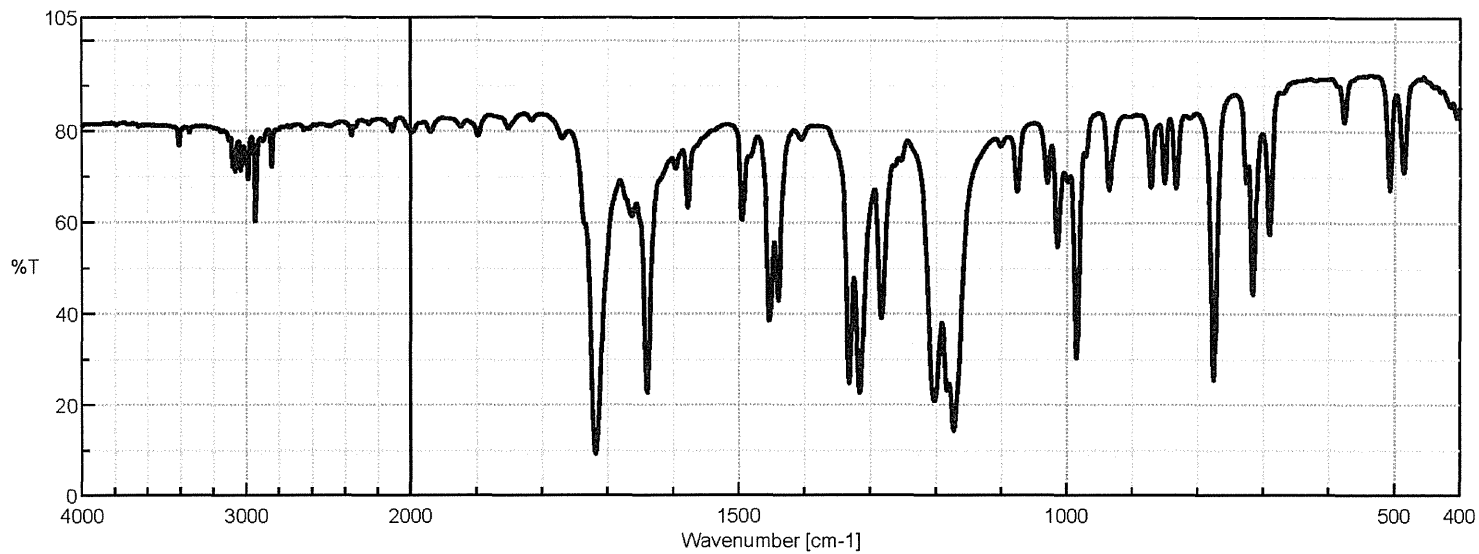


図2-65. ケイ皮酸メチル (薄膜法)



[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

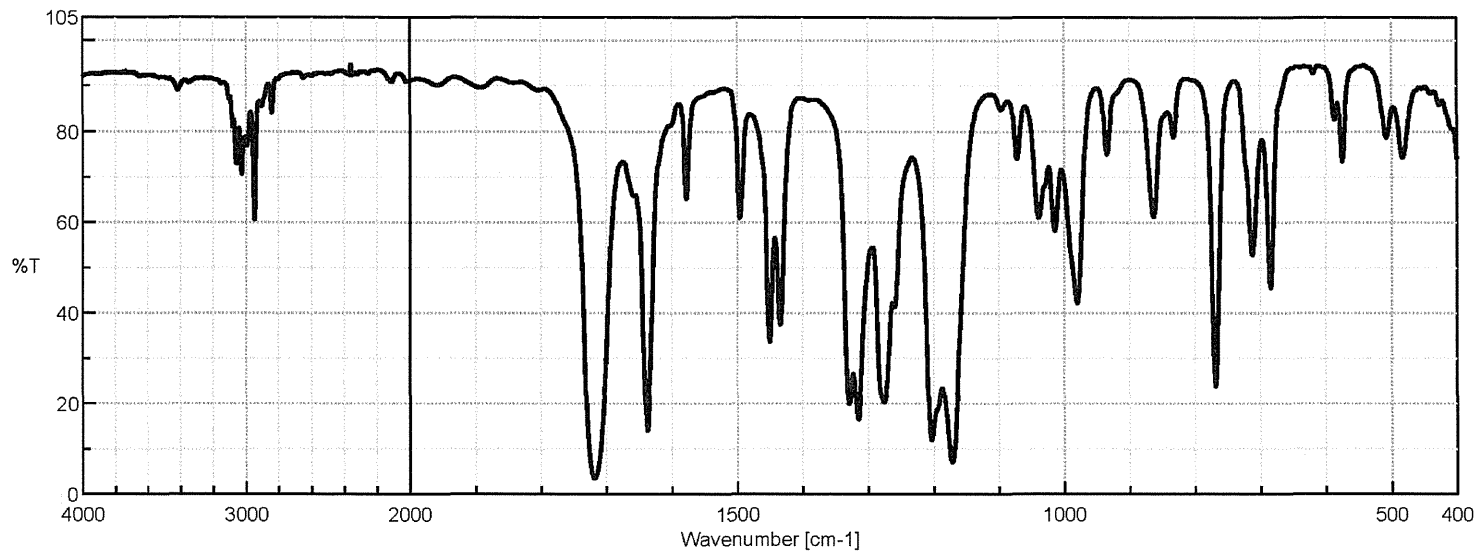
[測定情報]

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 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2.66. ケイ皮酸メチル23°C40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

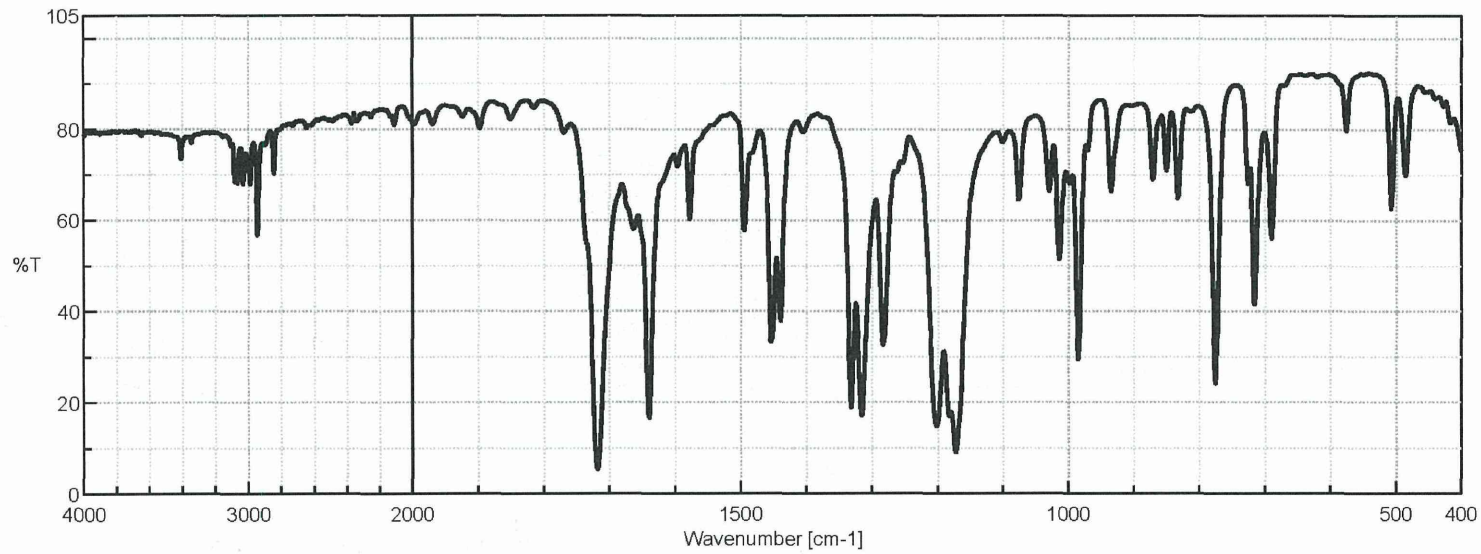
2011/08/30 17:27

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 (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2.67. ケイ皮酸メチル23℃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
 測定日時

