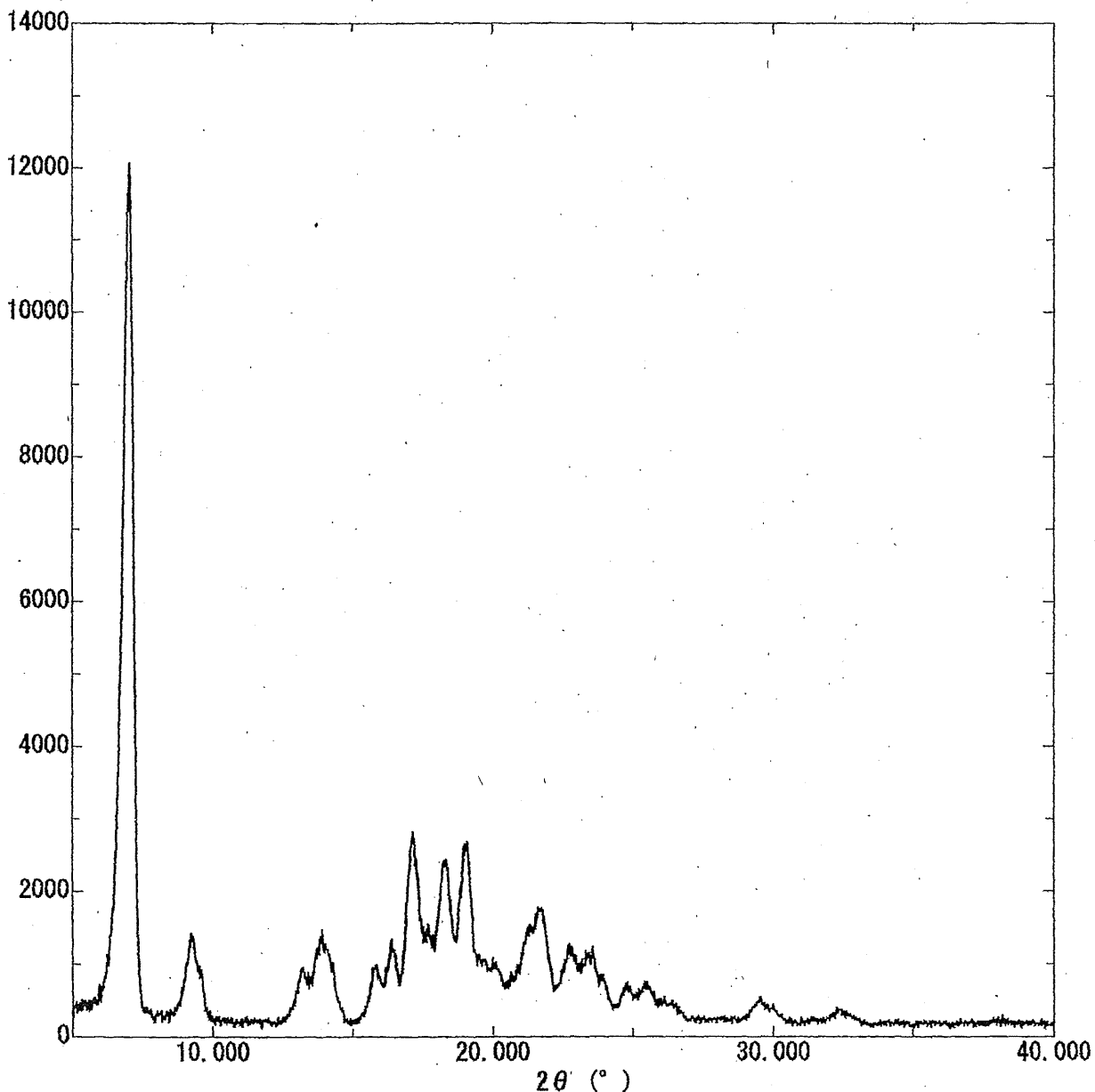


P092

生データ

サンプル名	: P092EGWYC-HT-01	ファイル	: P092EGWYC-HT.raw
コメント	:	測定日	: 13-May-13 04:19:52
測定者	: Administrator		
燃	:		
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°
インシデントモノクロ	: 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.
サブリンク幅	: 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)



