

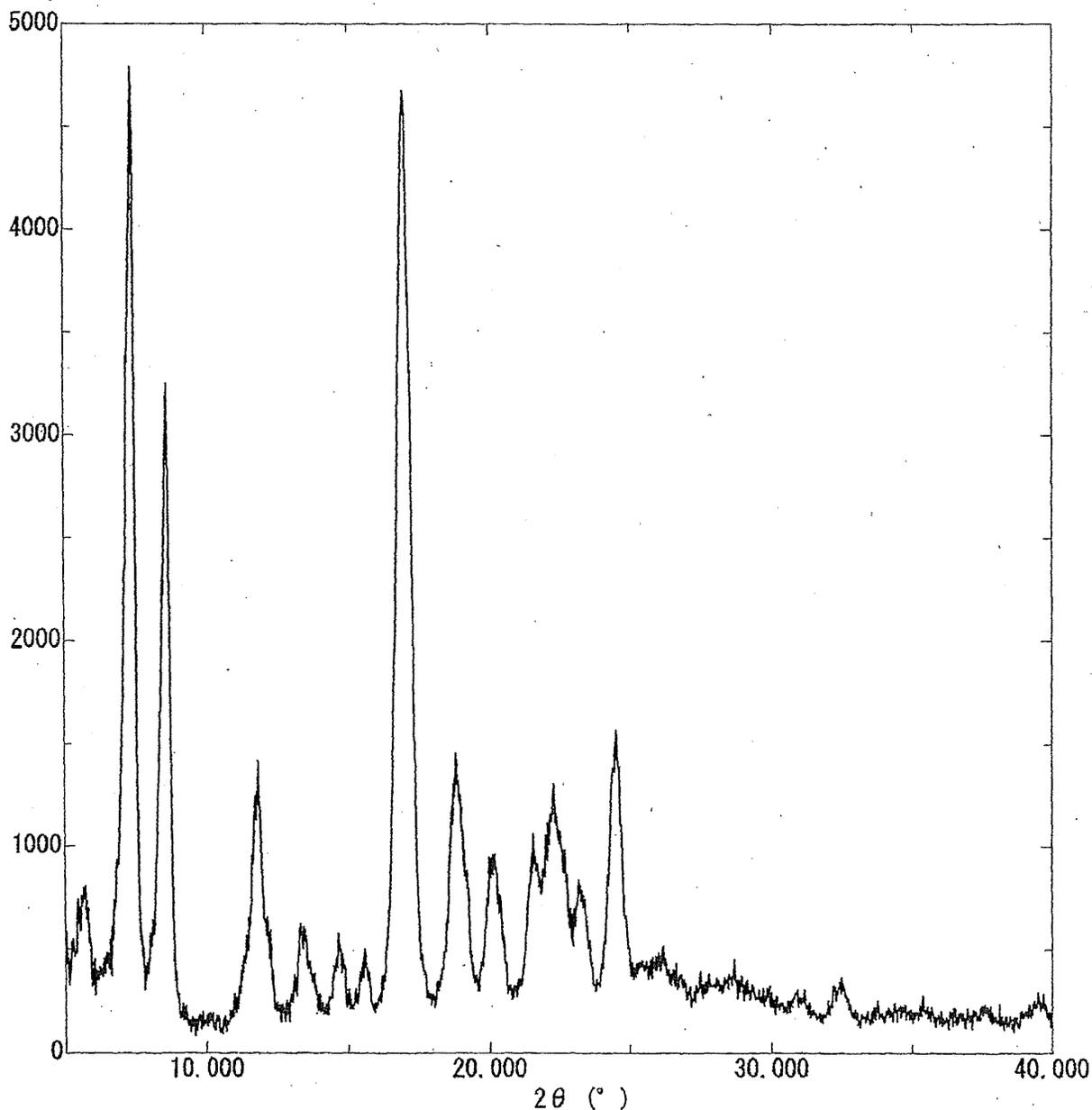
生データ

サンプル名	: P092BZSAcTon-02	ファイル	: P092BZSAcTon02.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 01:29:13
測定者	: Administrator		
メモ	:		

X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インテントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlex II)	モノクロ受光スリット	: 0.8mm

走査モード	: 連続	スキャンスピード	: 5.000 ° /min.
サンプルリク幅	: 0.020 °	走査軸	: 2θ / θ
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000 °	θオフセット	: 0 °
積算回数	: 1		

強度 (cps)



Satomi Kanamori

送信者: "kuwata" <kuwata@gifu-u.ac.jp>
宛先: "Satomi Kanamori" <downtown@gifu-u.ac.jp>
送信日時: 2013年8月15日 16:07
添付: P092酢酸塩NMR.pdf
件名: FW: P092酢酸塩

P092酢酸塩ですが、弊社で確認実験をしております。

P092: 酢酸を1:1で塩を合成したところ、割合が1:0.2となったため、酢酸の量を増やし、P092: 酢酸を1:2の割合で同様に行ったところ、武蔵野大学サンプルとほぼ同じものが得られました。

