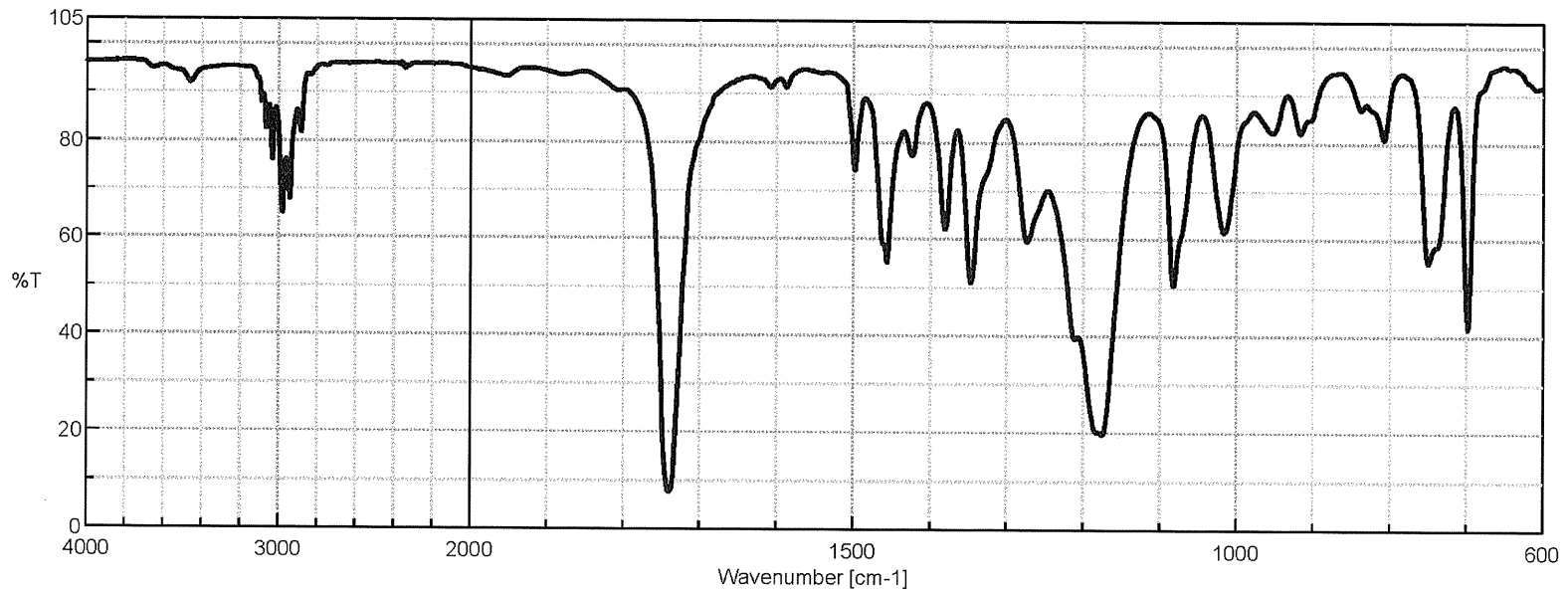


図33. プロピオン酸ベンジル (液膜法)



[コメント情報]

試料名 ベンジル プロピオネートSP
コメント liquid
測定者 Y.Kitamura
所属 会社 KanazawaUniv

[データ情報]

作成日時 2011/08/10 18:16
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

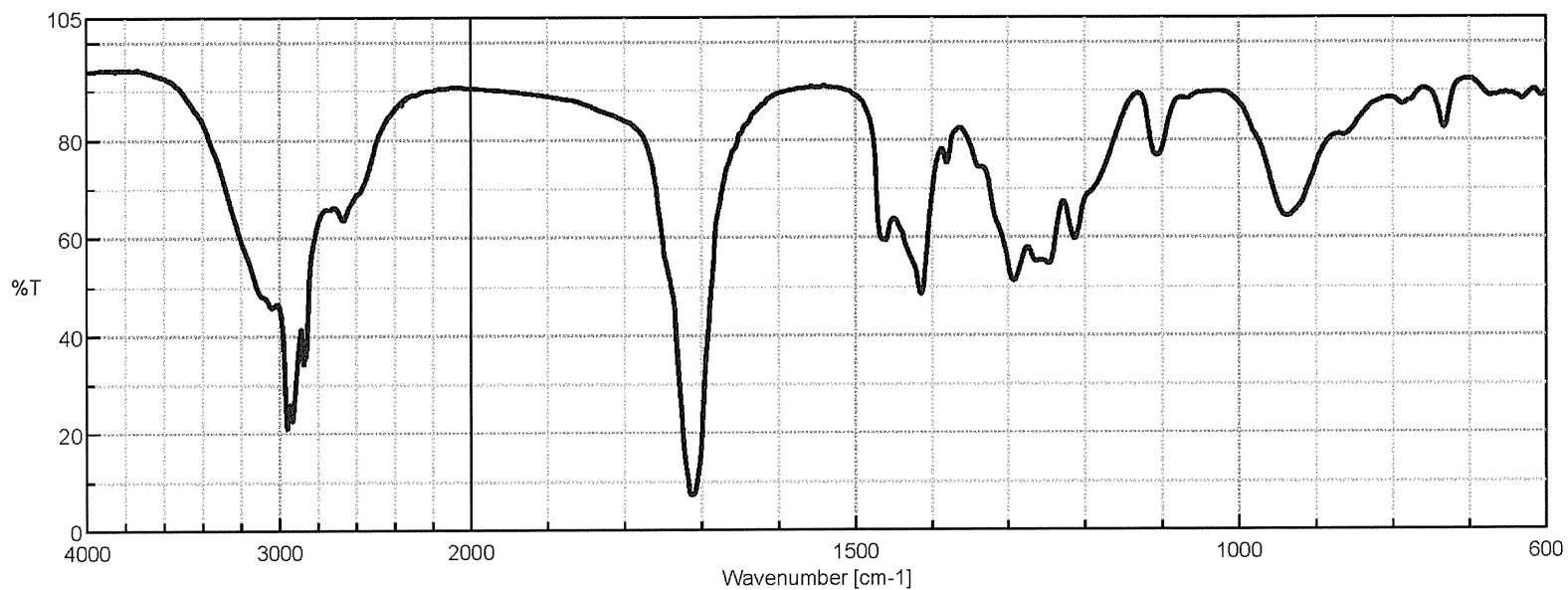
[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/10 18:12

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アボタイゼーション Cosine
ゲイン Auto (1)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_プロピオン酸ベンジル.jws

図34. ヘキサノ酸 (液膜法)



[コメント情報]

試料名 ヘキサノイック アシッド
 コメント liquid
 測定者 Y.Kitamura
 所属会社 KanazawaUniv

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
 シリアル番号 B075461016
 測定日時 2011/08/10 18:23

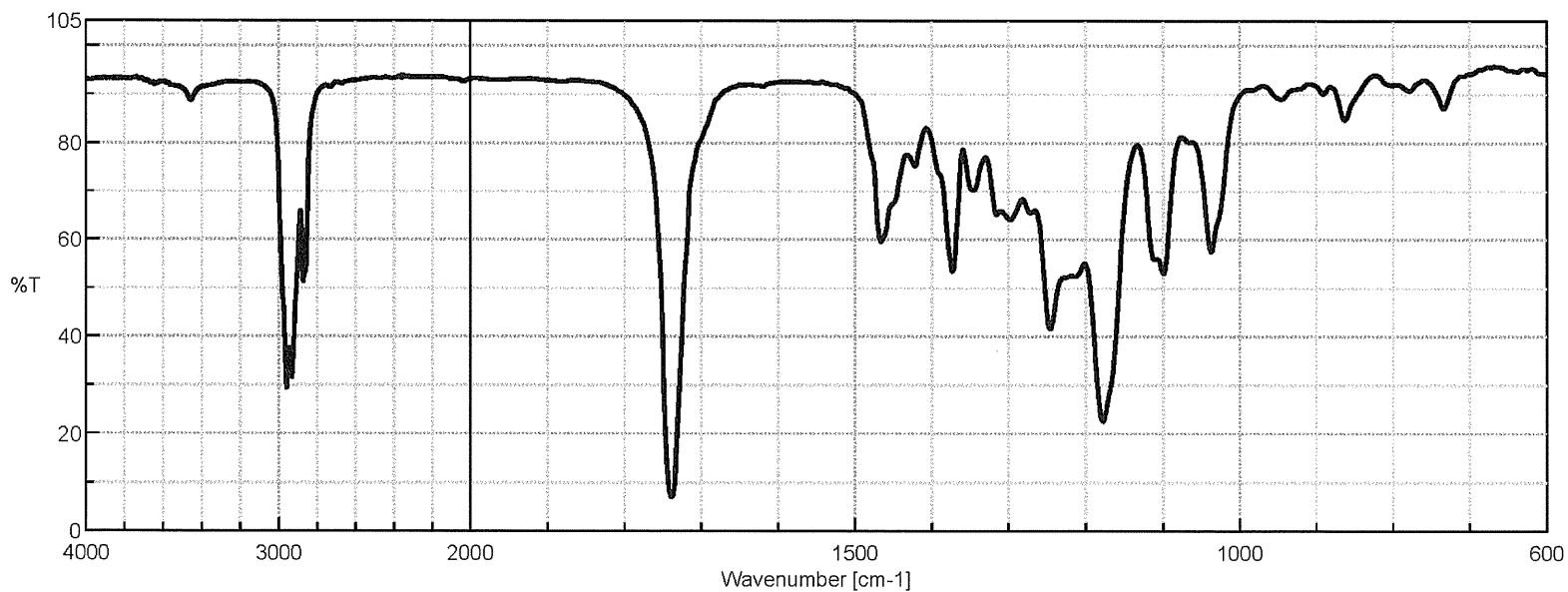
110810_ヘキサノ酸.jws

[データ情報]