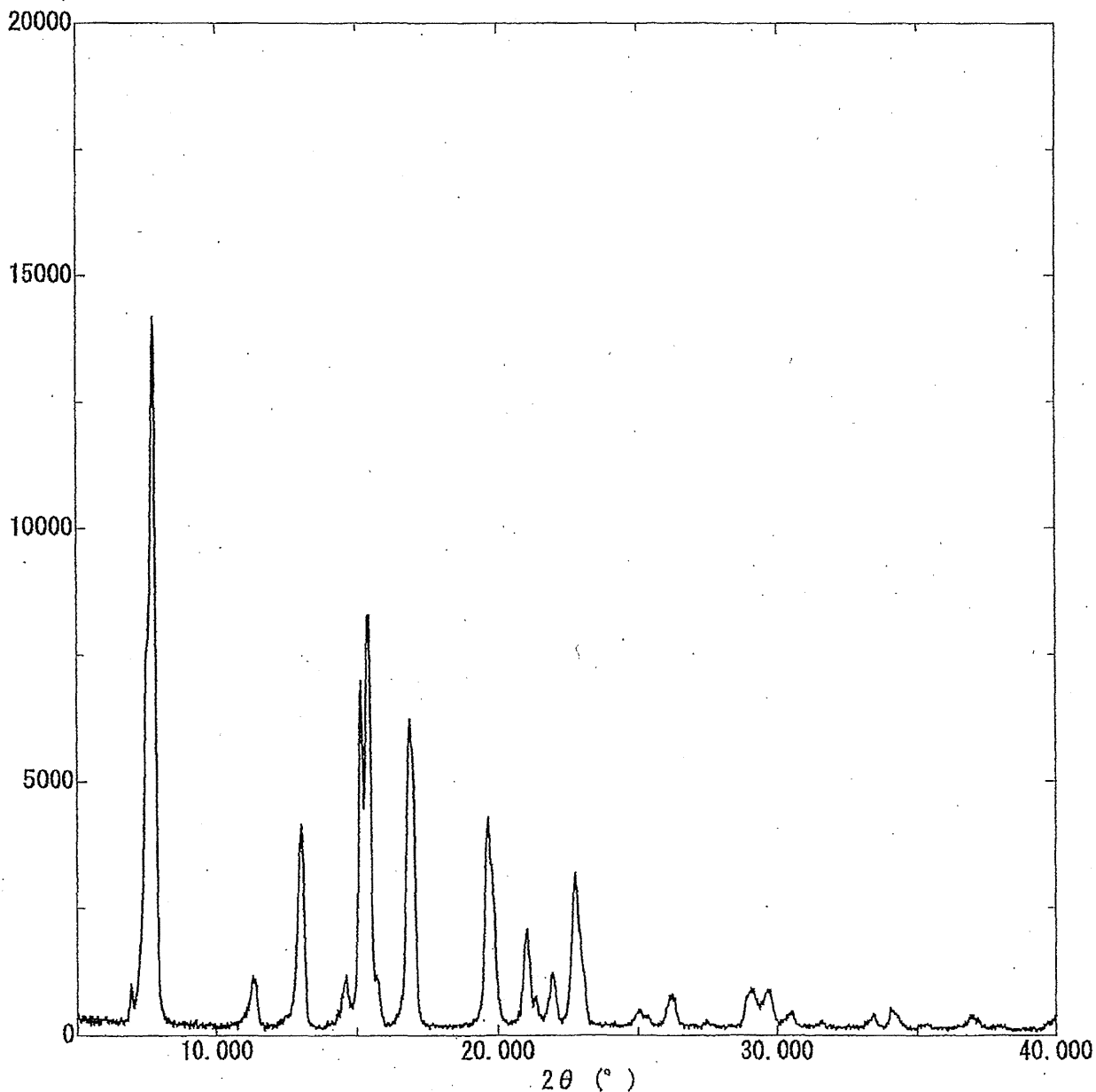
生データ

サンプル名	: P092SucAcCN-02s	ファイル	: P092SucAcCN02s.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 00:51:22
測定者	: Administrator		
元	:		