添付NMRチャートNo.1...P092: 酢酸=1:0.67

添付NMRチャートNo.2...P092: 酢酸=1:0.65

*算出方法は2ppm付近に酢酸(3H)とP092(1H)が重なってしまうため、合計した積分値から、P092の1Hを引き、酢酸の3Hで割る。

No.1では、2ppm付近の積分値3.08なので、

$(3.08-1)/3=0.67$ となる。

しかしながら、得られたもの(No.2)は溶媒が残っている可能性があったので、室温下、乾燥させたところ、明らかに酢酸が減少しました。

添付NMRチャートNo.3...P092: 酢酸=1:0.22

最初の確認実験で、P092: 酢酸=1:0.2ぐらいになってしまったのも、乾燥で酢酸が揮発したためと思われる。

これらの結果から、酢酸塩になっていないのではないかと推測します。

また、武蔵野大学サンプルにてX線結晶回折で結晶性が改善された点ですが、

アセトニトリルを用いて、結晶を析出させたため、

当初、検討して結晶性の良かった

製法1 (Lot.7J7XB アセトニトリルで再結晶、 α 体と仮に命名したもの)にて、得られた結晶になったのでは?と考えられます。

取り急ぎ、ご連絡致します。

玉之内 啓満

東京化成工業株式会社 深谷技術研究所

P/C第2グループ 第4チーム

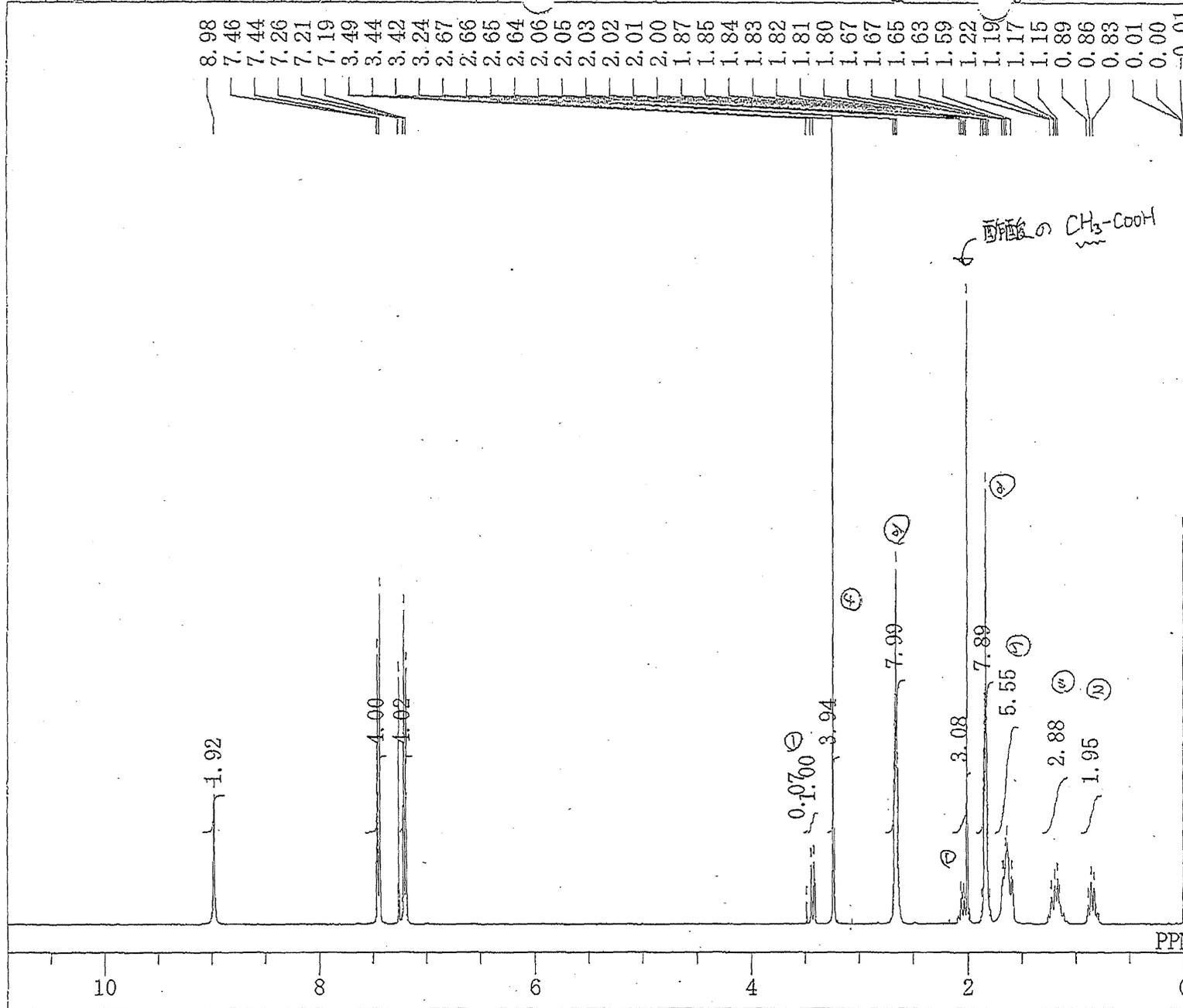
〒366-0816 埼玉県深谷市榎合725

TEL048-571-1107 FAX048-572-3859

E-mail:hiromitsu.tamanouchi@TClchemicals.com

Z4144 AcOH-sample

H: 部署 (深谷) 深谷技術専用#01 PCG#2. 個人: 丸谷三山 #NMR#GI1NM130604-3 PROTON- jdf



DFILE GI1NM130604-3_PROTON-1.j
 COMNT Z4144 AcOH-sample
 DATIM 04-06-2013 11:56:22
 OBNUC 1H
 EXMOD single_pulse.ex2
 OBFREQ 399.78 MHz
 OBSET 4.19 KHz
 OBFIN 7.29 Hz
 POINT 16384
 FREQU 7503.00 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 2.1837 sec
 PD 2.0000 sec
 PWI 5.40 usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 23.8 c
 SLVNT CDCL3
 EXREF 0.00 ppm
 BF 0.12 Hz
 RGAIN 42

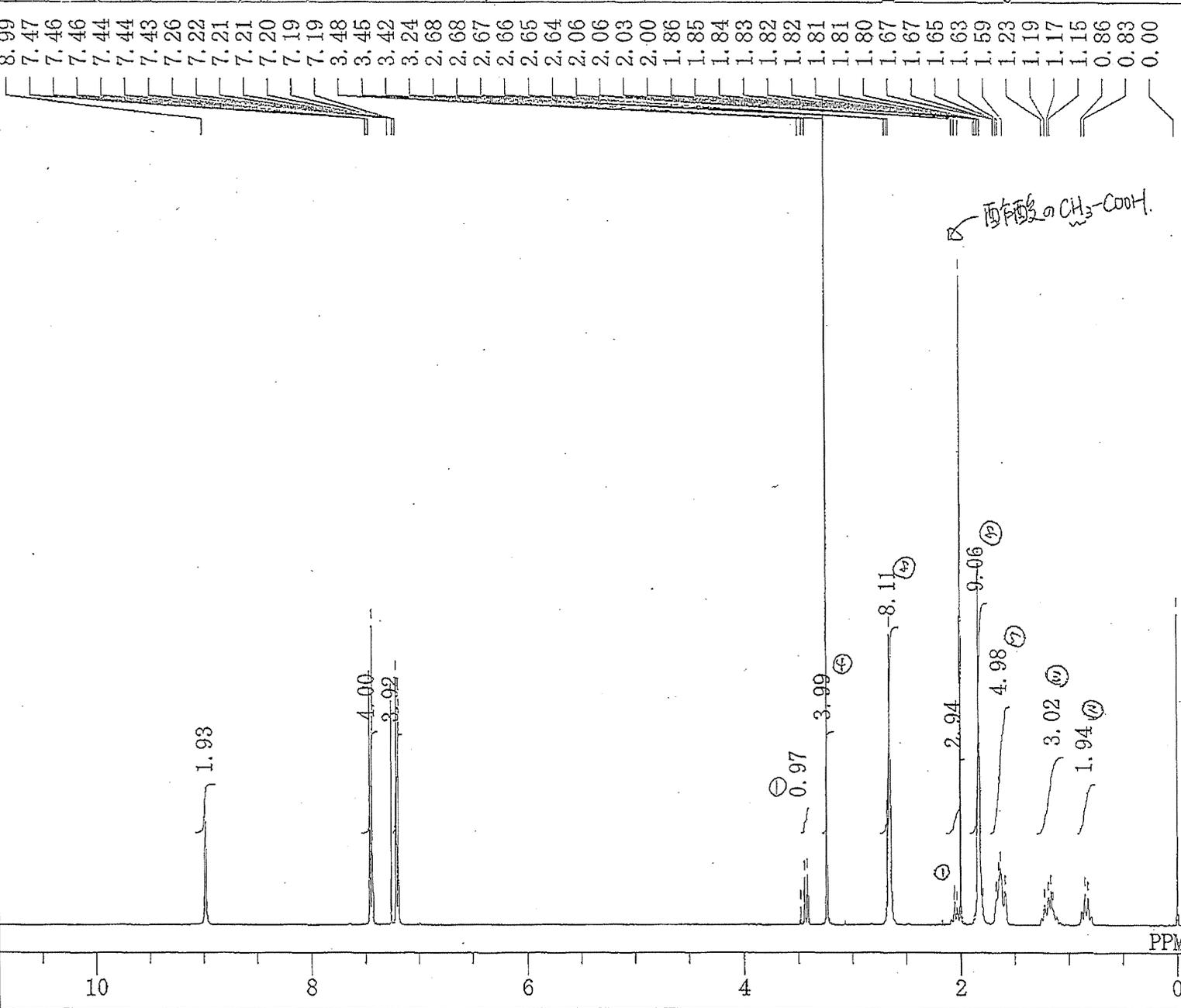
7a = AcOH
 7b 1 : 0.67.
 (7c 92% , 8%)