作成日時 2011/08/10 18:28
 データタイプ 等間隔データ
 横軸 Wavenumber [cm-1]
 縦軸 %T
 スタート 349.053 cm-1
 エンド 7800.65 cm-1
 データ間隔 0.964233 cm-1
 データ数 7729

光源 標準光源
 検出器 TGS
 積算回数 32
 分解 4 cm-1
 ゼロフィリング On
 アポダイゼーション Cosine
 ゲイン Auto (2)
 アパーチャー Auto (7.1 mm)
 スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
 フィルタ Auto (30000 Hz)

図35. ヘキサン酸エチル (液膜法)



[コメント情報]

試料名 エチル ヘキサノエート
 コメント liquid
 測定者 Y.Kitamura
 所属 KanazawaUniv
 会社

[データ情報]

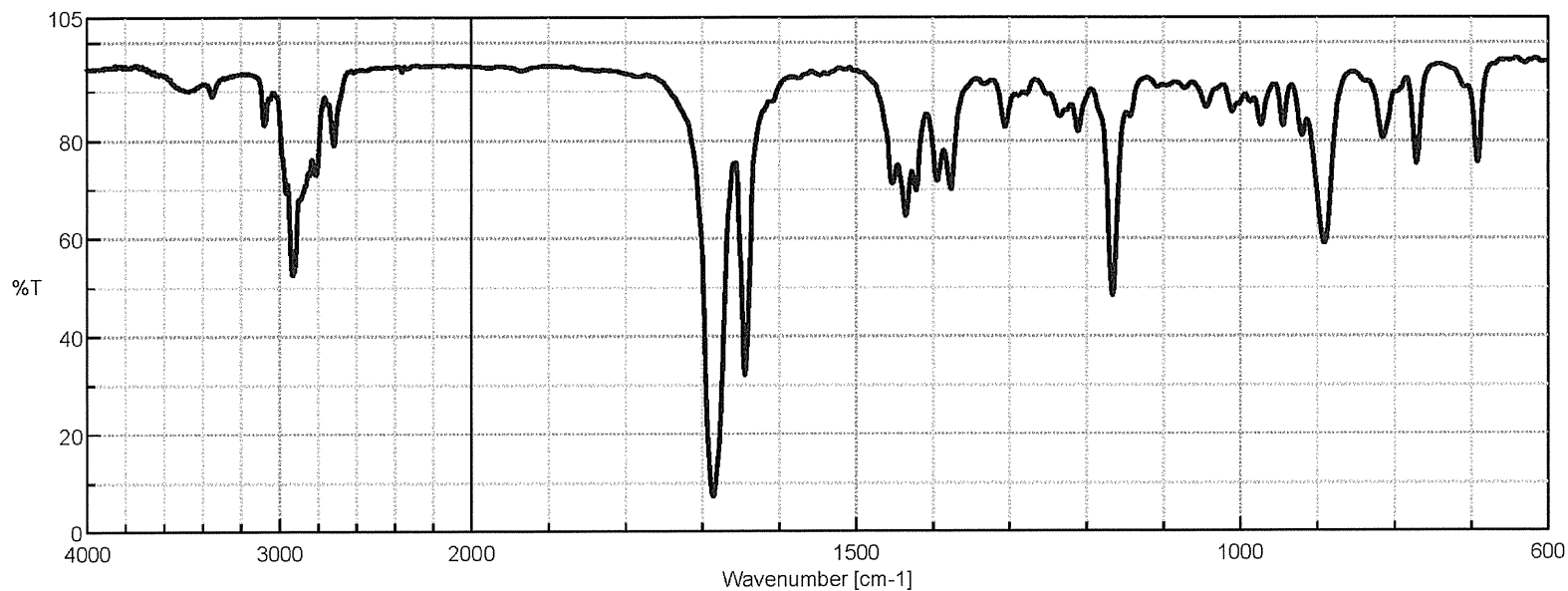
作成日時 2011/08/10 18:39
 データタイプ 等間隔データ
 横軸 Wavenumber [cm-1]
 縦軸 %T
 スタート 349.053 cm-1
 エンド 7800.65 cm-1
 データ間隔 0.964233 cm-1
 データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
 シリアル番号 B075461016
 測定日時 2011/08/10 18:35
 光源 標準光源
 検出器 TGS
 積算回数 32
 分解 4 cm-1
 ゼロフリンギング On
 アポダイゼーション Cosine
 ゲイン Auto (1)
 アパーチャー Auto (7.1 mm)
 スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
 フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_ヘキサン酸エチル.jws

図37. ベンジルアルコール (液膜法)



[コメント情報]
 試料名
 コメント
 測定者
 所属
 会社

l-ペリラルデヒド
 liquid
 Y.Kitamura
 KanazawaUniv

[データ情報]
 作成日時

2011/08/10 18:52

データタイプ
 横軸
 縦軸
 スタート
 エンド
 データ間隔
 データ数

等間隔データ
 Wavenumber [cm-1]
 %T
 349.053 cm-1
 7800.65 cm-1
 0.964233 cm-1
 7729

[測定情報]
 機種名
 シリアル番号

FT/IR-4100typeA
 B075461016

測定日時

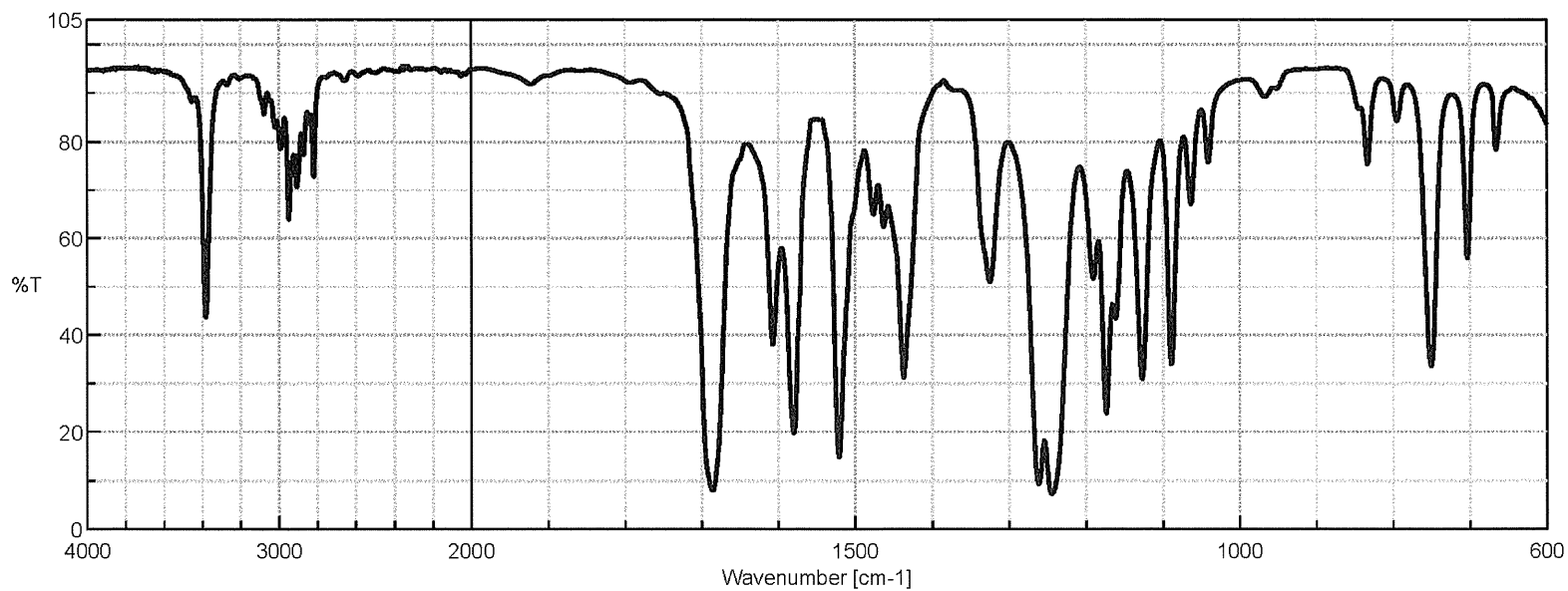
2011/08/10 18:46

光源
 検出器
 積算回数
 分解
 ゼロフィリング
 アポダイゼーション
 ゲイン
 アパーチャ
 スキャンスピード
 フィルタ

標準光源
 TGS
 32
 4 cm-1
 On
 Cosine
 Auto (1)
 Auto (7.1 mm)
 Auto (2 mm/sec)
 Auto (30000 Hz)

