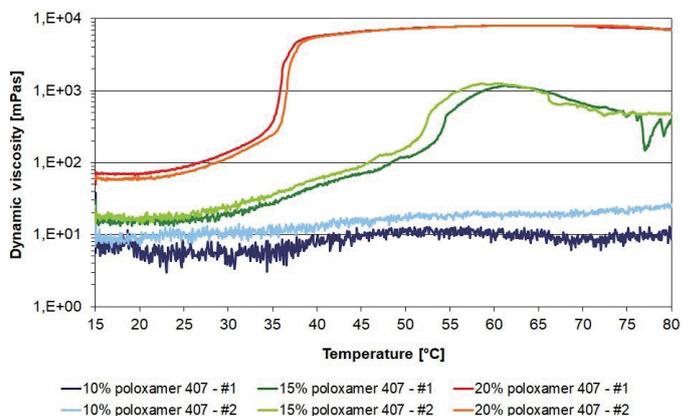


図4. ポロキサマー407の動的粘度を回転試験で測定 (P60Ti)

昇温速度とせん断速度の影響を確認するために、20%ポロキサマー407溶液を使用して、さまざまなせん断速度 (20、50、100、および500 s<sup>-1</sup>) で加熱速度1 K/minの回転試験を行いました。結果を同じ濃度の振動結果と比較しました。この比較を図5に示します。

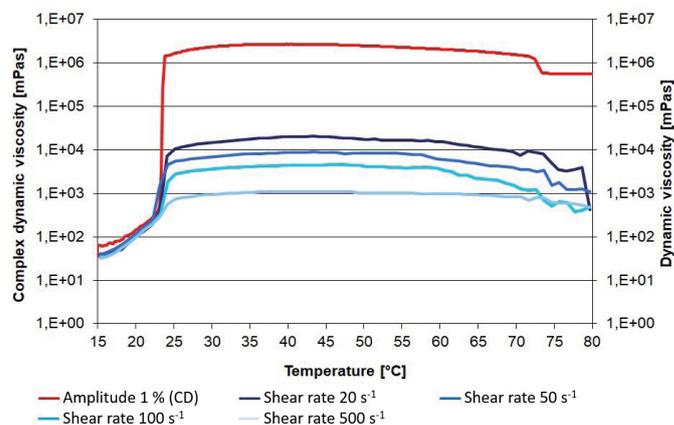


図5. 昇温速度2 K/minのCDモードでの振動試験 (赤) と、異なるせん断速度と昇温速度1 K/minの回転試験 (青) を比較したポロキサマー407 (20%) の複素粘度と動粘度の比較 (P60Ti)

回転測定中、緩やかな昇温速度 (1 K/min) を適用することにより、振動時と同じゲル化点を見つけられました。ただし、最大粘度は、設定したせん断速度に明らかに依存しています。せん断速度が低いほど、最大粘度は高くなります。最大粘度を振動で得られるゲル強度に近づけるには、20 s<sup>-1</sup>よりもさらに低いせん断速度が必要になります。

## まとめ

一般的に、レオロジーの結果は使用した測定方法によって異なります。振動測定ではゲルの形成は妨げられませんが、回転測定では、与えられたせん断速度によって形成中のゲルのネットワークが部分的に破壊されます。

これにより、振動測定時と比較して回転測定時の最大ゲル粘度が低くなります。したがって、振動測定時に見られる結果に近づけるためには、せん断速度を可能な限り低く調整する必要があります。

回転測定時のゲル形成温度は振動測定時よりも高くなりますが、昇温速度が遅い場合、この影響は軽減され、結果は振動測定時の温度と同等になります。

回転測定に提案されたこれら全ての改善策を適用しても、ポロキサマー濃度が高い場合にのみ振動測定と同等の結果が得られます。しかし、測定した全ての濃度のポロキサマーについては、振動測定法を使用すると、詳細なレオロジー特性評価が可能になります (2、3)。

## 参考文献

1. T. Agnese, T. Cech, M.G. Herting, F. Soergel; Influence of preparation method on viscosity of different poloxamers; Thermo Fisher Scientific Application note V249
2. T. Agnese, T. Cech, M.G. Herting, F. Soergel; Determination of sol/gel transition temperature and gel properties of poloxamer blends with oscillatory measurements; Thermo Fisher Scientific Application note V252
3. T. Agnese, T. Cech, M.G. Herting, F. Soergel; Influence of sodium chloride concentration on gel temperature and gel properties of poloxamer blends; Thermo Fisher Scientific Application note V253

詳細はこちらをご覧ください [thermofisher.com/rheometers](https://thermofisher.com/rheometers)

研究用のみ使用できます。診断用には使用いただけません。

©2024 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

Lutrol is a trademark of BASF group.

実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。

価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。

標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://thermofisher.com/jp-tc) **MC084-A2407OB**

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

お問い合わせはこちら [thermofisher.com/contact](https://thermofisher.com/contact)

thermo scientific