武蔵野大学サンプル

No. 1

Z4144 Exp75 crude

H: ¥部署 (深谷) ¥深谷技術 ¥専用 ¥01 PC ¥2. 個人フォルダ ¥三山 ¥NMR ¥GI1NM130605-1 PROTON-1. jdf

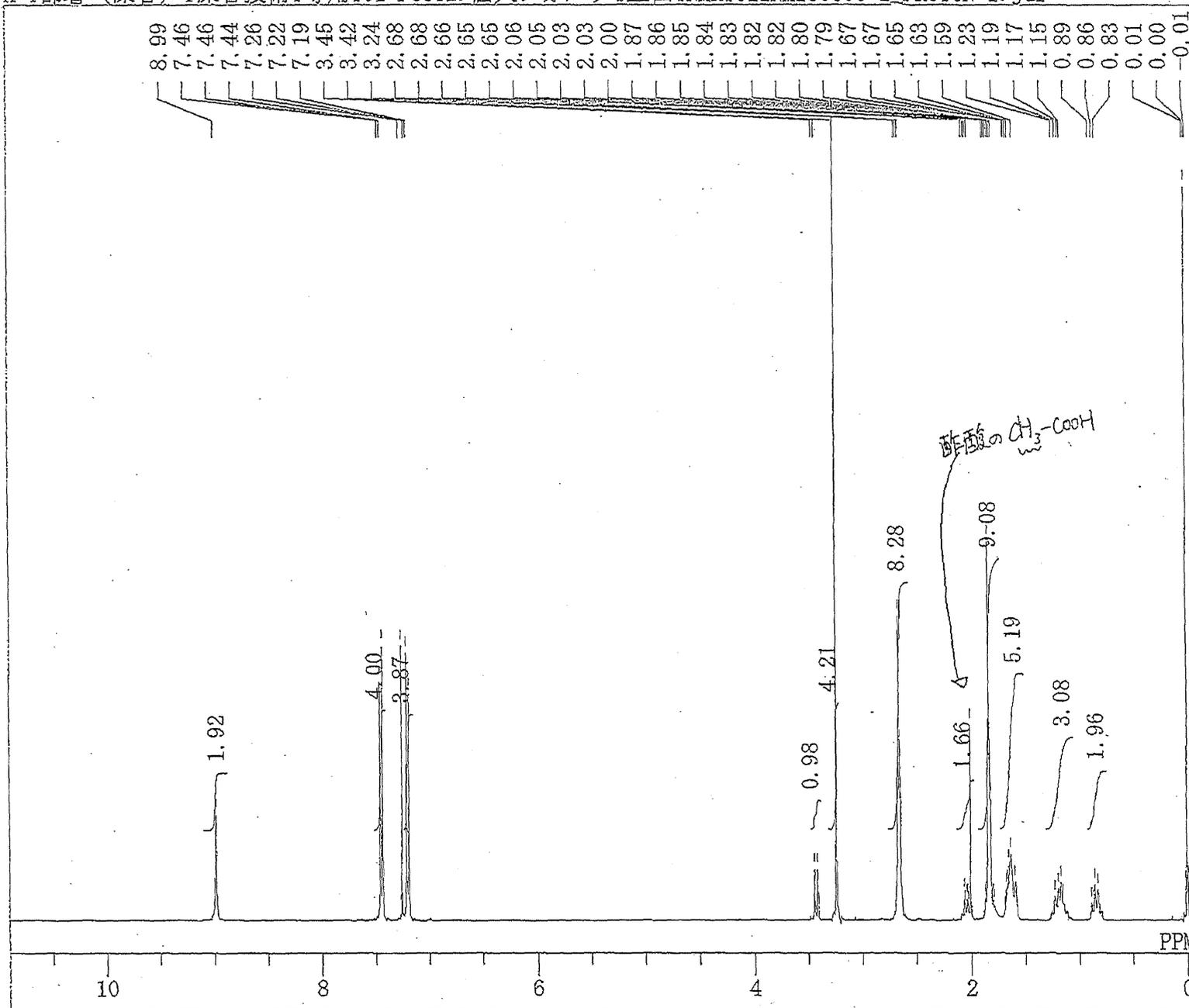


DFILE GI1NM130605-1_PROTON-1. j
 COMNT Z4144 Exp75 crude
 DATIM 05-06-2013 18:18:26
 OBNUC 1H
 EXMOD single_pulse.ex2
 OBFRQ 399.78 MHz
 OBSET 4.19 KHz
 OBFIN 7.29 Hz
 POINT 16384
 FREQU 7503.00 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 2.1837 sec
 PD 2.0000 sec
 PW1 5.40 usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 23.8 c
 SLVNT CDCL3
 EXREF 0.00 ppm
 BF 0.12 Hz
 RGAIN 40

PO₉2 = 酢酸 = 1:2

モ₉ = AcOH
モ₁ = 0.65

No. 2



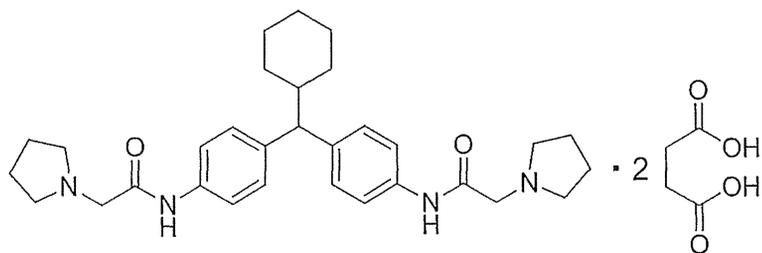
DFILE GI1NM130606-2_PROTON-1. j
 COMNT Z4144 Exp75 crude pump
 DATIM 06-06-2013 18:35:33
 OBNUC 1H
 EXMOD single_pulse.ex2
 OBFRQ 399.78 MHz
 OBSET 4.19 KHz
 OBFIN 7.29 Hz
 POINT 16384
 FREQU 7503.00 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 2.1837 sec
 PD 2.0000 sec
 PW1 5.40 usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 23.5 c
 SLVNT CDCL3
 EXREF 0.00 ppm
 BF 0.12 Hz
 RGAIN 44

No. 2を乾燥させた
 と=3. 酢酸のピークが
 減少.

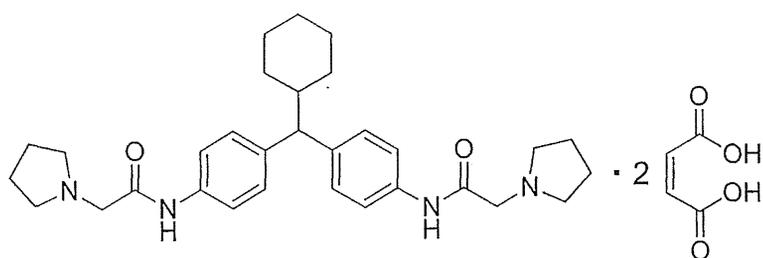
もの = AcOH
 エル 1 = 0.22

No. 3

Z4326 コハク酸塩



Z4327 マレイン酸塩



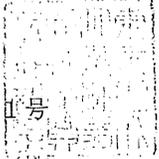


試験成績書

2013年07月25日

岐阜大学 御中

東京化成工業株式会社 品質保証部
〒103-0023
東京都中央区日本橋本町4丁目10番1号
TEL:03(5640)8860、FAX:03(5640)8025



製品名 : N,N'-[(シクロヘキシルメチレン)ジ-4,1-フェニル]ビス[2-(1-ヒドロキシエチル)アセトアミド] コハクサンエン				
製品コード : Z4326	等級 :	製品ロット : GEKHK	判定: 合格	
CAS :				

項目	結果
外観	白色粉末
純度 (HPLC)	99.6 area%
融点	166.0 deg-C
メタノール溶状	澄明
水分	1.0 %
IR	試験適合
NMR (1H)	試験適合
NMR (13C)	試験適合

コハク 回

*** マルチプロット ***

ファイル名 : 204748¥204748

サンプル名 : 粉末X線回折測定試料

コメント :