110810_l-ペリラルデヒド.jws

図38. N-メチルアントラニル酸メチル (液膜法)



[コメント情報]
試料名 メチル N-メチルアントラニレート
コメント liquid
測定者 Y.Kitamura
所属 KanazawaUniv
会社

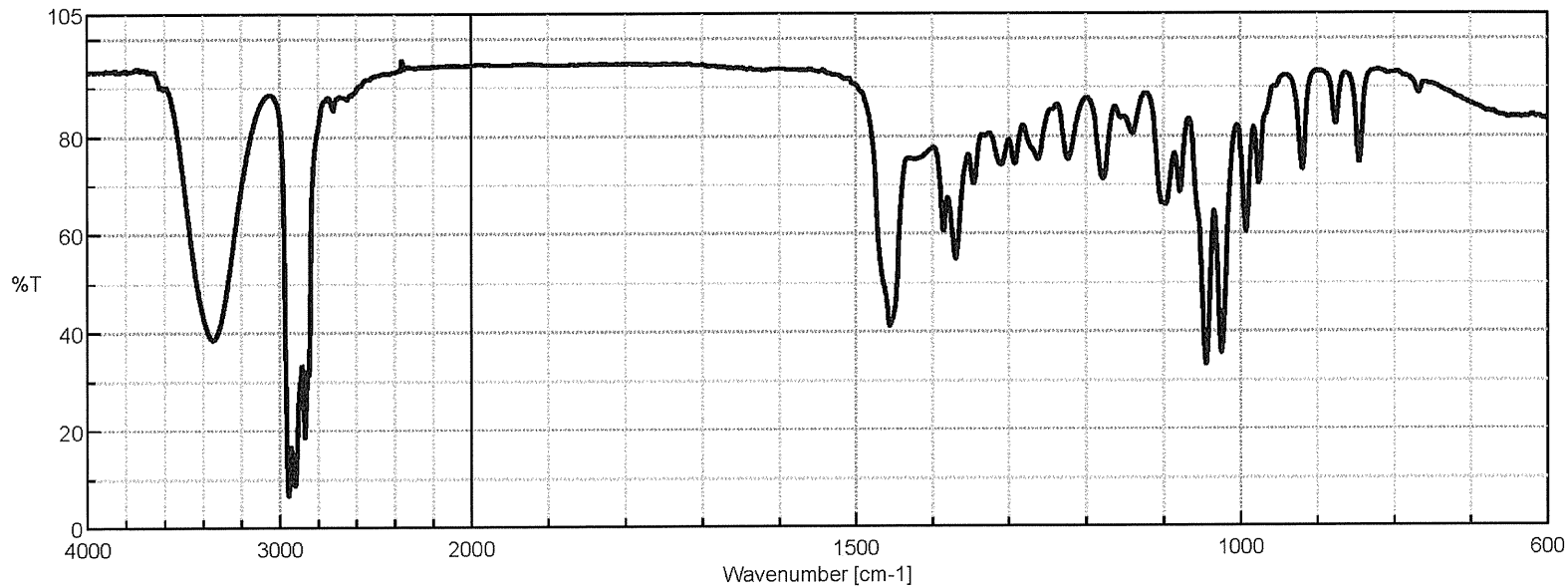
[データ情報]
作成日時 2011/08/10 19:16
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]
機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/10 19:11

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (1)
オーバーチャージ Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_N-メチルアントラニル酸メチル.jws

図39. dl-メントール (液膜法)



[コメント情報]

試料名 dl-メントール
コメント liquid
測定者 Y.Kitamura
所属会社 KanazawaUniv

[データ情報]

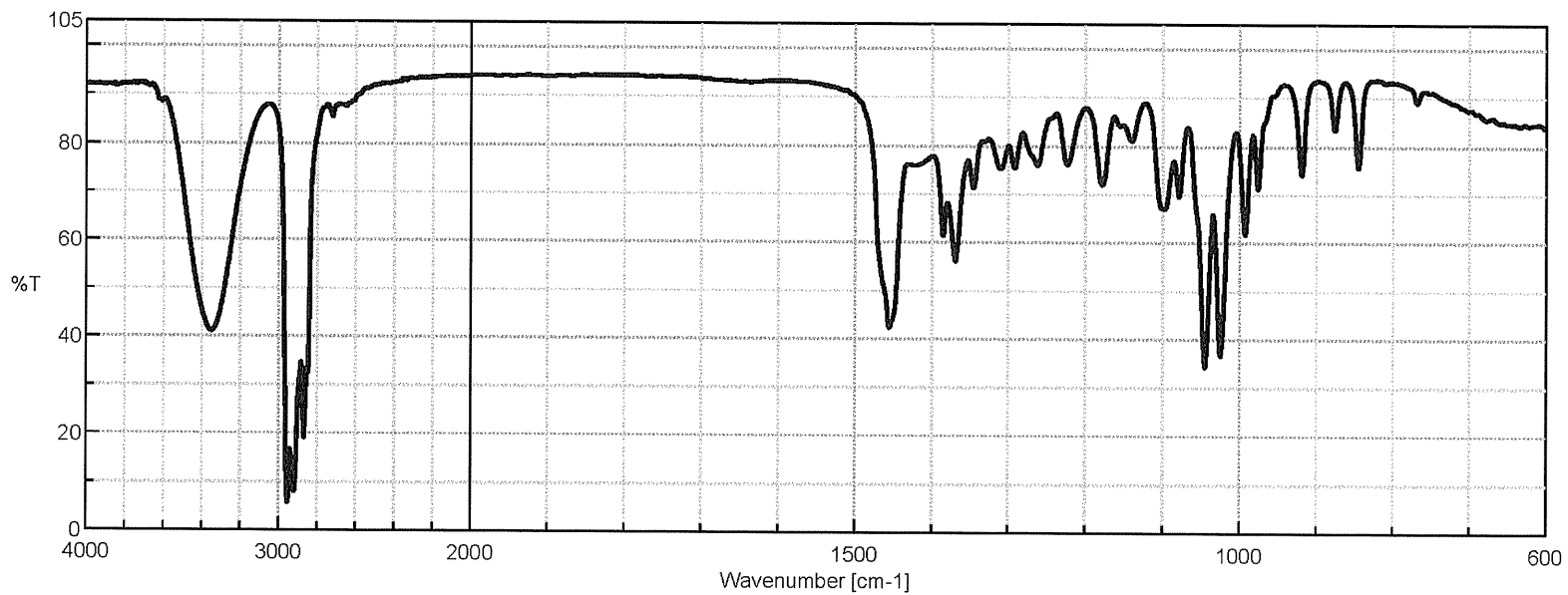
作成日時 2011/08/10 19:46
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/10 19:42
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_dl-メントール.jws

図40. トメントール (液膜法)



[コメント情報]

試料名 トメントール
コメント melt
測定者 Y.Kitamura
所属会社 KanazawaUniv

[データ情報]

作成日時 2011/08/17 20:10
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

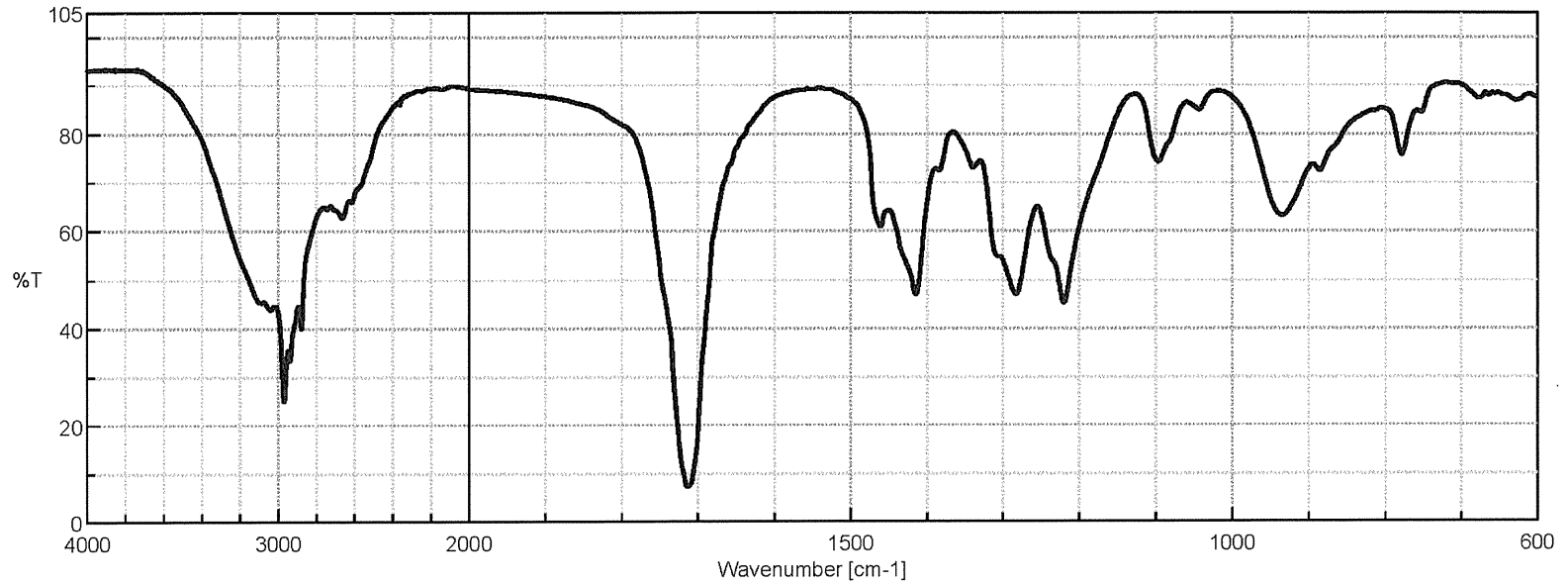
[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/17 20:10