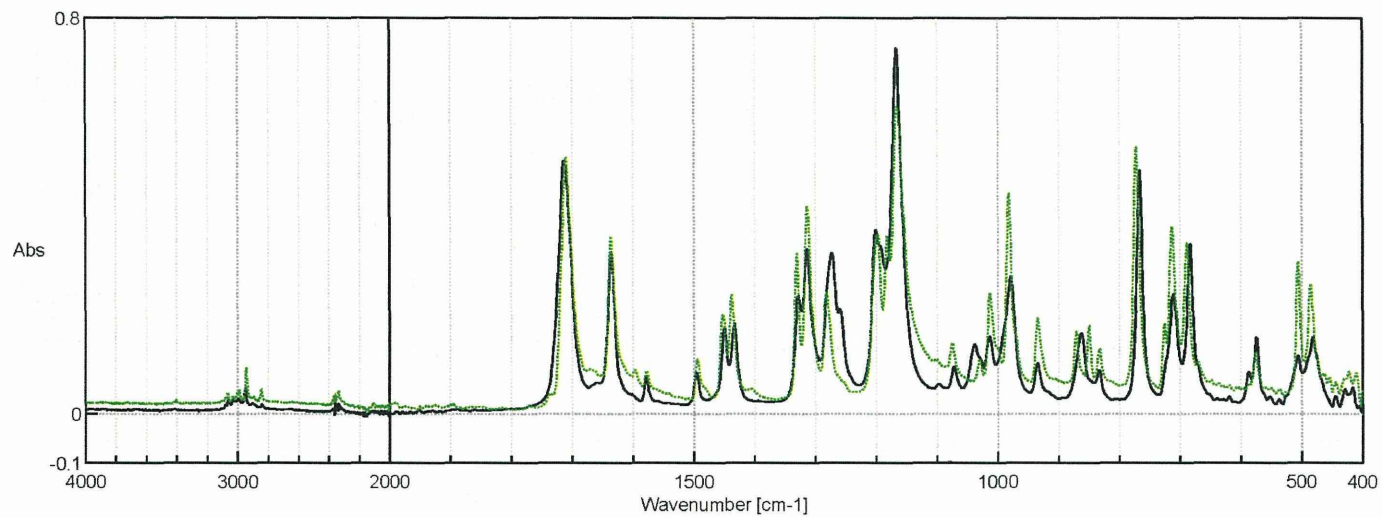
FT/IR-4100typeA
 B075461016
 2011/08/30 17:49

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
 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2-68. 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

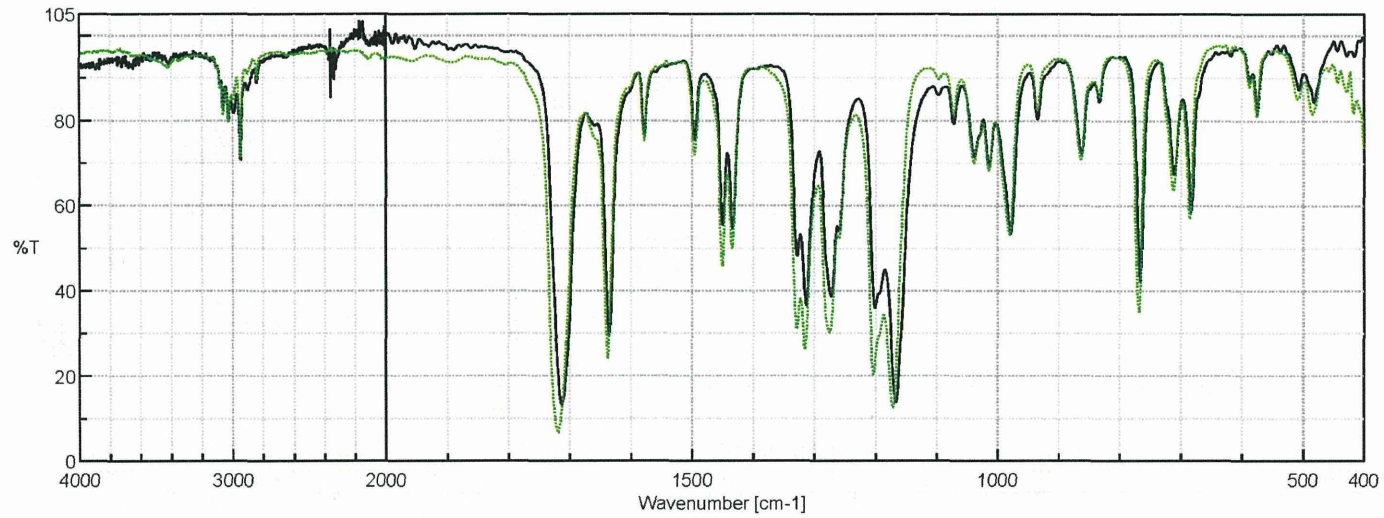
【測定情報】

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2.69. 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 Kanazawa Univ.
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]

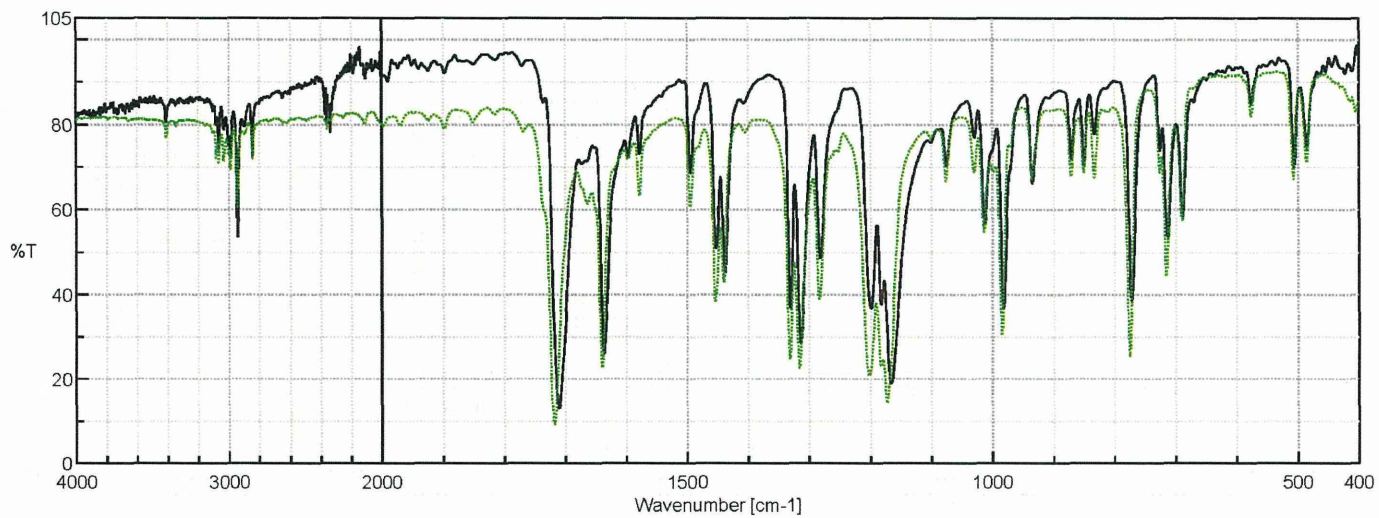
機種名 FT/IR-4100typeA
シリアル番号 B075461016
付属品名 ATR PRO450-S
付属品シリアルNo. A062161272
入射角 45 度