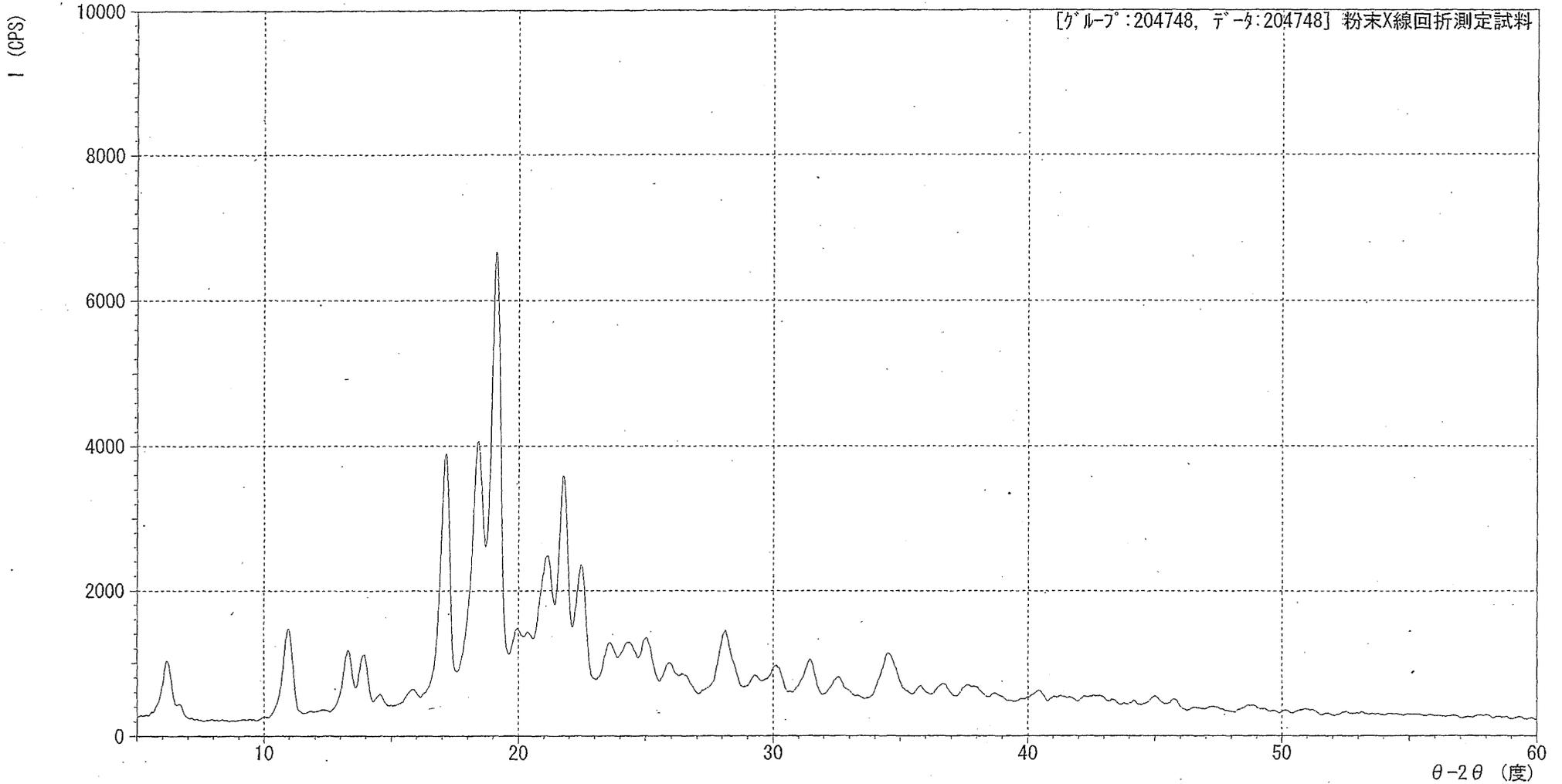
分析日時 : 13-06-21 13:11:02

分析条件

X線管球 : Cu(1.54060 Å) 管電圧 : 40.0 kV 管電流 : 30.0 mA

測定範囲 : 5.0000 ~ 60.0000 度 ステップ幅 : 0.0200 度

計数時間 : 0.30 秒 スリット DS : 1.00 度 SS : 1.00 度 RS : 0.30 mm

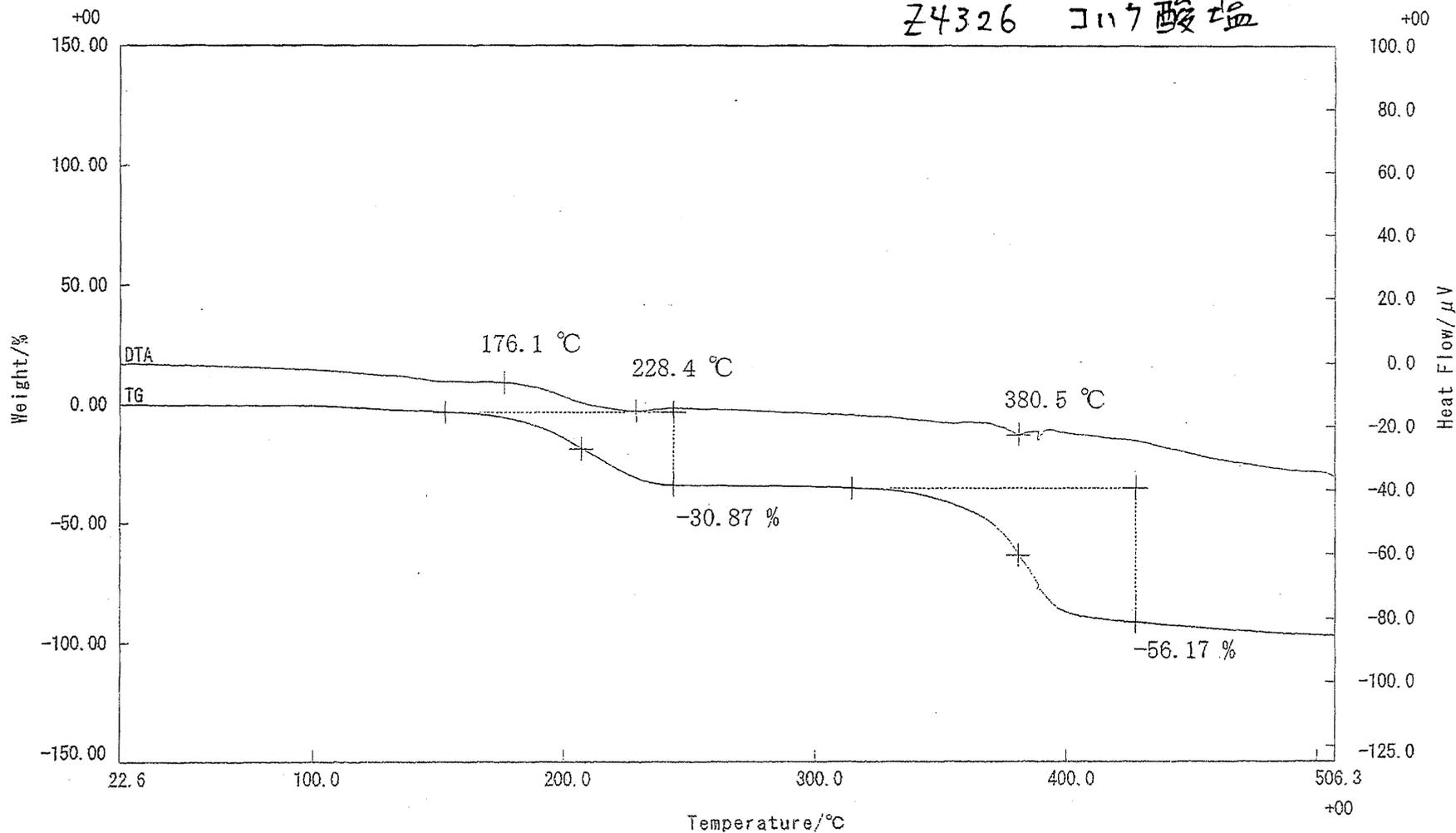


Nickname : Evo2 TG-DTA/S
Model :
Sample : Z4326 Exp81
Weight : 1.702 mg
Sample Pan : Al
Comments1 :
Comments2 :

Reference : Al2O3
Atmosphere : N2
Rate : 10.0°C/min
Sampling : 1.0 s
Operator :

Directory : C:\TpEvo\Data\三山\Z4144
Meas File : Z4326 Exp81R.MES
Record : 2013/07/25 11:58:53
Print Out : 2013/07/25 13:00:45

Z4326 三山酸塩



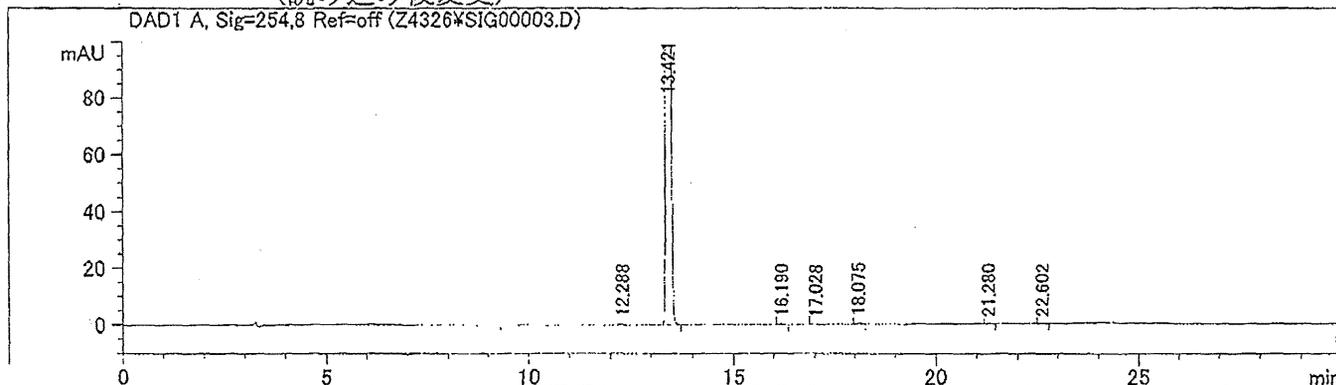
```

=====
注入日       :                               シンクライン : 1
サンプル名   : GEKHK                       カーション   : パイアル 1
ホーレータ  :                               注入回数     : 2
                                                    注入量       : 5 ul
    
```

```

分析メソッド : C:\METHODS\FZ4326.M
最終変更日時 :
解析メソッド : C:\METHODS\FZ4326.M
最終変更日時 :
    
```

(読み込み後変更)



面積パーセントレポート

```

=====
表示順       : シグナル
倍率         : 1.0000
希釈率       : 1.0000
ISTD に対し倍率 & 希釈率 ファクタを使用
    
```