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

110817_トメントール02.jws

図41. 酪酸 (液膜法)



[コメント情報]

試料名 ブチリック アシッド
 コメント liquid
 測定者 Y.Kitamura
 所属会社 KanazawaUniv

[データ情報]

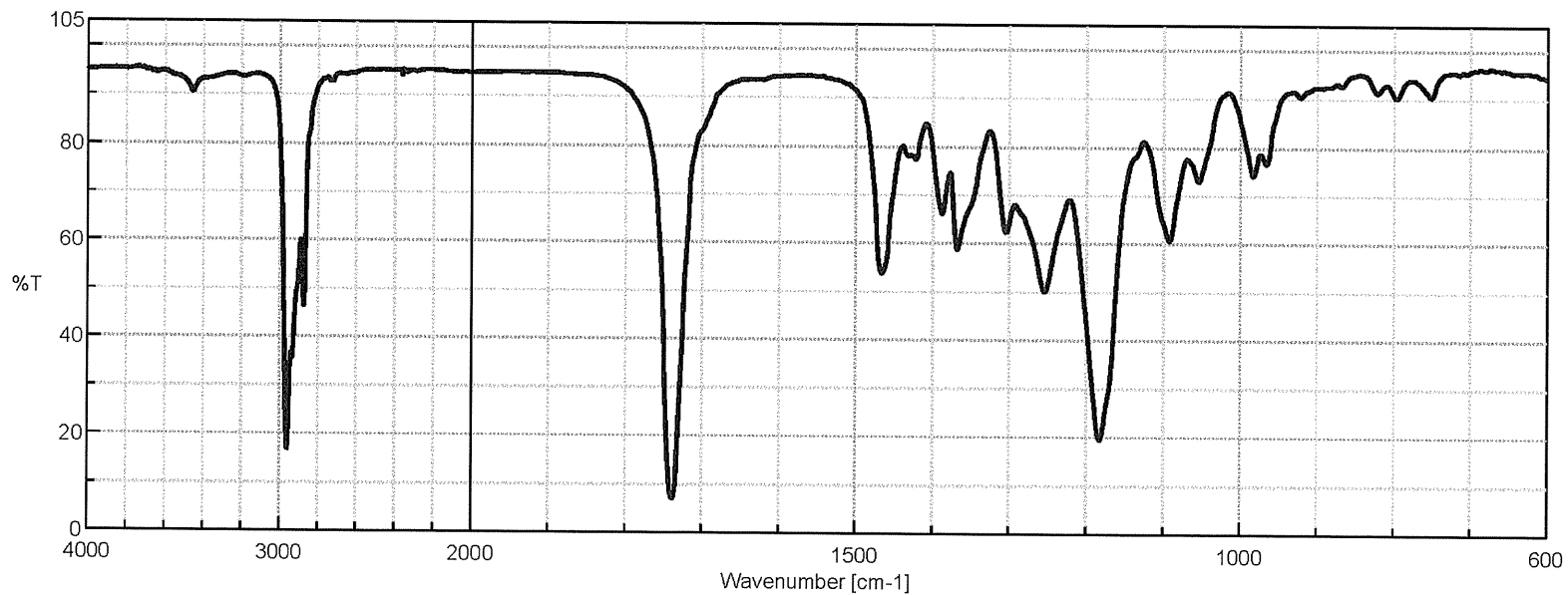
作成日時 2011/08/10 19:57
 データタイプ 等間隔データ
 横軸 Wavenumber [cm-1]
 縦軸 %T
 スタート 349.053 cm-1
 エンド 7800.65 cm-1
 データ間隔 0.964233 cm-1
 データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
 シリアル番号 B075461016
 測定日時 2011/08/10 19:54
 光源 標準光源
 検出器 TGS
 積算回数 32
 分解 4 cm-1
 ゼロフィリング On
 アポダイゼーション Cosine
 ゲイン Auto (2)
 アパーチャー Auto (7.1 mm)
 スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
 フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_酪酸.jws

図42. 酪酸イソアミル (液膜法)



[コメント情報]

試料名 イソアミル ブチレートSP
コメント liquid
測定者 Y.Kitamura
所属 Kanazawa Univ
会社

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/10 20:04

110810_酪酸イソアミル02.jws

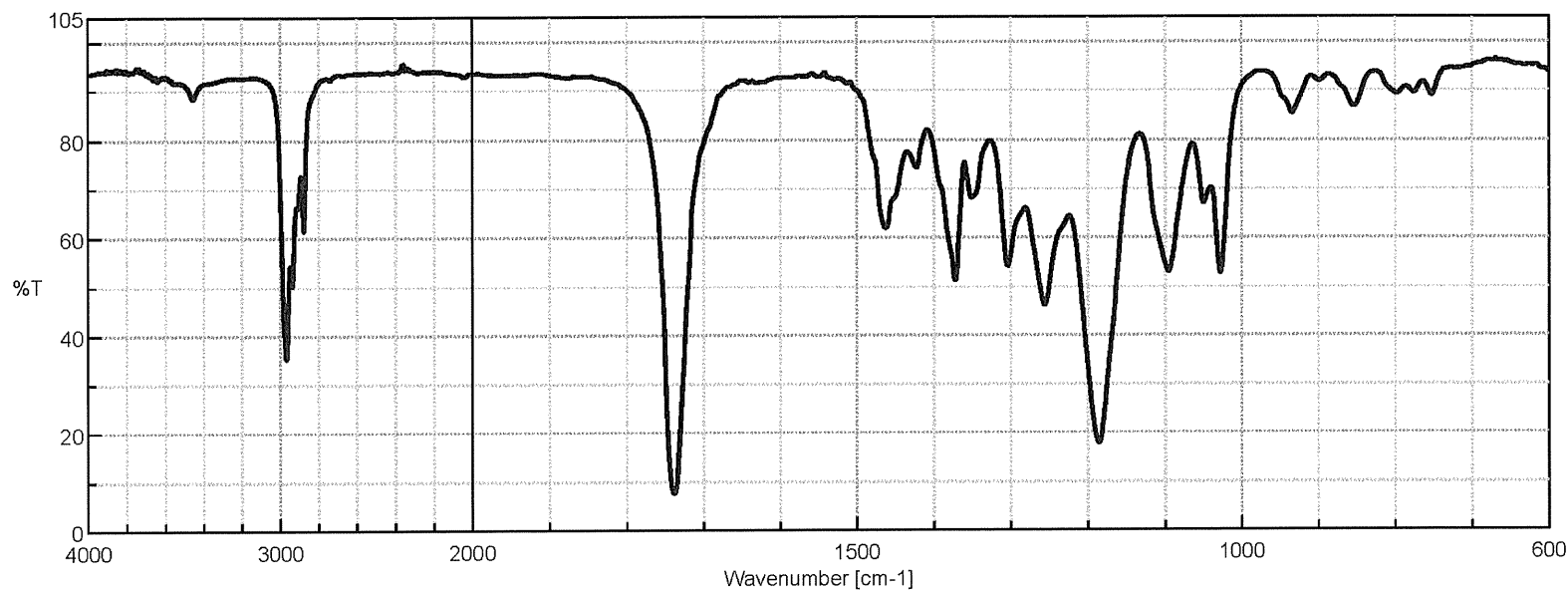
[データ情報]

作成日時 2011/08/10 20:06

データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (1)
アパーチャ Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

図 43. 酪酸エチル (液膜法)



[コメント情報]

試料名 エチル ブチレート
 コメント liquid
 測定者 Y.Kitamura
 所属会社 KanazawaUniv

[データ情報]