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_ケイ皮酸メチル液体_ATR01_ATR補正.jws
- - - 028.110810_ケイ皮酸メチル.jws

図2-70 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
ゼロフリンジ 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

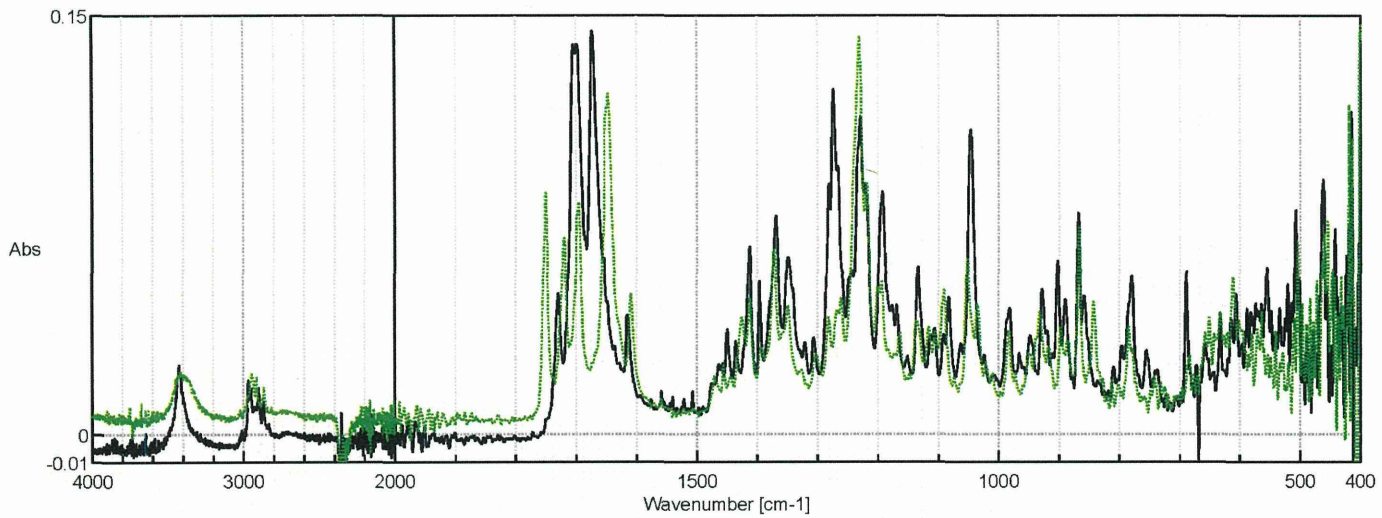


図2-71. コルチゾン酢酸エステルATRスペクトル
 (アセトンからの結晶とエタノールからの結晶のスペクトル重ね合わせ)

[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

ゼロフリンギング

On

アポダイゼーション

Cosine

ゲイン

Auto (32)

アパーチャ

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

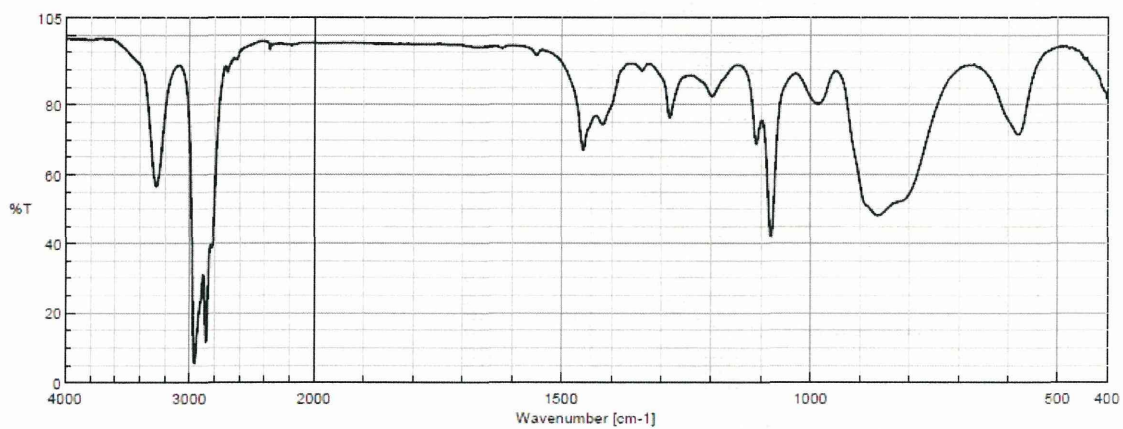


図2-72. ピロリジン (液膜法)

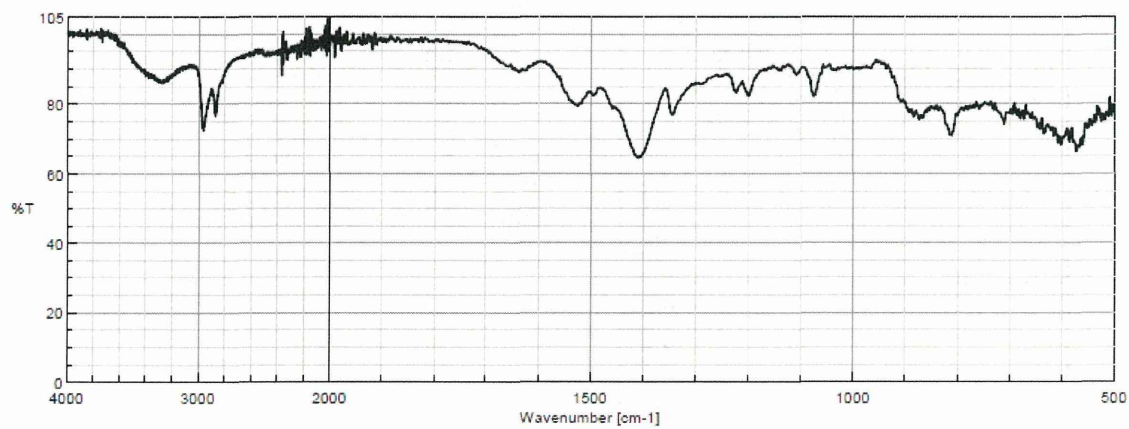


図 2-73. ピロリジン (ATR 法)