シグナル 1: DAD1 A, Sig=254,8 Ref=off

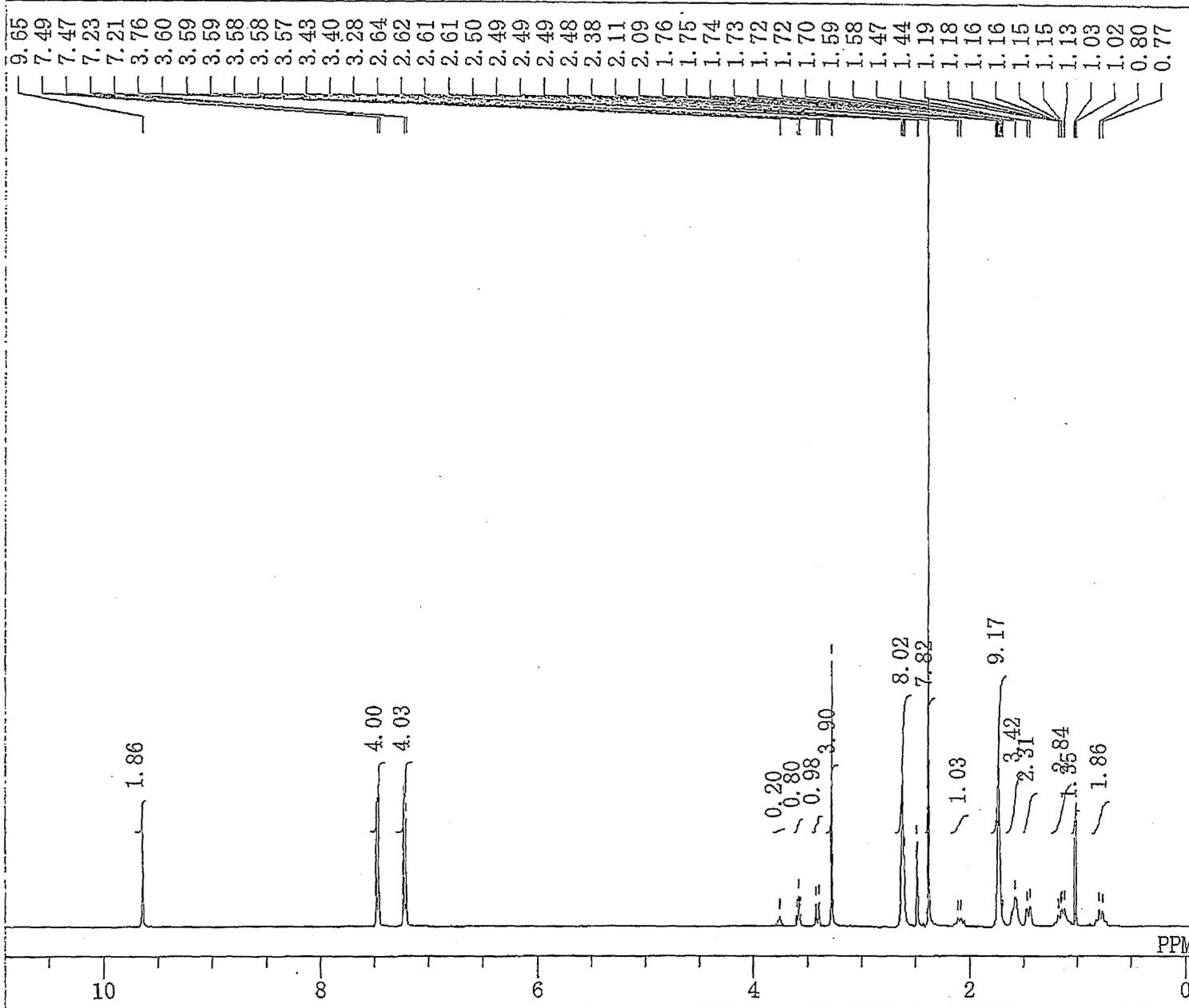
ピーク #	RT [min]	タイプ	ピーク幅 [min]	面積 [mAU*s]	高さ [mAU]	面積 %
1	12.288	BP	0.0889	2.92318	5.09893e-1	0.0956
2	13.421	BB	0.0910	3046.87280	530.28406	99.5936
3	16.190	BB	0.0960	2.29697	3.77379e-1	0.0751
4	17.028	PB	0.0784	6.65590e-1	1.08697e-1	0.0218
5	18.075	PB	0.0989	4.50090	7.20104e-1	0.1471
6	21.280	BB	0.0938	1.09816	1.60645e-1	0.0359
7	22.602	PB	0.0921	9.49187e-1	1.36605e-1	0.0310

トータル : 3059.30679 532.29738

拡張 インテグレーション

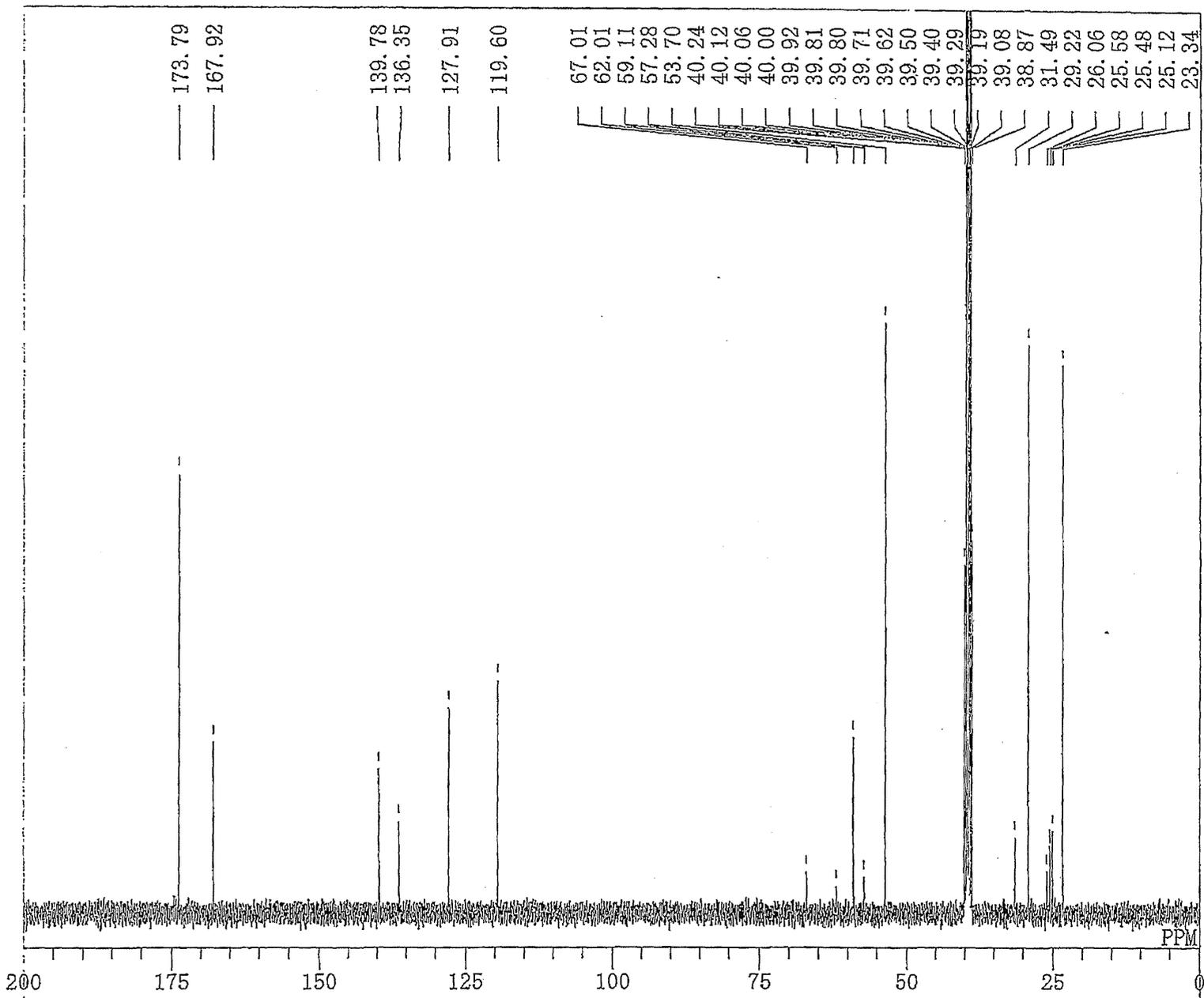
*** レポート終了 ***

Z4326
Lot:GEKHK



DFILE
COMNT
DATIM
OBNUC 1H
EXMOD single_pulse.ex2
OBFRQ 399.78 MHz
OBSET 4.19 KHz
OBFIN 7.29 Hz
POINT 16384
FREQU 7503.00 Hz
SCANS 16
ACQTM 2.1837 sec
PD 5.0000 sec
PWI 5.40 usec
IRNUC 1H
CTEMP 23.2 c
SLVNT DMSO
EXREF 2.49 ppm
BF 0.12 Hz
RGAIN 40