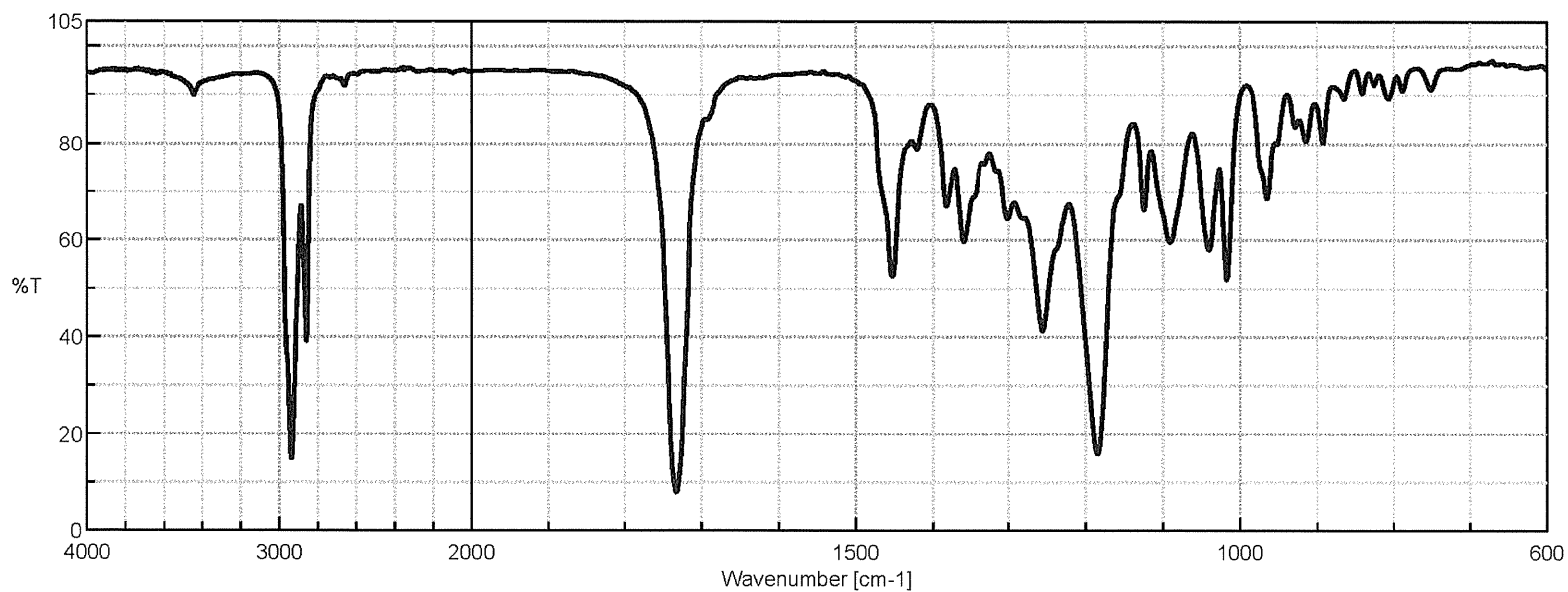
作成日時 2011/08/10 20:28
 データタイプ 等間隔データ
 横軸 Wavenumber [cm-1]
 縦軸 %T
 スタート 349.053 cm-1
 エンド 7800.65 cm-1
 データ間隔 0.964233 cm-1
 データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
 シリアル番号 B075461016
 測定日時 2011/08/10 20:27
 光源 標準光源
 検出器 TGS
 積算回数 32
 分解 4 cm-1
 ゼロフィリング On
 アポダイゼーション Cosine
 ゲイン Auto (1)
 アパーチャー Auto (7.1 mm)
 スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
 フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_酪酸エチル.jws

図44. 酪酸シクロヘキシル (液膜法)



[コメント情報]

試料名 シクロヘキシル ブチレート
コメント liquid
測定者 Y.Kitamura
所属会社 KanazawaUniv

[データ情報]

作成日時 2011/08/10 20:39
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

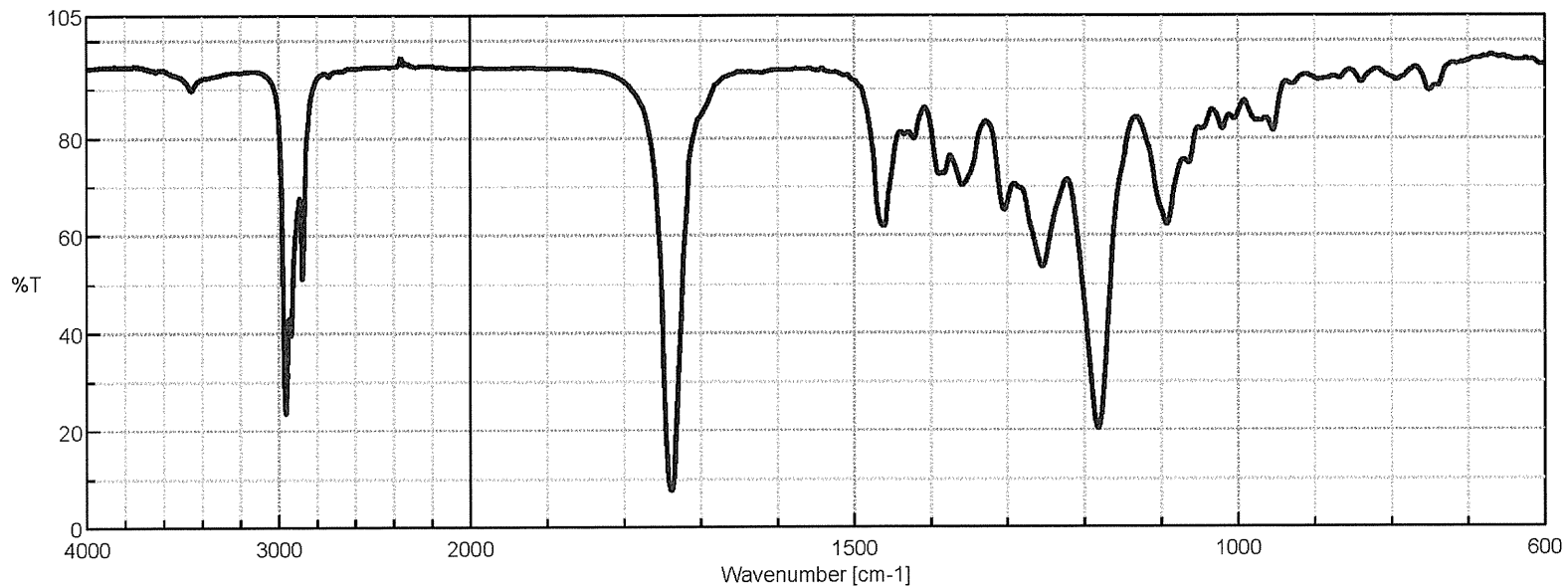
[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/10 20:35

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (1)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_酪酸シクロヘキシル02.jws

図45. 酪酸ブチル (液膜法)



[コメント情報]

試料名 ブチル ブチレート
 コメント liquid
 測定者 Y.Kitamura
 所属会社 KanazawaUniv

[データ情報]

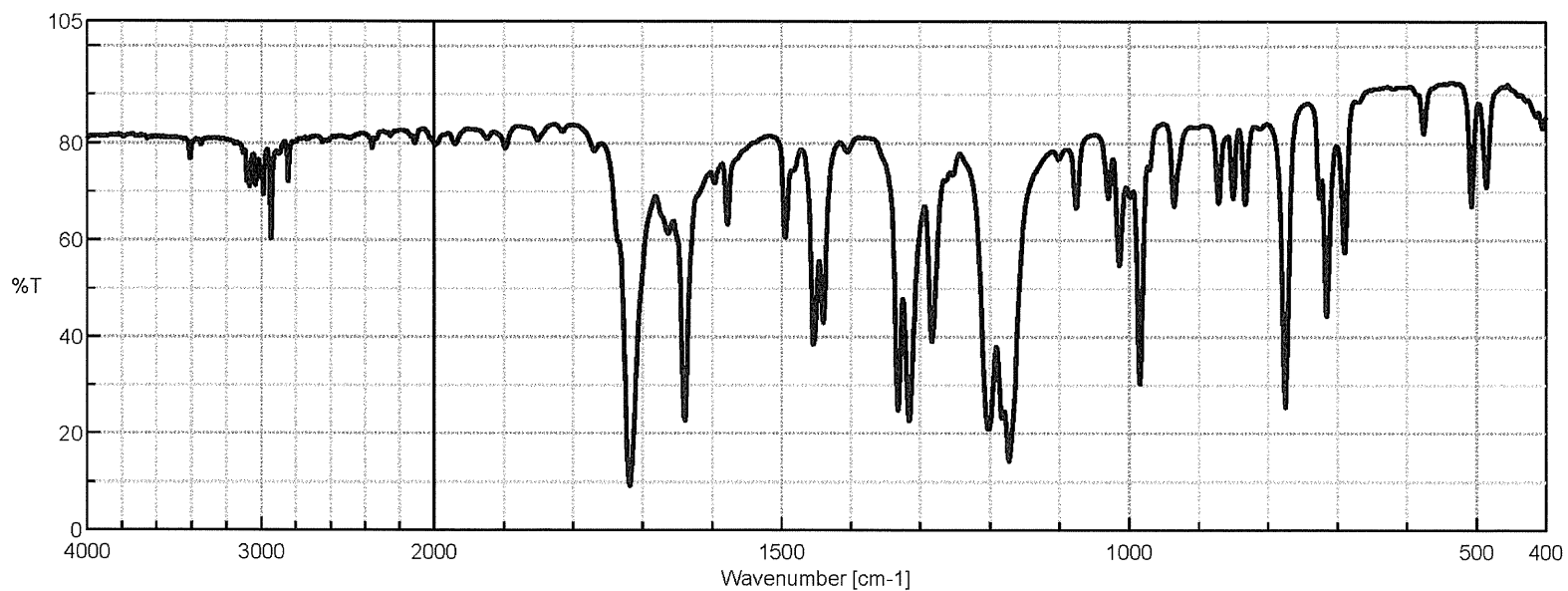
作成日時 2011/08/10 20:56
 データタイプ 等間隔データ
 横軸 Wavenumber [cm-1]
 縦軸 %T
 スタート 349.053 cm-1
 エンド 7800.65 cm-1
 データ間隔 0.964233 cm-1
 データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
 シリアル番号 B075461016
 測定日時 2011/08/10 20:49
 光源 標準光源
 検出器 TGS
 積算回数 32
 分解 4 cm-1
 ゼロフィリング On
 アポダイゼーション Cosine
 ゲイン Auto (1)
 アパーチャ Auto (7.1 mm)
 スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
 フィルタ Auto (30000 Hz)