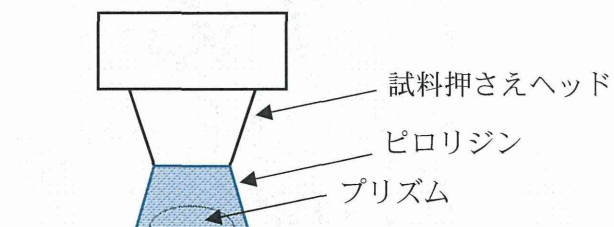


図 2-74. 試料押さえヘッドによる液体試料の液柱作製の写真および模式図

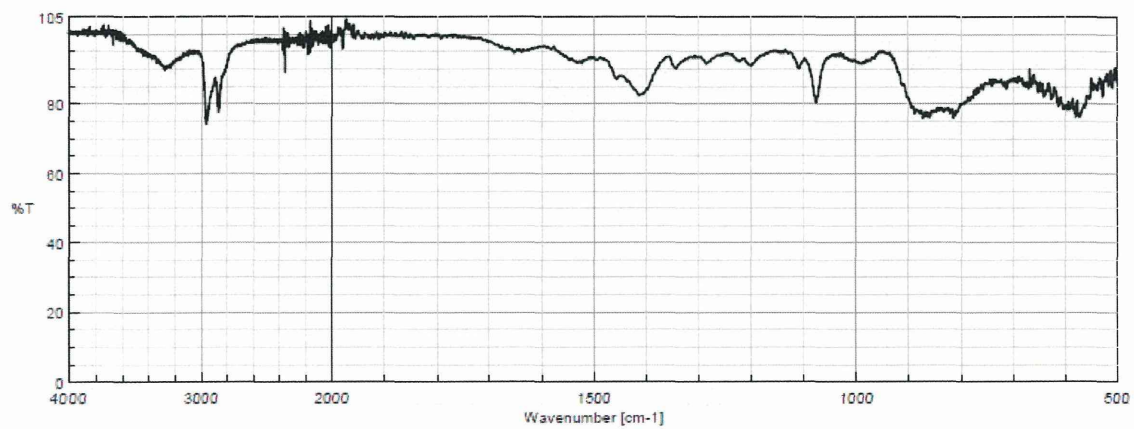


図 2-75. ピロリジン 液柱 (ATR 法)

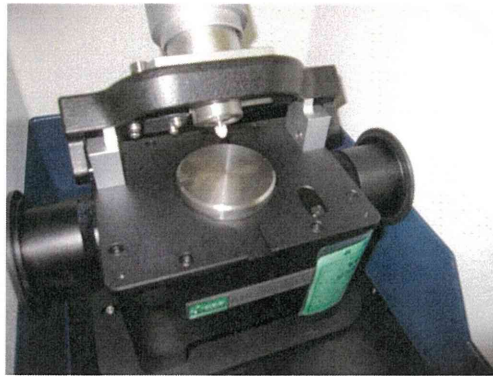


図 2-76. 揮発防止カバー取付時の写真

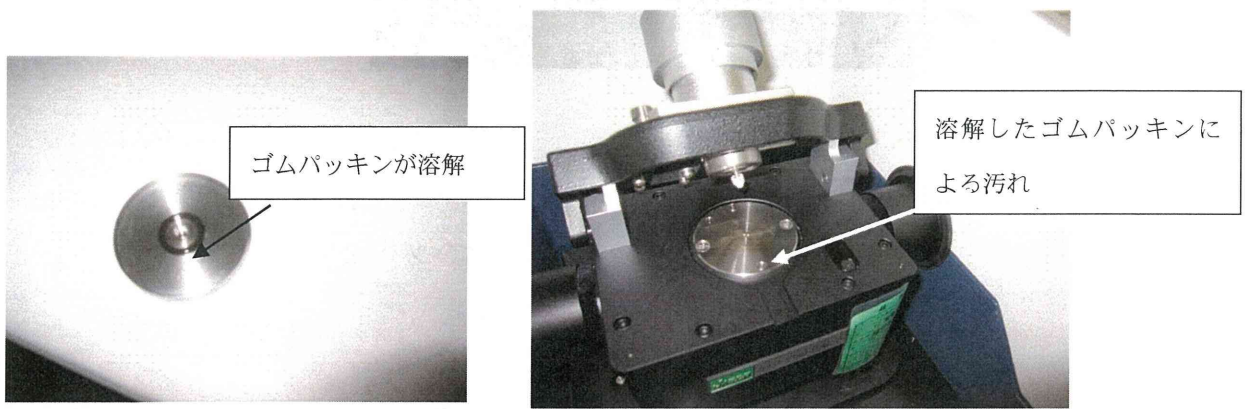


図 2-77. ピロリジン測定後の揮発防止カバーと試料ステージ

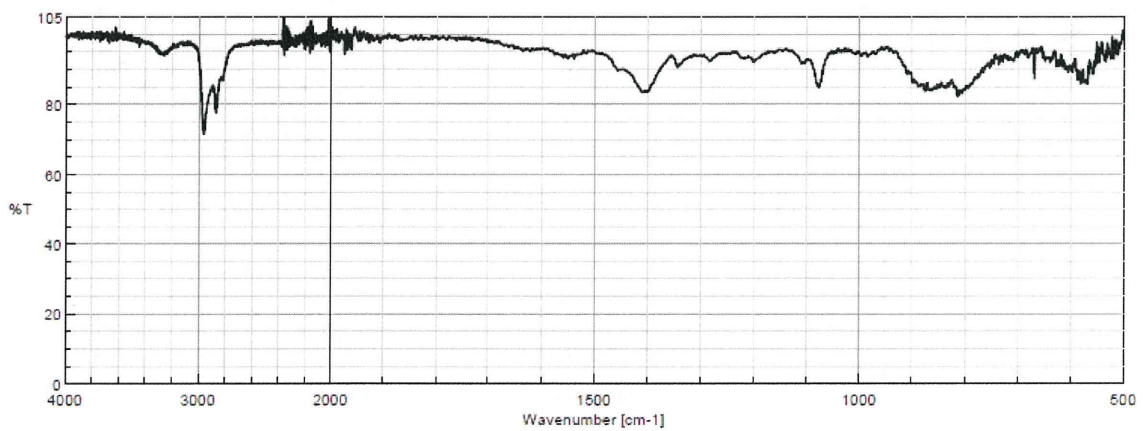


図 2-78. ピロリジン（揮発防止カバー使用）（ATR 法）

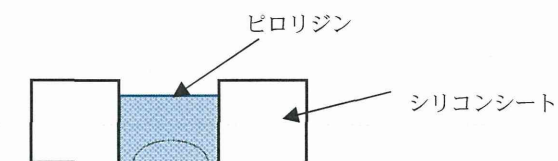
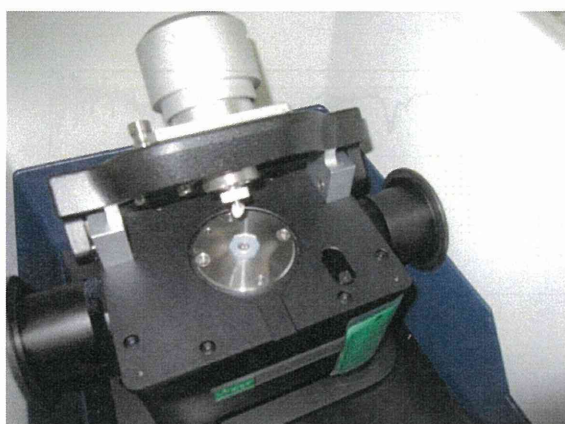