Z4326
Lot:GEKHK



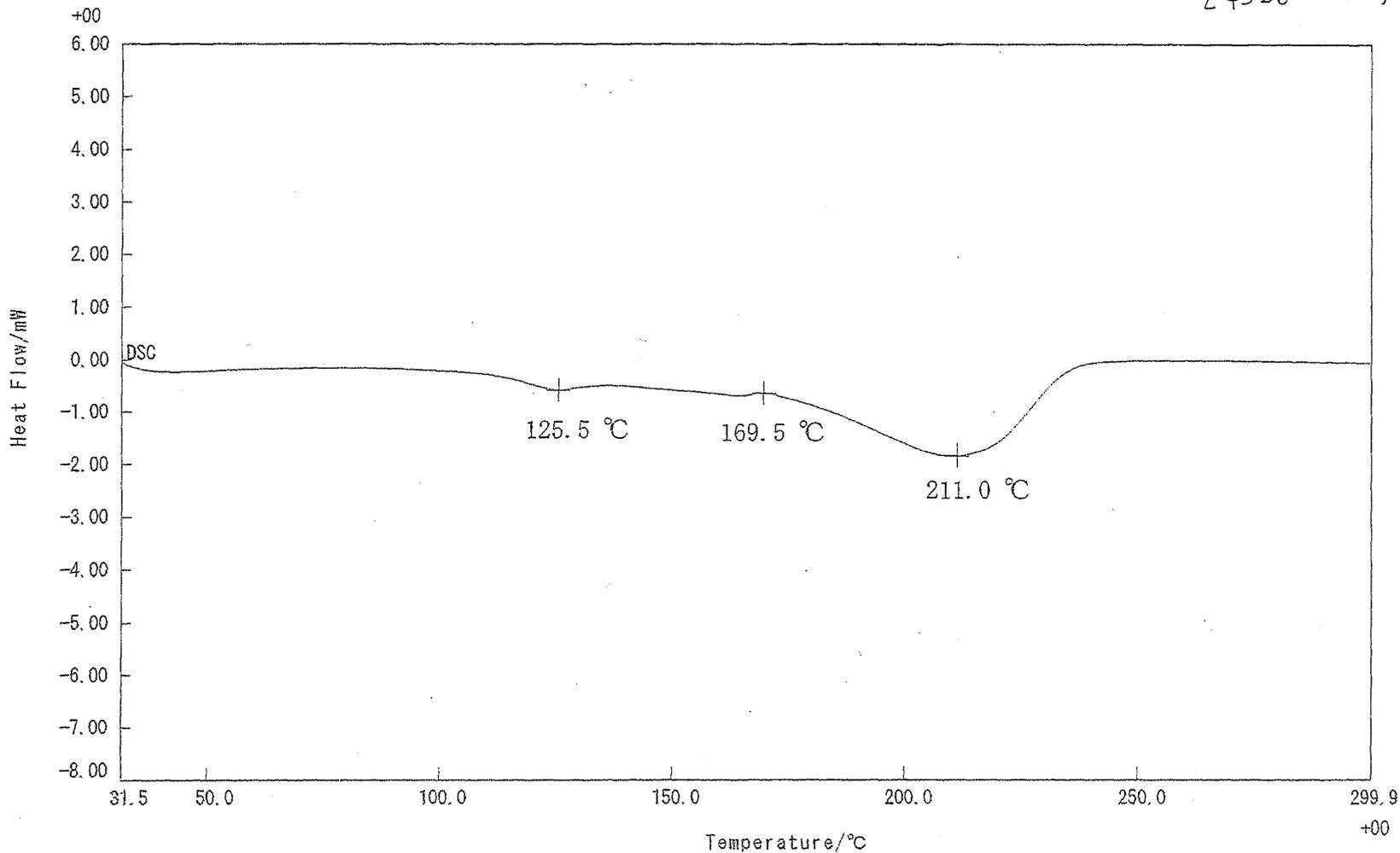
DFILE
COMNT
DATIM
OBNUC 13C
EXMOD single_pulse_dec
OBFRQ 100.53 MHz
OBSET 5.35 KHz
OBFIN 5.86 Hz
POINT 32768
FREQU 31407.03 Hz
SCANS 1000
ACQTM 1.0433 sec
PD 2.0000 sec
PW1 3.00 usec
IRNUC 1H
CTEMP 22.9 c
SLVNT DMSO
EXREF 39.50 ppm
BF 0.12 Hz
RGAIN 60

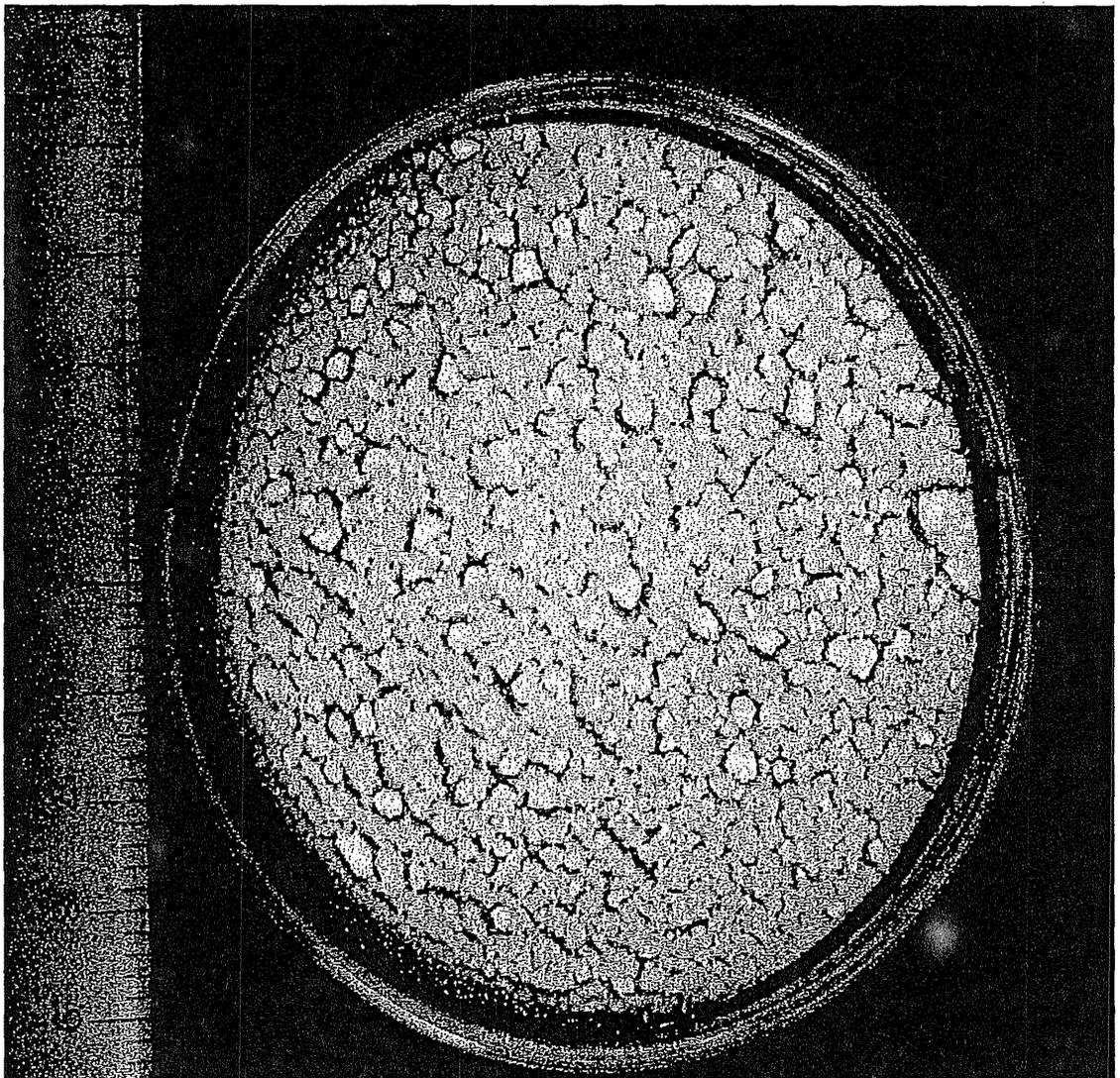
Nickname : Evo2 DS08230
Model :
Sample : Z4144 Exp81
Weight : 1.200 mg
Sample Pan : Al
Comments1 :
Comments2 :

Reference : Al2O3
Atmosphere : N2
Rate : 10.0°C/min
Sampling : 1.0 s
Operator :

Directory : C:\TpEvo\Data\三山\Z4144
Meas File : Z4144 Exp81R.MES
Record : 2013/06/27 15:28:51
Print Out : 2013/06/27 15:29:54

Z4326 217 酸塩





P092 コハク酸塩 苛酷試験 (2週間)

P-092 コハク酸塩原葉の苛酷（オープン）試験結果

化合物コード名： P092 コハク酸塩	ロット番号： GEKHK
製造日： 2013年7月8日	製造場所： 東京化成工業株式会社

本試験に関しては初期値からの変化を見ることとし、規格を設定しない

保存温湿度条件：40°C±2°C/75%RH±5%RH		保存開始日：2013年7月9日		4週間保存品 8月6日
項目	方法	初期値	2週間保存品	
保存/取出し日		7月9日	7月23日	
外観	日局通則	白色粉末	黄みがかった飴状物質	
融点	1回目	日局融点測定法	171.4°C	171.4°C
	2回目		172.3°C	169.8°C
	3回目		171.7°C	171.1°C
	平均値		171.8°C	170.8°C
	SD		0.5°C	0.9°C
	RSD		0.3%	0.5%
赤外吸収スペクトル	日局赤外吸収スペクトル法	—	2363cm ⁻¹ 付近のピークが顕著に見える	
核磁気共鳴スペクトル	日局核磁気共鳴スペクトル法	—	保存開始時に δ =1.033 及び 1.045 付近に認められたシグナルの強度減少	
粉末 X線回折	日局粉末 X線回折測定法	—	ピークがブロード化し、ピーク強度が小さくなった。ピーク角度に大きな変化はない	
水分	1回目	日局水分測定法(カール・フィッシャー法) 単位：ppm	11595	81232
	2回目		11849	81998
	3回目		11526	82683
	平均値		11657	81971
	SD		170	726
	RSD		1.5%	0.9%
純度	1回目	日局液体クロマトグラフィー	99.7%	99.4%
	2回目		99.7%	99.4%
	3回目		99.7%	99.4%
	平均値		99.7%	99.4%
	SD		0.0%	0.0%
	RSD		0.0%	0.0%