110810_酪酸ブチル01.jws

図46. ケイ皮酸メチル (薄膜法)



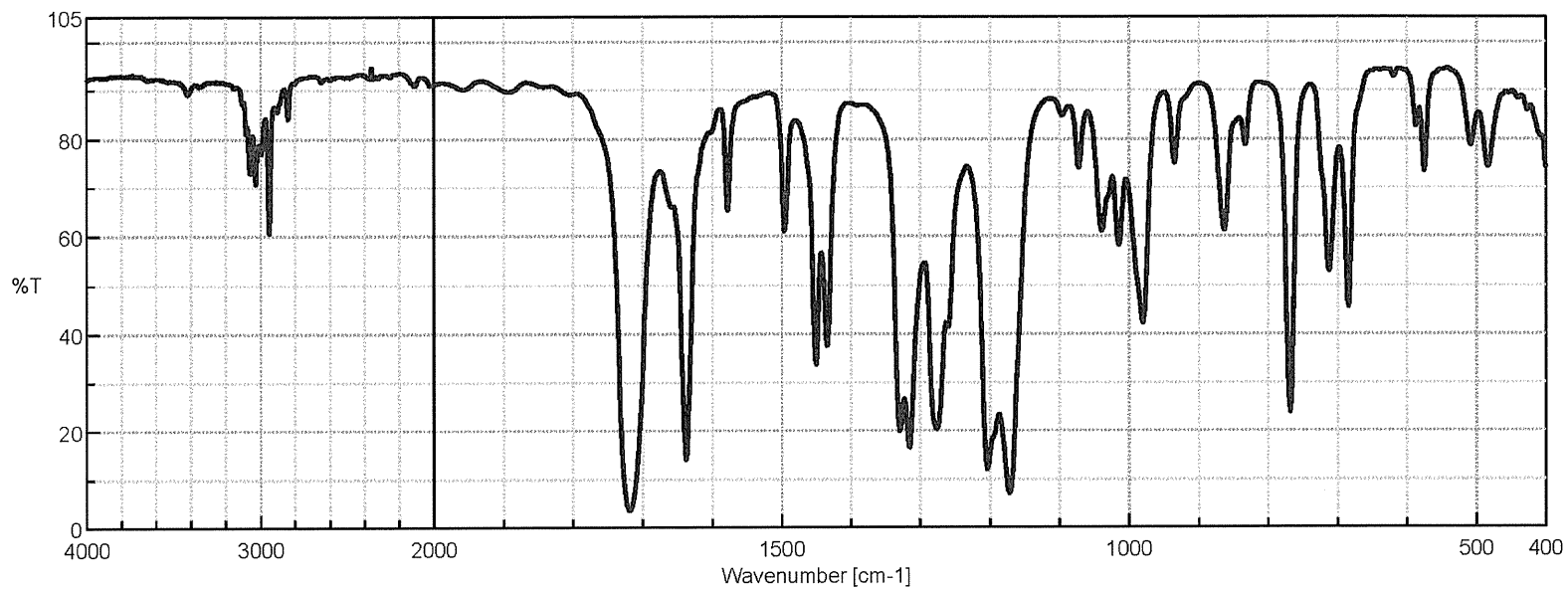
[コメント情報]
試料名 メチル シンナメート
コメント solid
測定者 Y.Kitamura
所属 Kanazawa
会社 Kanazawa

[データ情報]
作成日時 2011/08/18 16:30
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]
機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
測定日時 2011/08/18 16:28
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 32
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

110818_ケイ皮酸メチル02冷却solid.jws

図47. ケイ皮酸メチル23度40分放置 (薄膜法)



[コメント情報]
 試料名
 コメント
 測定者
 所属
 会社

メチル シンナメート
 liquid to solid
 Y.Kitamura
 Kanazawa
 Kanazawa

[データ情報]
 作成日時

2011/08/30 17:28

データタイプ
 横軸
 縦軸
 スタート
 エンド
 データ間隔
 データ数

等間隔データ
 Wavenumber [cm-1]
 %T
 349.053 cm-1
 7800.65 cm-1
 0.964233 cm-1
 7729

[測定情報]
 機種名
 シリアル番号

FT/IR-4100typeA
 B075461016

測定日時

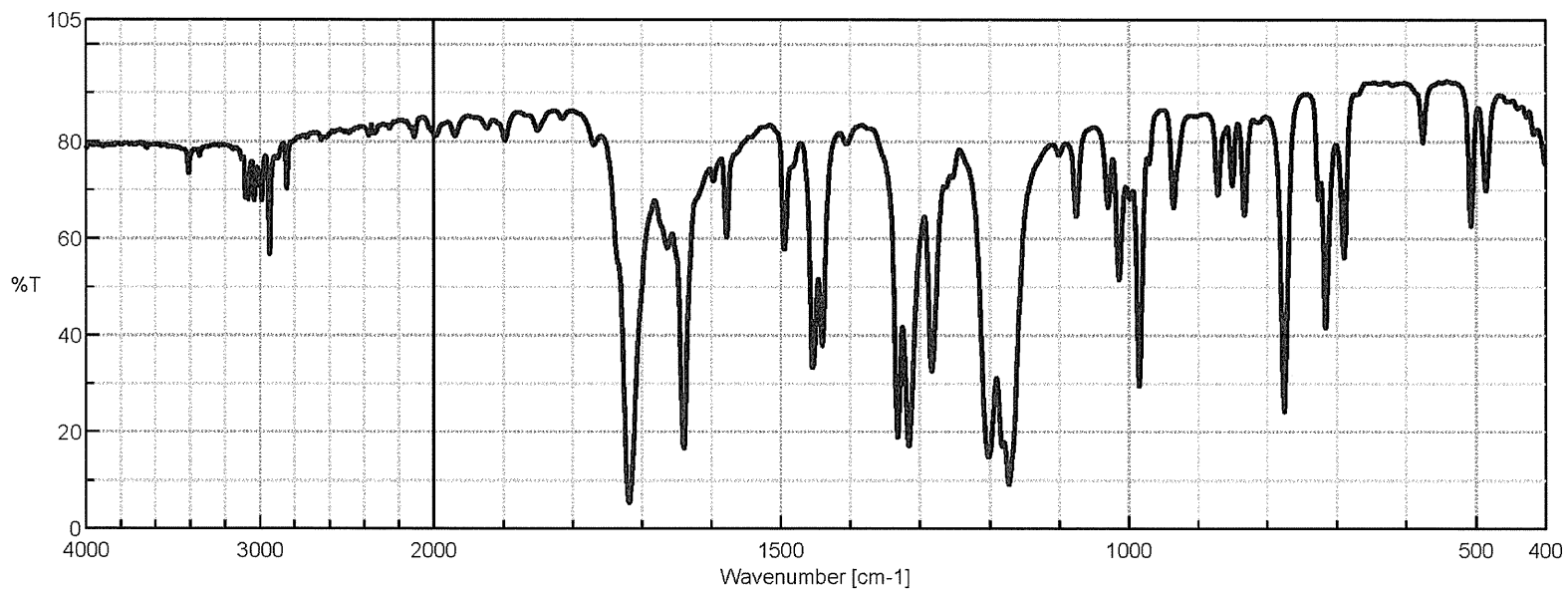
2011/08/30 17:27

光源
 検出器
 積算回数
 分解
 ゼロフィリング
 アボダイゼーション
 ゲイン
 アパーチャー
 スキャンスピード
 フィルタ

標準光源
 TGS
 32
 4 cm-1
 On
 Cosine
 Auto (2)
 Auto (7.1 mm)
 Auto (2 mm/sec)
 Auto (30000 Hz)

110830_ケイ皮酸メチル07_23度40分放置.jws

図48. ケイ皮酸メチル23度60分放置 (薄膜法)