図 2-79. 自作シリコンシート製液溜めの写真および模式図

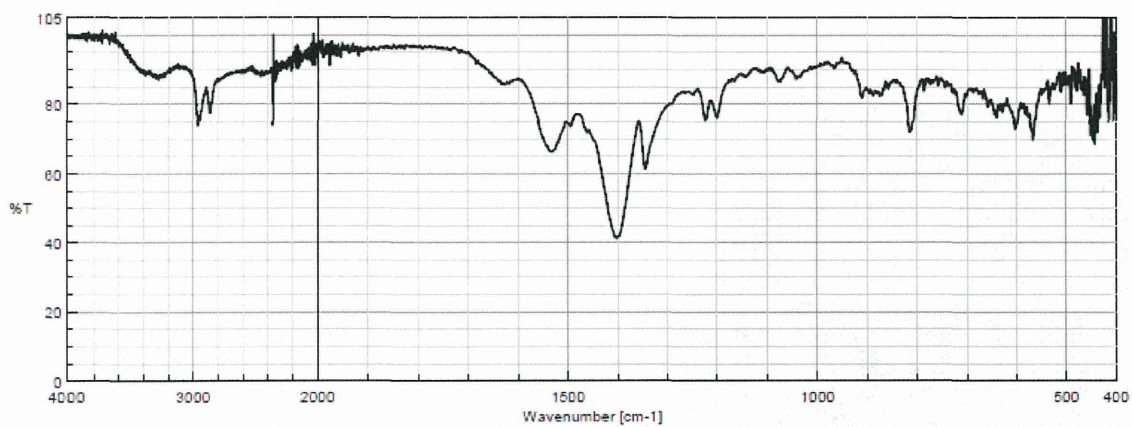


図 2-80. ピロリジン (シリコン製液溜め使用) (ATR 法)

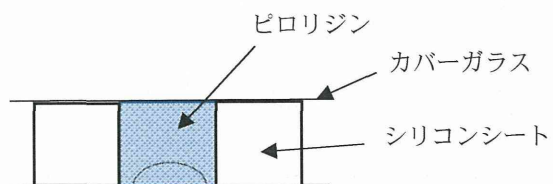


図 2-81. 自作シリコンシート製液溜め (カバーガラス蓋) の写真および模式図

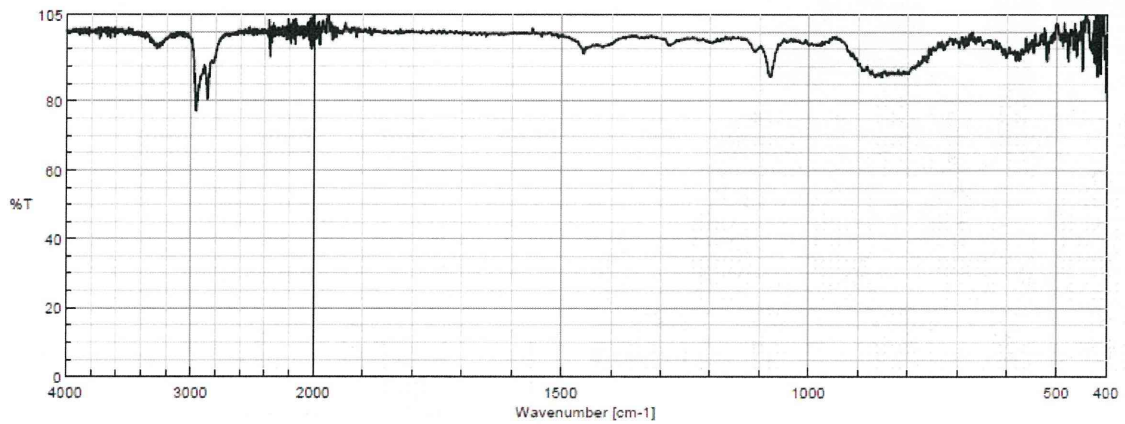


図 2-82. ピロリジン シリコン液溜め カバーガラス蓋 (ATR 法)

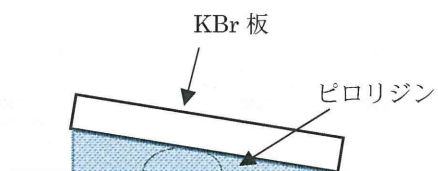


図 2-83. KBr 板による揮発防止とその模式図

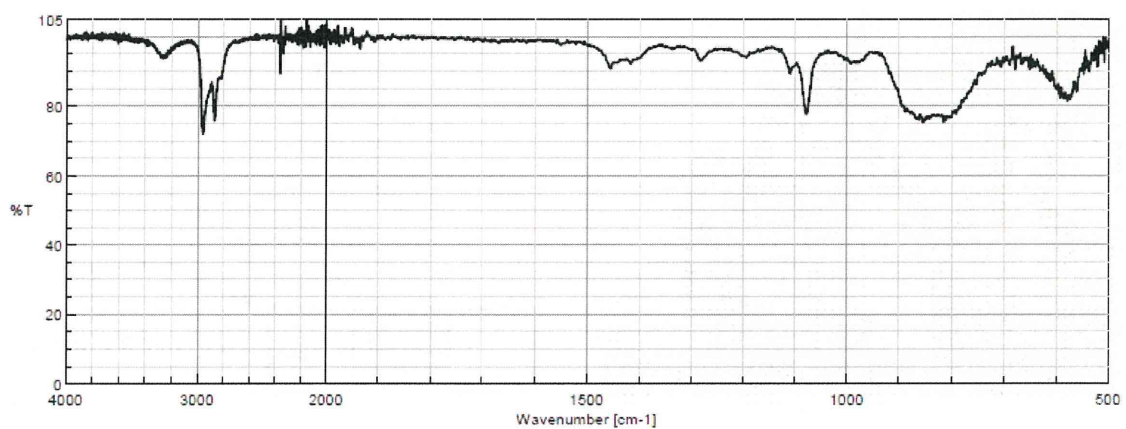


図 2-84. ピロリジン KBr 板のせ (ATR 法)