試験成績書

2013年07月25日

岐阜大学 御中

東京化成工業株式会社 品質保証部
〒103-0023
東京都中央区日本橋本町4丁目10番1号
TEL:03(5640)8860、FAX:03(5640)8025



製品名 : N,N'-[(シクロヘキシルメチレン)ジ-4,1-フェニル]ビス[2-(1-ヒドロキシニル)アセトアミド] マレインサンエン				
製品コード : Z4327	等級 :	製品ロット : W6ANM	判定 : 合格	
CAS :				

項目	結果
外観	ほとんど白色粉末
純度 (HPLC)	99.5 area%
融点	155.0 deg-C
メタノール溶状	澄明
水分	2.0 %
IR	試験適合
NMR (1H)	試験適合
NMR (13C)	試験適合

マレイン酸

*** マルチンロット ***

ファイル名 : 203597¥203597

サンプル名 : 粉末X線回折測定試料

コメント :

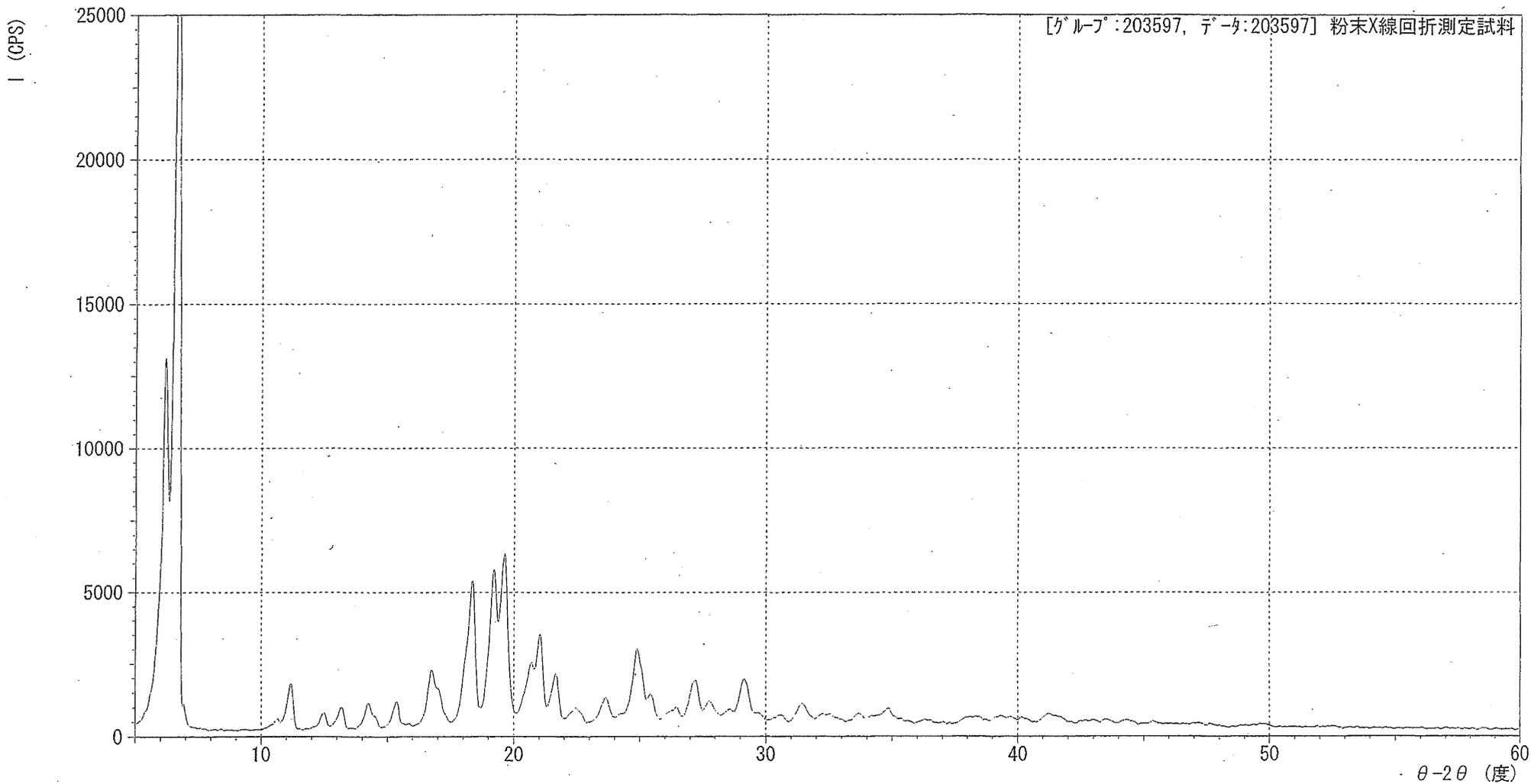
分析日時 : 13-05-09 11:37:53

分析条件

X線管球 : Cu(1.54060 Å) 管電圧 : 40.0 kV 管電流 : 30.0 mA

測定範囲 : 5.0000 ~ 60.0000 度 ステップ幅 : 0.0200 度

計数時間 : 0.30 秒 スリット DS : 1.00 度 SS : 1.00 度 RS : 0.30 mm



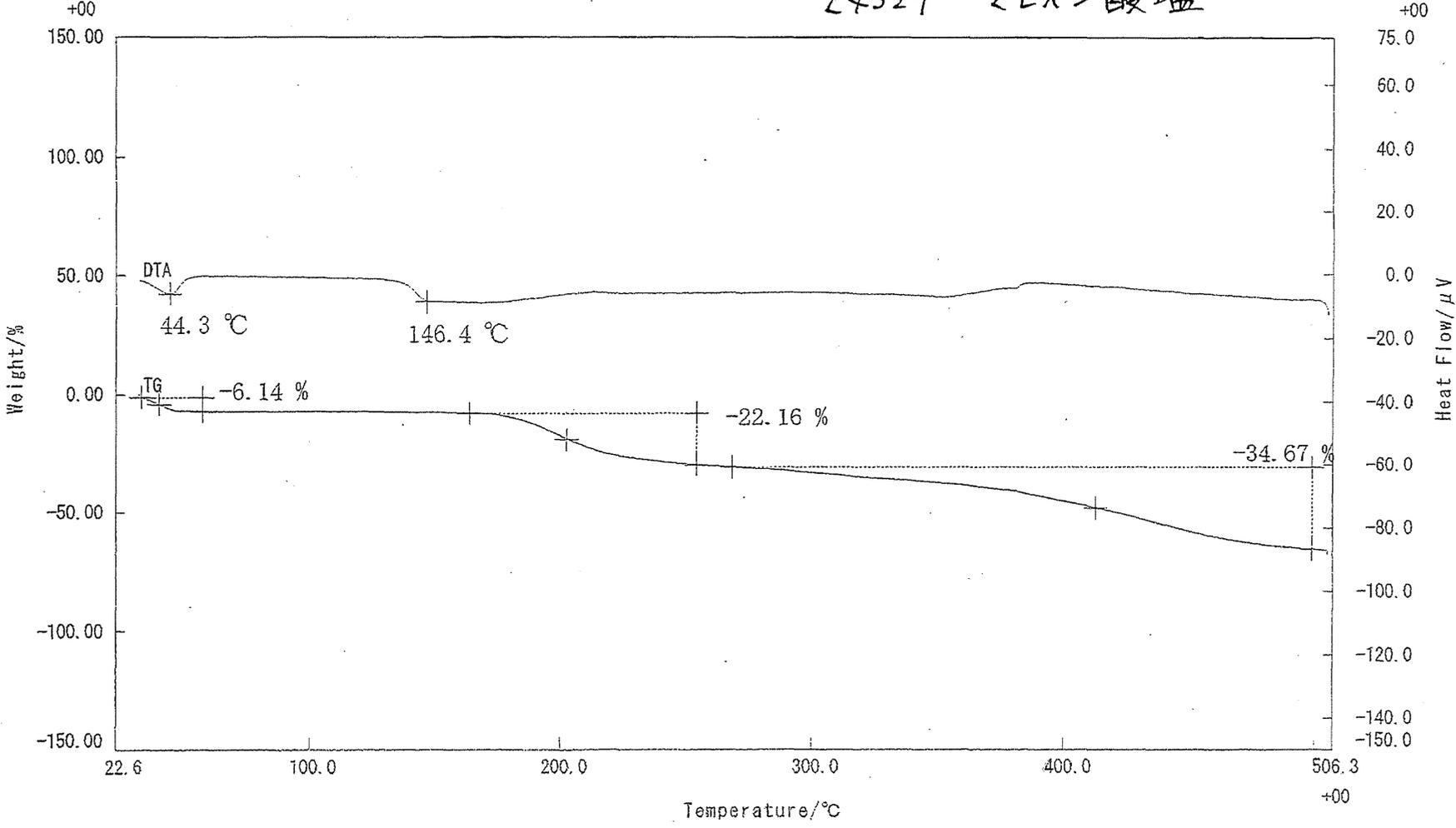
Nickname : Evo2 TG-DTA/S
Model :
Sample : Z4327 Exp80
Weight : 1.901 mg
Sample Pan : Al
Comments1 :
Comments2 :