[コメント情報]
 試料名
 コメント
 測定者
 所属
 会社

メチル シンナメート
 solid
 Y.Kitamura
 Kanazawa
 Kanazawa

[データ情報]
 作成日時

2011/08/30 17:49

データタイプ
 横軸
 縦軸
 スタート
 エンド
 データ間隔
 データ数

等間隔データ
 Wavenumber [cm-1]
 %T
 349.053 cm-1
 7800.65 cm-1
 0.964233 cm-1
 7729

[測定情報]
 機種名
 シリアル番号

FT/IR-4100typeA
 B075461016

測定日時

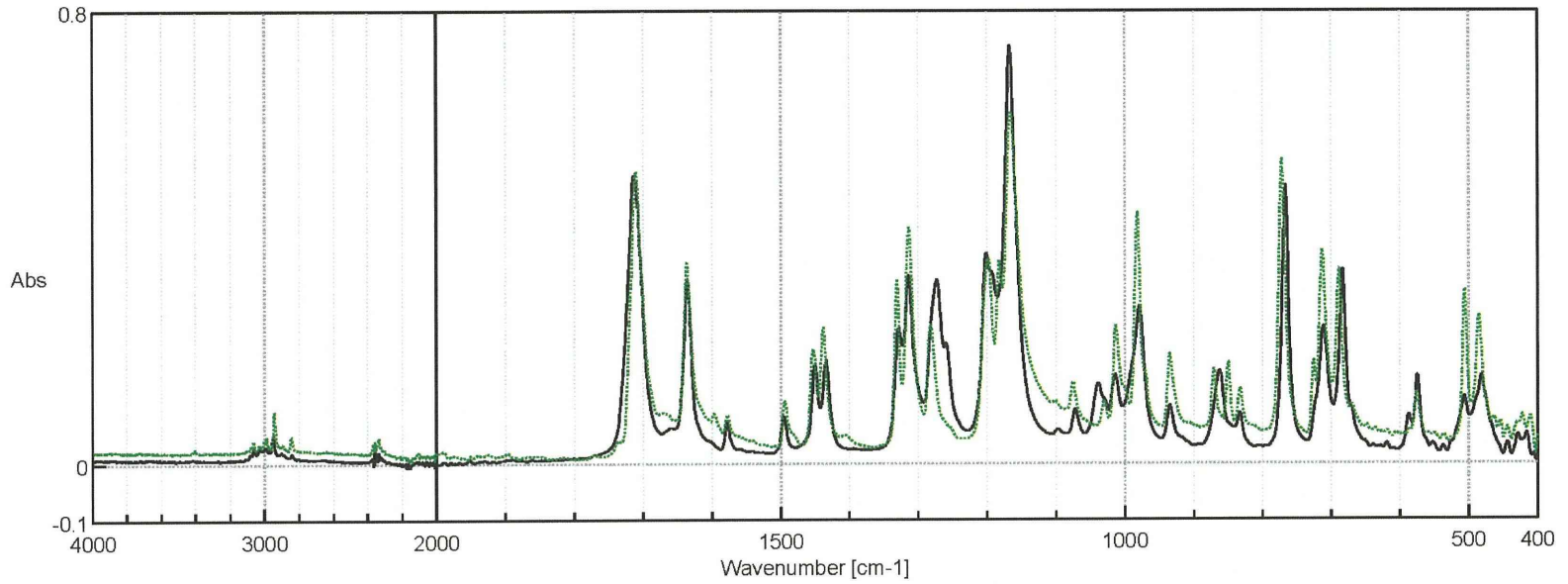
2011/08/30 17:49

光源
 検出器
 積算回数
 分解
 ゼロフィリング
 アポダイゼーション
 ゲイン
 アパーチャー
 スキャンスピード
 フィルタ

標準光源
 TGS
 32
 4 cm-1
 On
 Cosine
 Auto (2)
 Auto (7.1 mm)
 Auto (2 mm/sec)
 Auto (30000 Hz)

110830_ケイ皮酸メチル07.23度60分放置.jws

図49. ケイ皮酸メチルATR法 (液体, 固体重ね合わせ)



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者 Y.Kitamura
所属 Kanazawa Univ.
会社 Kanazawa

[データ情報]

作成日時 2011/12/05 19:49
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 Abs
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016

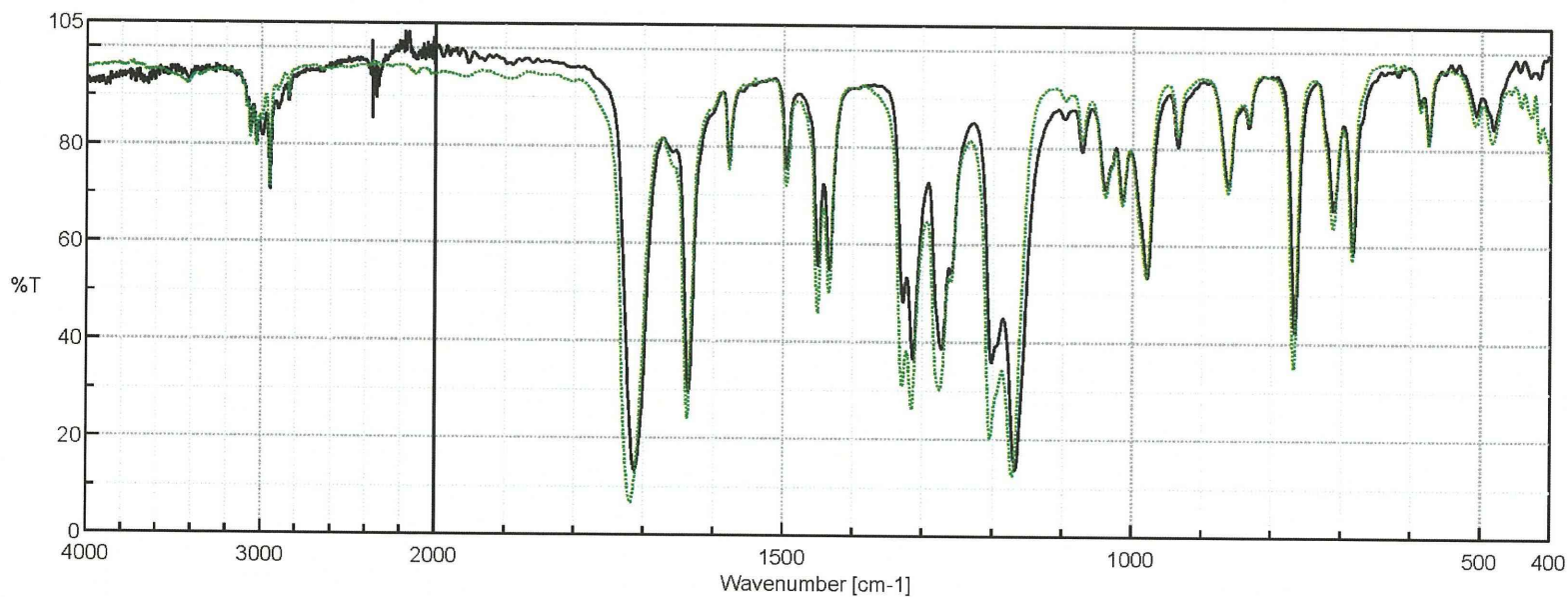
付属品名 ATR PRO450-S
付属品シリアルNo. A062161272
入射角 45度

測定日時 2011/12/04 19:03

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 96
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (16)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

—— 111204_ケイ皮酸メチル液体_ATR01Abs.jws
..... 111204_ケイ皮酸メチル粉末_ATR02_Abs.jws

図50. ケイ皮酸メチル 液体状 (ATR法, 液膜法重ね合わせ)



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者 Y.Kitamura
所属 KanazawaUniv.
会社 Kanazawa

[データ情報]

作成日時 2011/12/05 19:46
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]