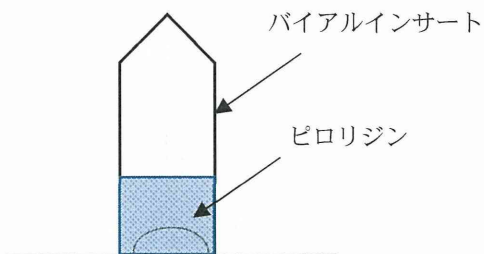


図 2-85. バイアルインサートによる液体試料保持の写真と模式図

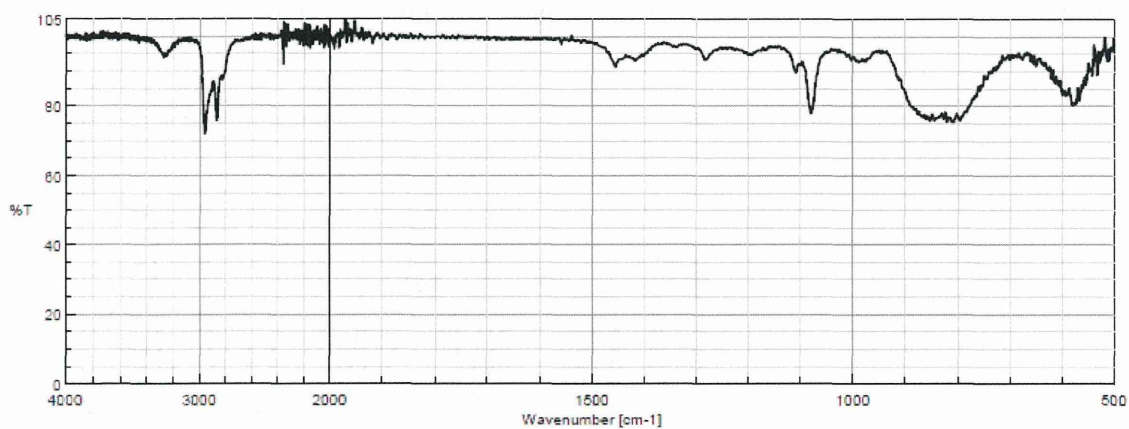


図 2-86. ピロリジン バイアルインサート (ATR 法)

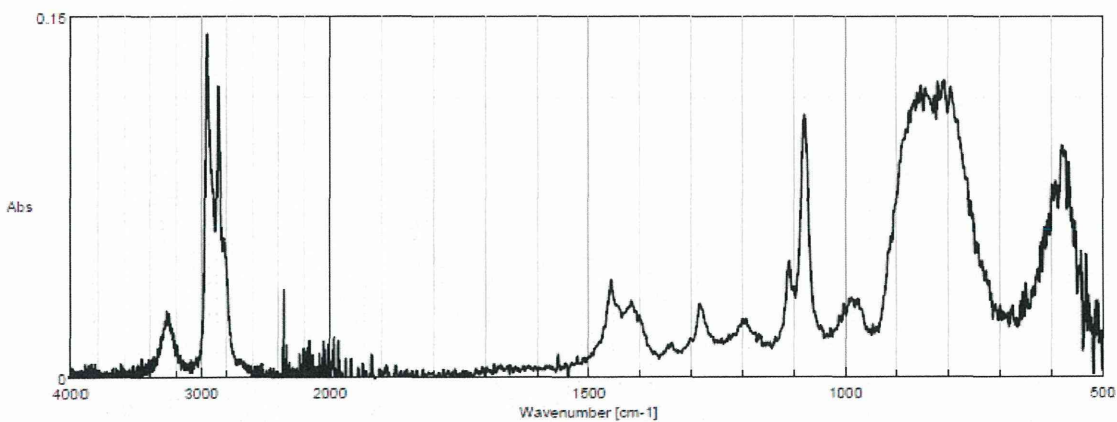


図 2-87. ピロリジン バイアルインサート Abs 表示 (ATR 法)

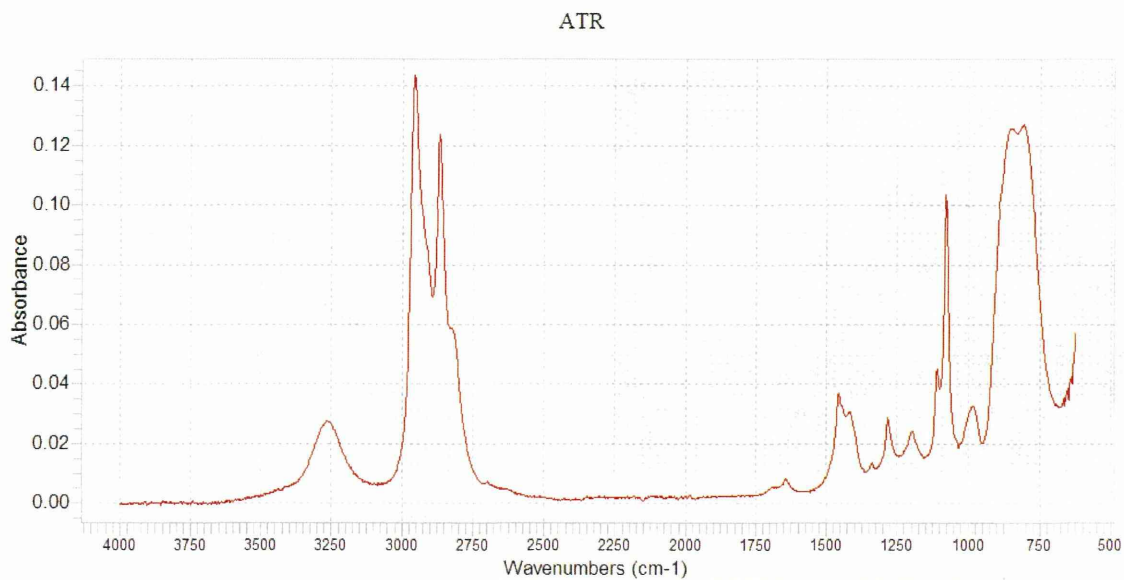


図 2-88. ピロリジンの ATR スペクトル (Sigma-Aldrich 社 Spectral Viewer 収載)

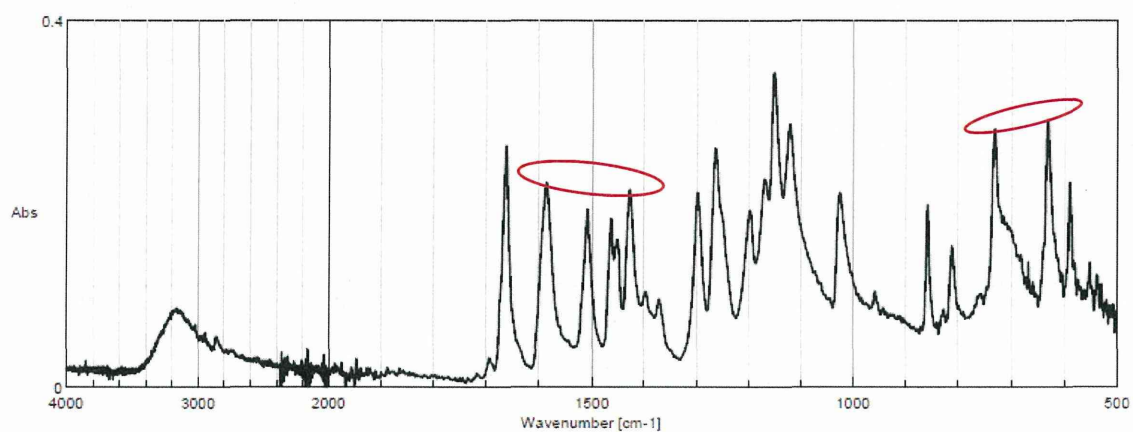


図 2-89. バニリン (ATR 法)