Reference : Al2O3
Atmosphere : N2
Rate : 10.0°C/min
Sampling : 1.0 s
Operator :

Directory : C:*TpEvo*Data*\三山*Z4144
Meas File : Z4327 Exp80R.MES
Record : 2013/07/25 12:57:02
Print Out : 2013/07/25 13:17:37

Z4327 マルチン酸塩

-299

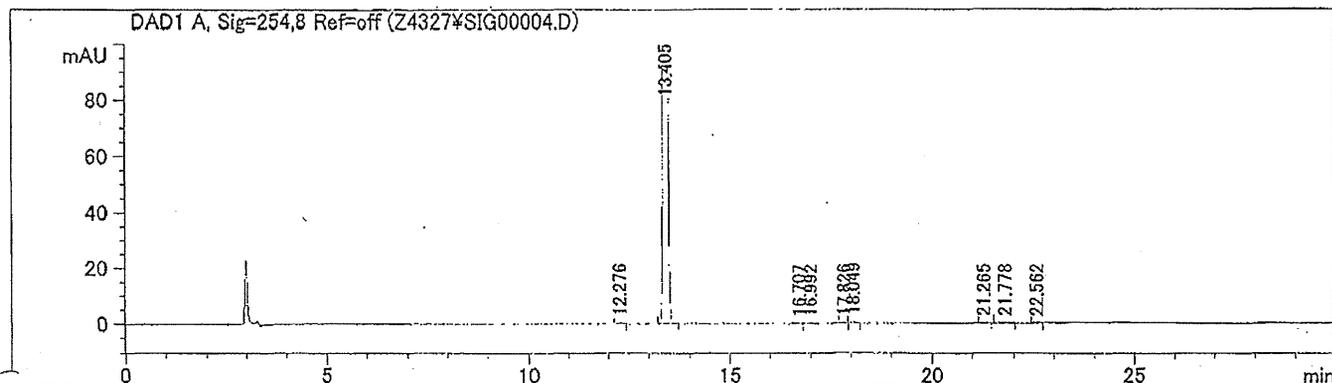


```

=====
注入日       :                               シーケンスライン :    3
サンプル名   :   W6ANM                       操作名       :   バイアル 1
ホプレート   :                               注入回数     :    1
                                           注入量       :   5 ul

分析メソッド :   C:\METHODS\Z4327.M
最終変更日時 :
解析メソッド :   C:\METHODS\Z4327.M
最終変更日時 :
=====

```



面積パーセントレポート

```

=====
表示順       :   シケル
倍率         :   1.0000
希釈率       :   1.0000
ISTD に対し倍率 & 希釈率 ファクタを使用
=====

```

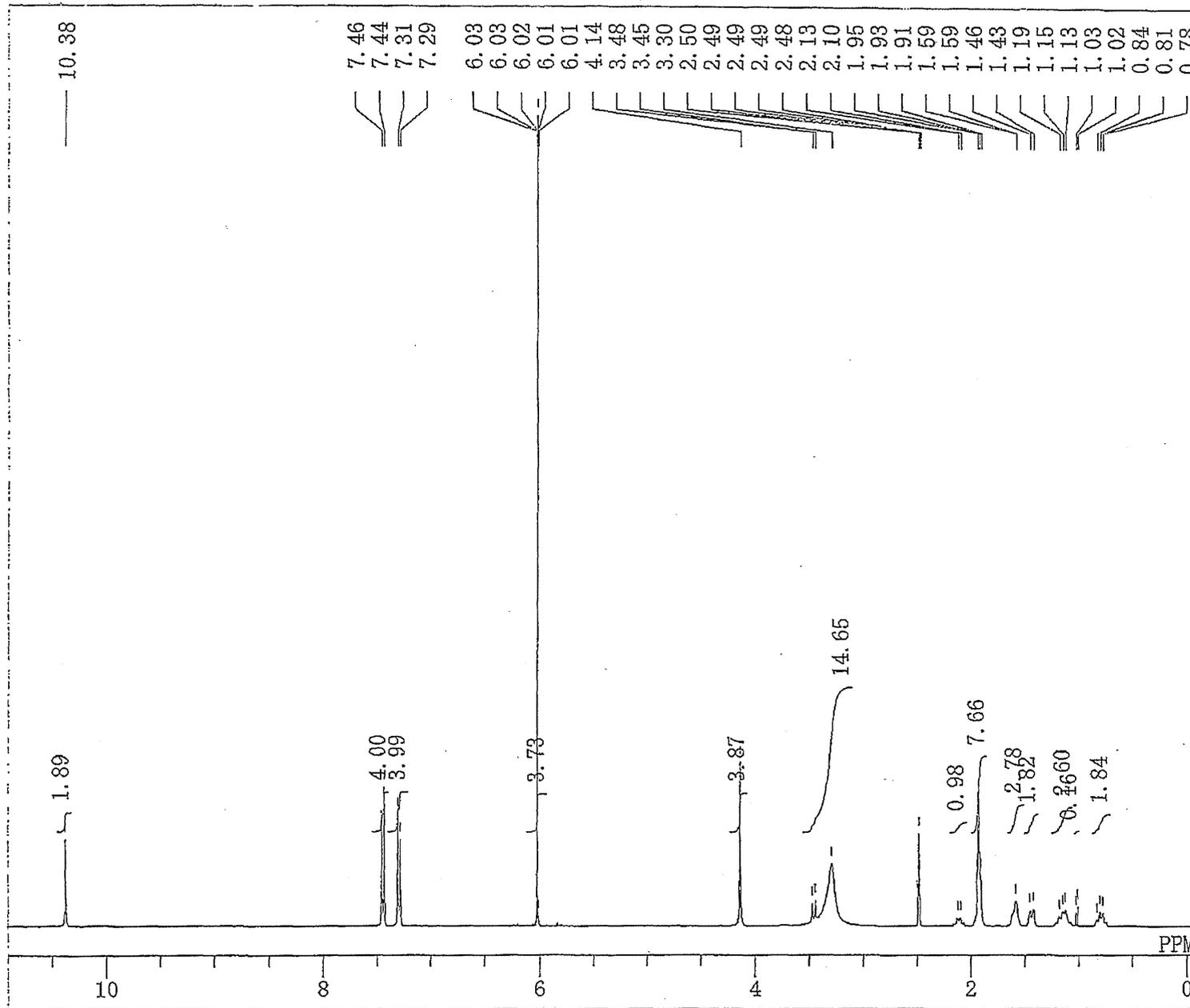
シケル 1: DADI A, Sig=254,8 Ref=off

ピーク #	RT [min]	タイプ	ピーク幅 [min]	面積 [mAU*s]	高さ [mAU]	面積 %
1	12.276	BP	0.0888	3.10478	5.50534e-1	0.0963
2	13.405	PB	0.0903	3209.55737	564.41077	99.5138
3	16.707	MM	0.1102	5.93303e-1	8.96939e-2	0.0184
4	16.992	BP	0.0904	9.20564e-1	1.33565e-1	0.0285
5	17.826	BV	0.0785	1.44153	2.35370e-1	0.0447
6	18.049	VB	0.0978	4.83387	7.74354e-1	0.1499
7	21.265	BB	0.1126	1.80237	2.11163e-1	0.0559
8	21.778	BB	0.1428	2.05097	1.74895e-1	0.0636
9	22.562	PP	0.0937	9.35147e-1	1.48113e-1	0.0290

トータル : 3225.23991 566.72845

拡張 インテグレーション

*** レポート終了 ***



DFILE
 COMNT
 DATIM
 OBNUC 1H
 EXMOD single_pulse.ex2
 OBFRQ 399.78 MHz
 OBSET 4.19 KHz
 OBFIN 7.29 Hz
 POINT 16384
 FREQU 7503.00 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 2.1837 sec
 PD 5.0000 sec
 PW1 5.40 usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 22.8 c
 SLVNT DMSO
 EXREF 2.49 ppm
 BF 0.12 Hz
 RGAIN 40