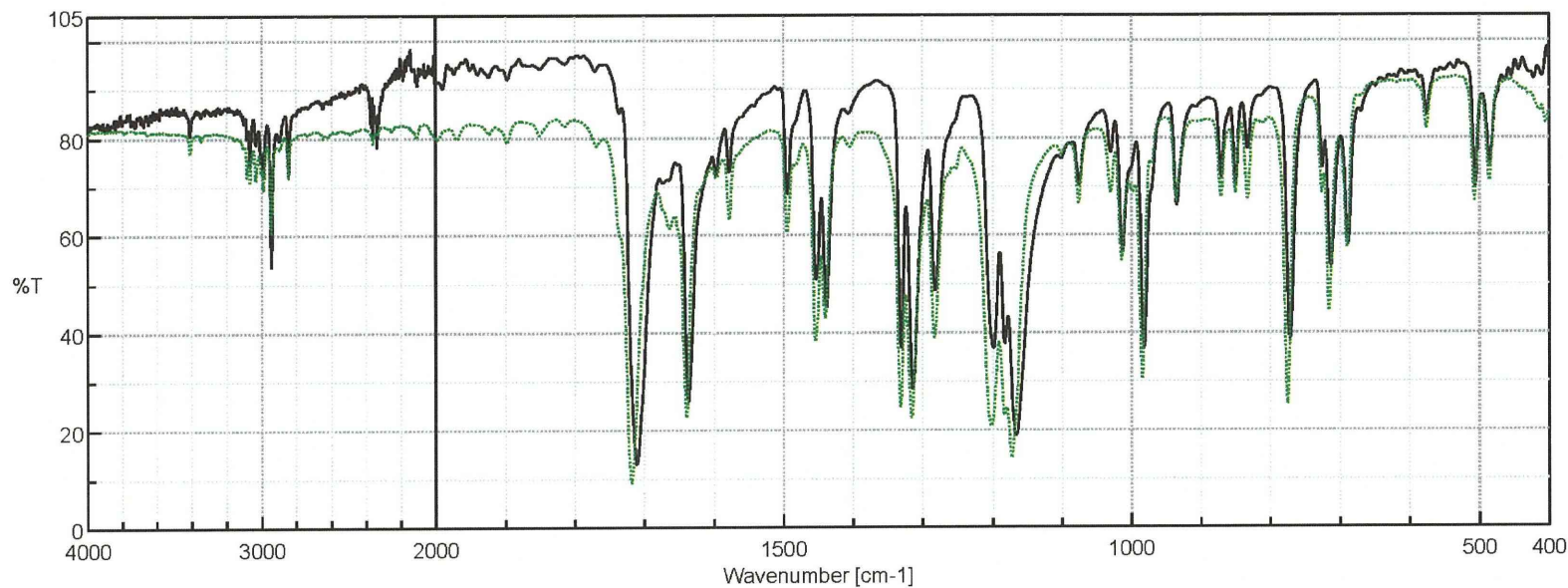
機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
付属品名 ATR PRO450-S
付属品シリアルNo. A062161272
入射角 45 度

測定日時 2011/12/04 19:03

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 96
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (16)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

—— 111204_ケイ皮酸メチル液体_ATR01_ATR補正.jws
..... 028_110810_ケイ皮酸メチル.jws

図51. ケイ皮酸メチル 固体状 (ATR法, 液膜法重ね合わせ)



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者 Y.Kitamura
所属 KanazawaUniv.
会社 Kanazawa

[データ情報]

作成日時 2011/12/05 19:47
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 349.053 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7729

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
付属品名 ATR PRO450-S
付属品シリアルNo. A062161272
入射角 45 度

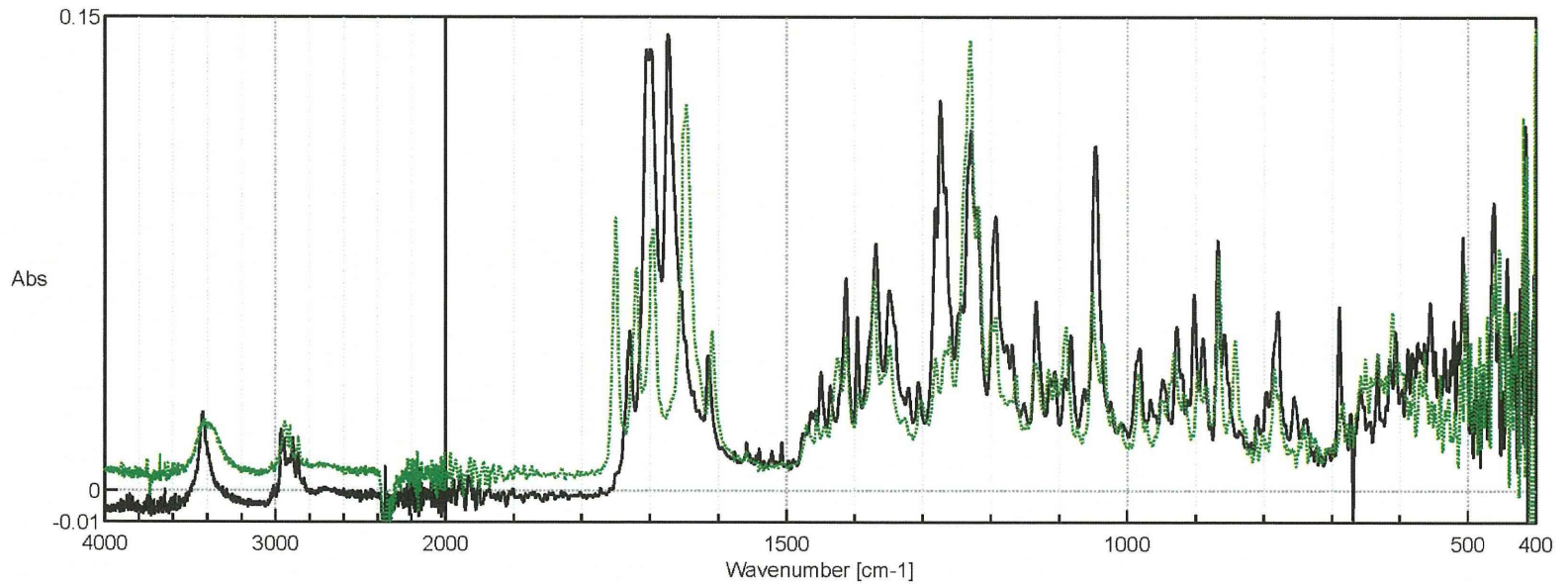
測定日時 2011/12/04 19:15

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 96
分解 4 cm-1
ゼロファイリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (16)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

—— 111204_ケイ皮酸メチル粉末_ATR02_ATR補正.jws
..... 110818_ケイ皮酸メチル02冷却solid.jws

(アセトンからの結晶とエタノールからの結晶のスペクトル重ね合わせ)

図52. コルチゾン酢酸エステルATRスペクトル



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社
KanazawaUniv

[データ情報]

作成日時 2012/04/30 2:32
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 Abs
スタート 299.877 cm-1
エンド 7800.17 cm-1
データ間隔 0.482117 cm-1
データ数 15558

[測定情報]

機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
付属品名 ATR PRO450-S
付属品シリアルNo. A062161272
入射角 45 度

測定日時 2011/06/10 9:34

光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 96
分解 2 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (32)
アパーチャー Auto (5 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

— 110610_酢酸コルチゾン80度常圧_Dryアセトン結晶_ATR01_Abs.jws
..... 110610_酢酸コルチゾン80度常圧_Dryエタノール結晶_ATR01_Abs.jws

NMR を用いた食品添加物定量法の開発

研究分担者 大槻 崇 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部主任研究官

研究要旨

食品添加物の規格試験法の精度向上を目指した研究の一環として、国際単位系へのトレーサビリティが確保された絶対定量法である定量 NMR 法を用いたチアベンダゾール（防かび剤）の定量分析に関する検討を行った。その結果、本法は良好な真度、併行精度、直線性を有することが明らかとなり、本法がチアベンダゾールの定量分析に適用可能であることが明らかとなった。

A. 研究目的

食品添加物は、食品衛生法第 11 条第 1 項に基づき、その成分規格や使用基準、定量法などが定められている。定量法については、LC などを用いる場合、定量用の標準物質を必要とするが、その純度については、計量学的に値づけられたものが少ないのが現状である。従って、これらの標準物質を用いて定量を行う場合、分析値の信頼性の低下が懸念される。このように、食品、食品添加物製品の安全性を確保する上で、より精度や信頼性の高い分析法の確立が急務である。近年、国際単位系 (SI) へのトレーサビリティが確保された絶対定量法として定量 NMR (quantitative NMR ; qNMR) 法が注目を集めており、農薬、添加物、生薬、天然化合物などの定量分析へ応用されている¹⁻⁷⁾。qNMR 法のうち、¹H NMR による qNMR (qHNMR) は、計量学的に正確な純度が付与された SI にトレーサブルな認証標準物質を内部標準として用い、測定対象物質と混合して¹H NMR 測定を行う。¹H NMR 上で観察される内部標準及び測定対象物質のシグナル面積強度比（積分値比）は、「モル濃度×水素数」に比例することから、測定対象物質及び内部標準のシグ

ナル面積強度比、水素数、秤量濃度の関係から、測定対象物質の含量（純度）の算出が可能である。また、本法は個々の測定対象物質と同一の定量用標準物質を必要としないとともに、簡便性、迅速性、環境負荷の低減の面でも格段と優れている。さらに、混合物に含まれる測定対象物質を測定する際、¹H NMR 上で測定対象物質と夾雑物質のシグナルが十分に分離されていれば、クリーンアップ、誘導体化等の前処理が不要な迅速、簡便かつ選択性の高い絶対定量が可能と考えられる。このように、本法は極めて汎用性の高い分析法であり、得られる定量値の信頼性も確保されていると言える。

食品添加物の規格試験法の精度向上を目指した研究の一環として、食品添加物分析への qHNMR 法の適用に関する検討を行い、昨年度アスコルビン酸（酸化防止剤）及びフルジオキソニル（防かび剤）の分析において qHNMR 法は精確な絶対定量が可能であることを明らかにした。今年度は、食品添加物分析への qHNMR 法の有効性、汎用性を更に明らかにするため、チアベンダゾール（防かび剤）を対象に検討を行った。