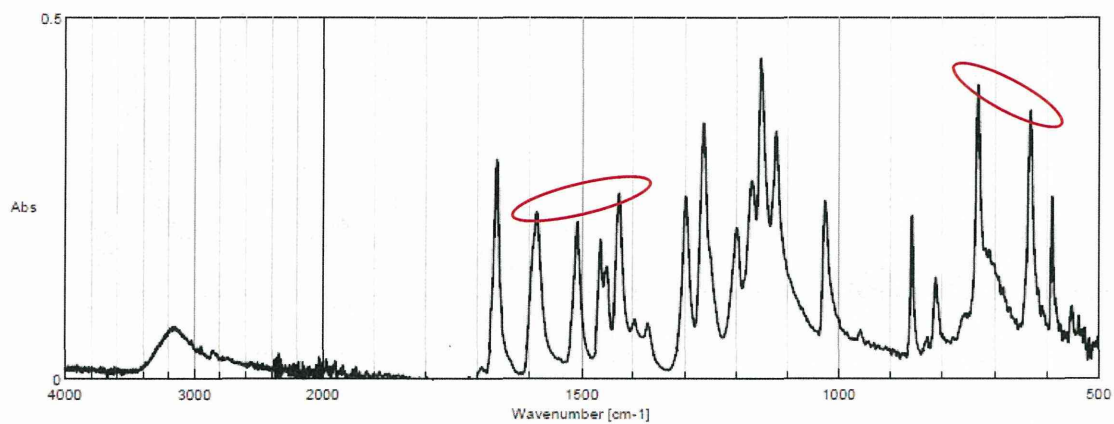


図 2-90. バニリンすりつぶし (ATR 法)

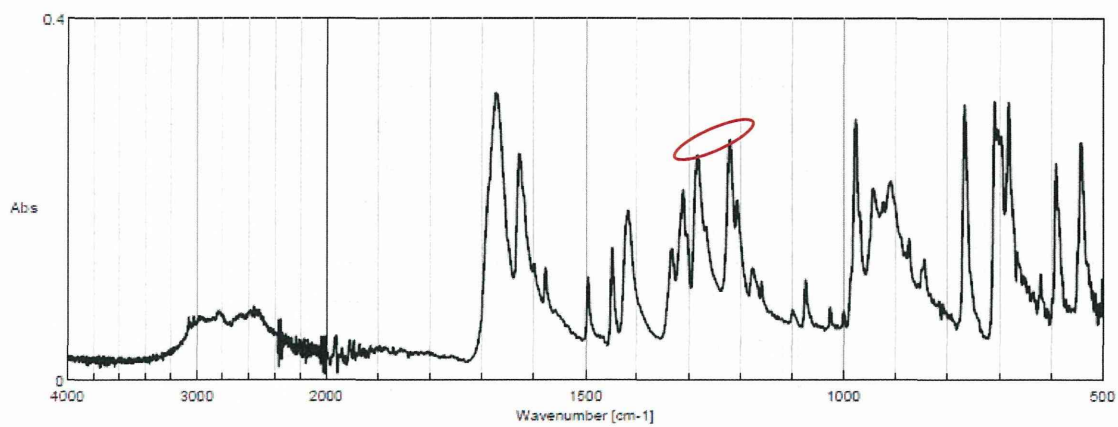


図 2-91. ケイ皮酸 (ATR 法)

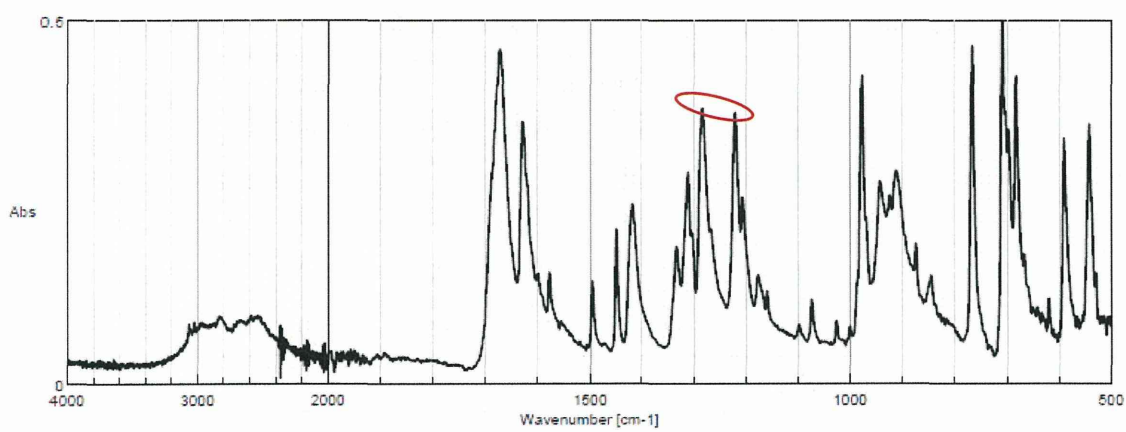


図 2-92. ケイ皮酸すりつぶし (ATR 法)

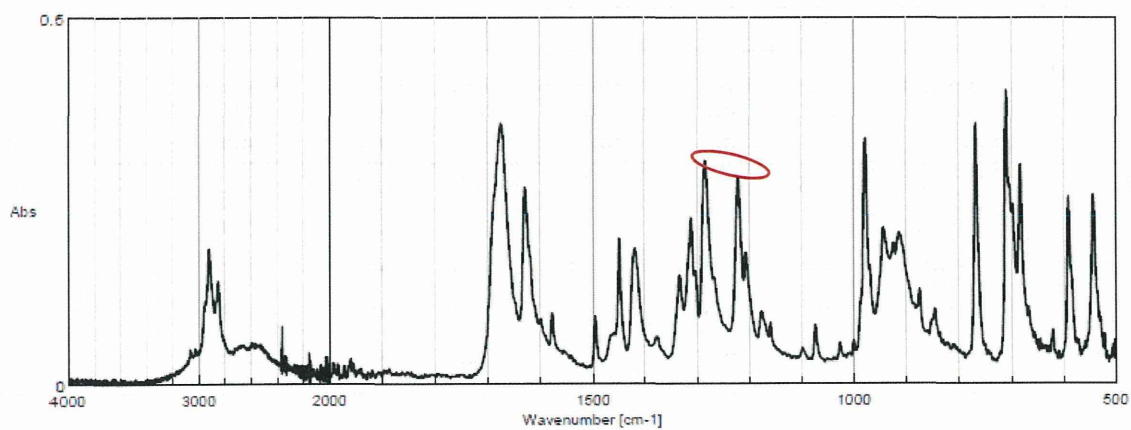


図 2-93. ケイ皮酸 Nujol 添加後すりつぶし (ATR 法)

表3-1 qHNMR測定の基本条件

Spectrometer	JEOL JNM-ECA600
Probe	5 mm broadband autotune probe
Spectral width	20 ppm (-5-15 ppm)
Auto filter	on (eight times)
Acquisition time	4 s
Flip angle	90°
Pulse delay	アゾキシストロピン: 64 s その他の化合物: 60 s
Scan times	8
Spining	off
¹³ C decoupling	multi-pulse decoupling with phase and frequency switching (MPF-8)

表 3-2 qHNMR 法により算出された標準品及び試薬特級品のアスコルビン酸含量

Target signal (ppm)	Standard		Reagent	
	Purity (%)	RSD (%)	Purity (%)	RSD (%)
3.75	99.3	0.3	98.6	0.6
4.07	99.1	0.2	98.4	0.6
4.96	99.1	0.2	99.2	0.5
Mean	99.2	0.2	98.7	0.6

表 3-3 アスコルビン酸の各試験溶液濃度における秤量濃度と実測値の比較 (n=3)

Gravimetric value (mg/g)	δ_H 4.96			δ_H 4.07			δ_H 3.75		
	Experimental value (mg/g)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/g)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/g)	RSD (%)	Relative error (%)
0.16	0.21	12.5	31.2	0.15	1.8	-5.1	0.15	1.2	-7.0
0.32	0.34	8.2	6.9	0.31	1.1	-4.6	0.30	0.7	-5.1
0.63	0.63	0.4	0.2	0.63	1.0	-0.5	0.63	0.8	-0.6
1.3	1.3	0.5	0.9	1.3	1.0	0.8	1.3	0.9	0.1
2.5	2.5	0.7	0.8	2.5	0.5	0.1	2.5	0.4	0.1
5.0	5.0	0.2	1.0	5.0	0.1	0.6	5.0	0.0	0.4
50	49.9	0.3	-0.1	49.7	0.1	-0.7	49.7	0.1	-0.7

The relative error between the gravimetric value and experimental value calculated with the equation below
 Relative error = (experimental value - gravimetric value) / experimental value \times 100

表 3-4 滴定法及び qHNMR 法によるアスコルビン酸含量の比較 (n=3)

	Purity (%)	RSD (%)
Iodometric titration	99.0	0.2
qHNMR	99.2	0.2

表 3-5 qHNMR 法及び HPLC 法による各製品のアスコルビン酸含量の比較 (n=3)

Sample No.	qHNMR		HPLC	
	Mean (%)	RSD (%)	Mean (%)	RSD (%)
1	100.1	0.3	102.8	1.4
2	34.4	0.3	36.4	0.4
3	37.3	2.3	37.6	1.1
4	100.1	0.6	100.3	0.6
5	33.9	2.8	32.6	0.5
6	98.2	0.9	98.6	1.5
7	32.1	1.1	30.5	0.3

表 3-6 qHNMR 法により算出されたフルジオキソニル含量

Sample No.	Purity (%)	RSD (%)
1	99.3	0.1
2	99.2	0.1
3	99.2	0.1
4	98.9	0.1
Total mean	99.2	0.1

表 3-7 各シグナルより算出されたチアベンダゾール含量の比較 (n=3)

Signal (δ_H , ppm)	Purity (%)	RSD (%)
7.24	99.6	0.2
7.55 and 7.68	99.4	0.1
8.48	99.3	0.2
9.37	99.5	0.2

表 3-8 チアベンダゾールの各試験溶液濃度における秤量濃度と実測値の比較 (n=3)

Gravimetical value (mg/g)	δ_H 8.48			δ_H 9.37		
	Experimental value (mg/g)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/g)	RSD (%)	Relative error (%)
0.16	0.15	4.4	-3.8	0.15	4.0	-5.5
0.31	0.31	0.6	-0.8	0.31	0.2	-0.3
0.63	0.62	0.5	-0.5	0.63	0.5	-0.03
1.2	1.2	0.1	-0.7	1.2	0.4	-0.1
2.4	2.4	0.1	-0.5	2.4	0.2	-0.3
4.8	4.8	0.2	-0.5	4.8	0.2	-0.2
10	9.7	0.2	-0.3	9.7	0.2	0.1
20	20	0.2	0.2	20	0.1	0.2

The relative error between the gravimetical value and experimental value calculated with the equation below
 Relative error = (experimental value-gravimetical value)/experimental value) × 100

表 3-9 各シグナルより算出されたアゾキシストロビン含量の比較 (n=3)

δ_H (ppm)	Purity (%)	RSD (%)
3.53	99.8	0.1
3.70	99.6	0.1
6.43	99.7	0.1
7.22	99.5	0.4
7.26-7.36	99.4	0.2
7.38-7.48	99.2	0.1
7.73	99.4	0.2
7.80	99.5	0.1
8.28	99.5	0.1

表 3-10 各シグナルより算出されたピリメタニル含量の比較 (n=3)

δ_H	Purity(%)	RSD (%)
2.32	99.9	0.04
6.56	99.7	0.1
6.94	99.6	0.1
7.25	99.6	0.2
7.66	99.7	0.1

表 3-11 アゾキシストロビンの各試験溶液濃度における秤量値と実測値の比較 (n=3)

Gravimetric value (mg/mL)	δ_H 3.53			δ_H 3.70			δ_H 6.43			δ_H 8.28		
	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)
1.0	1.0	0.4	-0.1	1.0	0.4	-0.4	1.0	0.5	-0.2	1.0	0.5	-0.1
2.6	2.6	0.2	-0.1	2.6	0.1	-0.2	2.6	0.04	0.0	2.6	0.1	-0.2
5.1	5	0.1	0.1	5	0.0	-0.1	5	0.1	0.0	5	0.1	-0.3
10	10	0.1	0.1	10	0.0	0.0	10	0.1	-0.1	10	0.0	-0.1
15	15	0.00	0.0	15	0.1	-0.1	15	0.05	-0.1	15	0.1	-0.2

The relative error between the gravimetric value and experimental value calculated with the equation below

$$\text{Relative error} = (\text{experimental value} - \text{gravimetric value}) / \text{experimental value} \times 100$$

表 3-12 ピリメタニルの各試験溶液濃度における秤量値と実測値の比較 (n=3)

Gravimetric value (mg/mL)	δ_H 2.32			δ_H 6.56			δ_H 6.94			δ_H 7.25			δ_H 7.66		
	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)	Experimental value (mg/mL)	RSD (%)	Relative error (%)
1.0	1.0	0.2	0.1	1.0	0.2	-0.4	1.0	0.3	-0.2	1.0	0.1	-0.5	1.0	0.2	-0.3
2.5	2.5	0.1	0.2	2.5	0.1	0.4	2.5	0.2	-0.3	2.5	0.1	-0.1	2.5	0.3	-0.1
5.1	5.2	0.1	0.2	5.1	0.1	0.1	5.1	0.1	-0.1	5.1	0.2	-0.1	5.1	0.1	0.04
10	10	0.2	-0.04	10	0.2	-0.1	10	0.02	0.04	10	0.02	-0.2	10	0.04	-0.01

The relative error between the gravimetric value and experimental value calculated with the equation below

$$\text{Relative error} = (\text{experimental value} - \text{gravimetric value}) / \text{experimental value} \times 100$$

表 3-13 アゾキシストロビンの純度分析における qHNMR 法の真度及び精度 (n=2/day × 5 day)

δ_{H} (ppm)	Purity (%)	RSDr (%)	RSDip (%)
3.53	99.8	0.1	0.1
3.70	99.7	0.1	0.1
6.43	99.6	0.1	0.1
8.28	99.5	0.1	0.1

RSDr: 併行精度, RSDip: 室内精度

表 3-14 ピリメタニルの純度分析における qHNMR 法の真度及び精度 (n=2/day × 5 day)

δ_{H} (ppm)	Purity (%)	RSDr (%)	RSDip (%)
2.32	99.8	0.1	0.1
6.56	99.7	0.2	0.2
6.94	99.8	0.2	0.2
7.25	99.6	0.1	0.1
7.66	99.7	0.1	0.1

RSDr: 併行精度, RSDip: 室内精度