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.
サブリング幅	: 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		

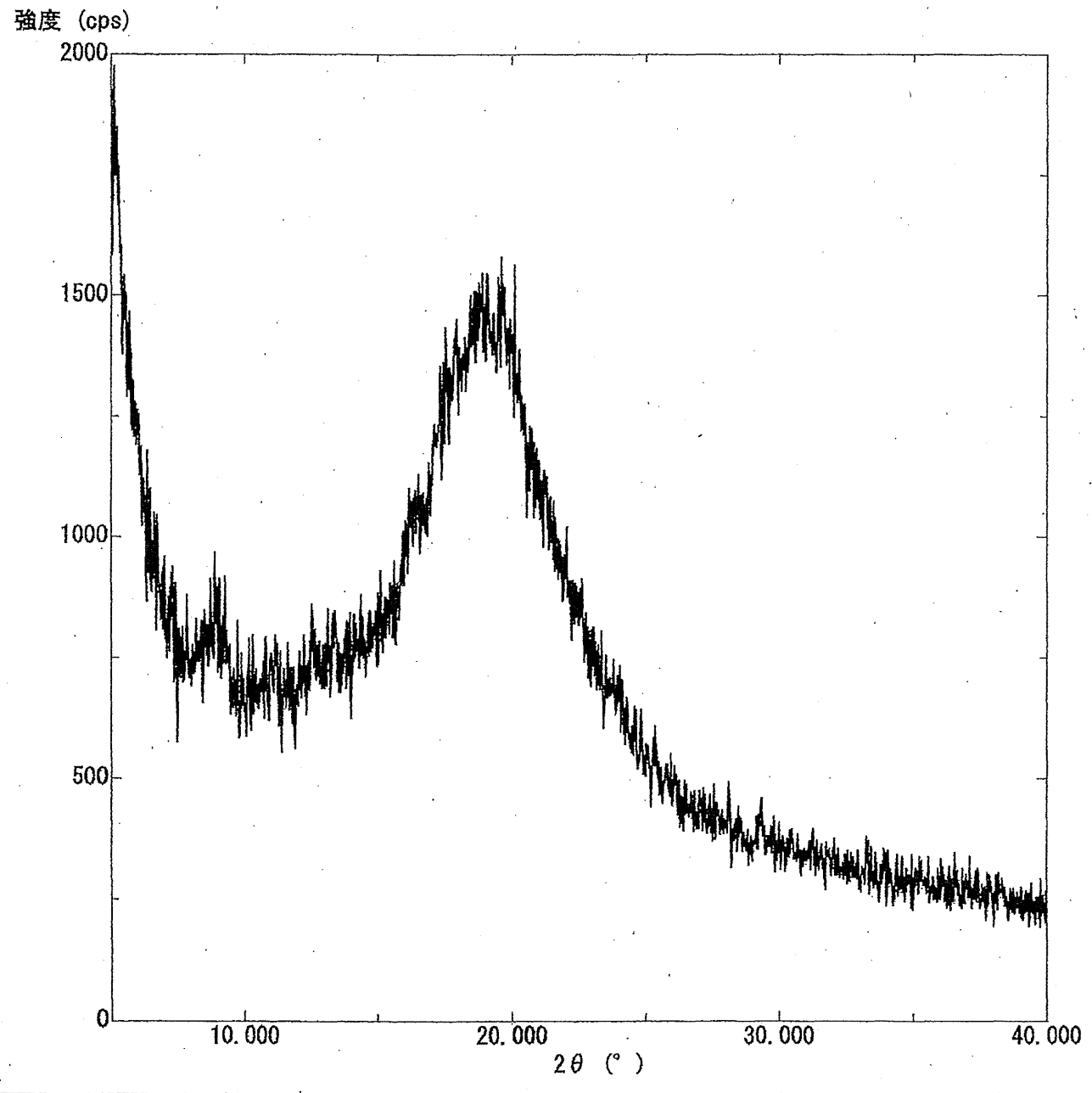
強度 (cps)



酒石酸塩 - THF

生データ

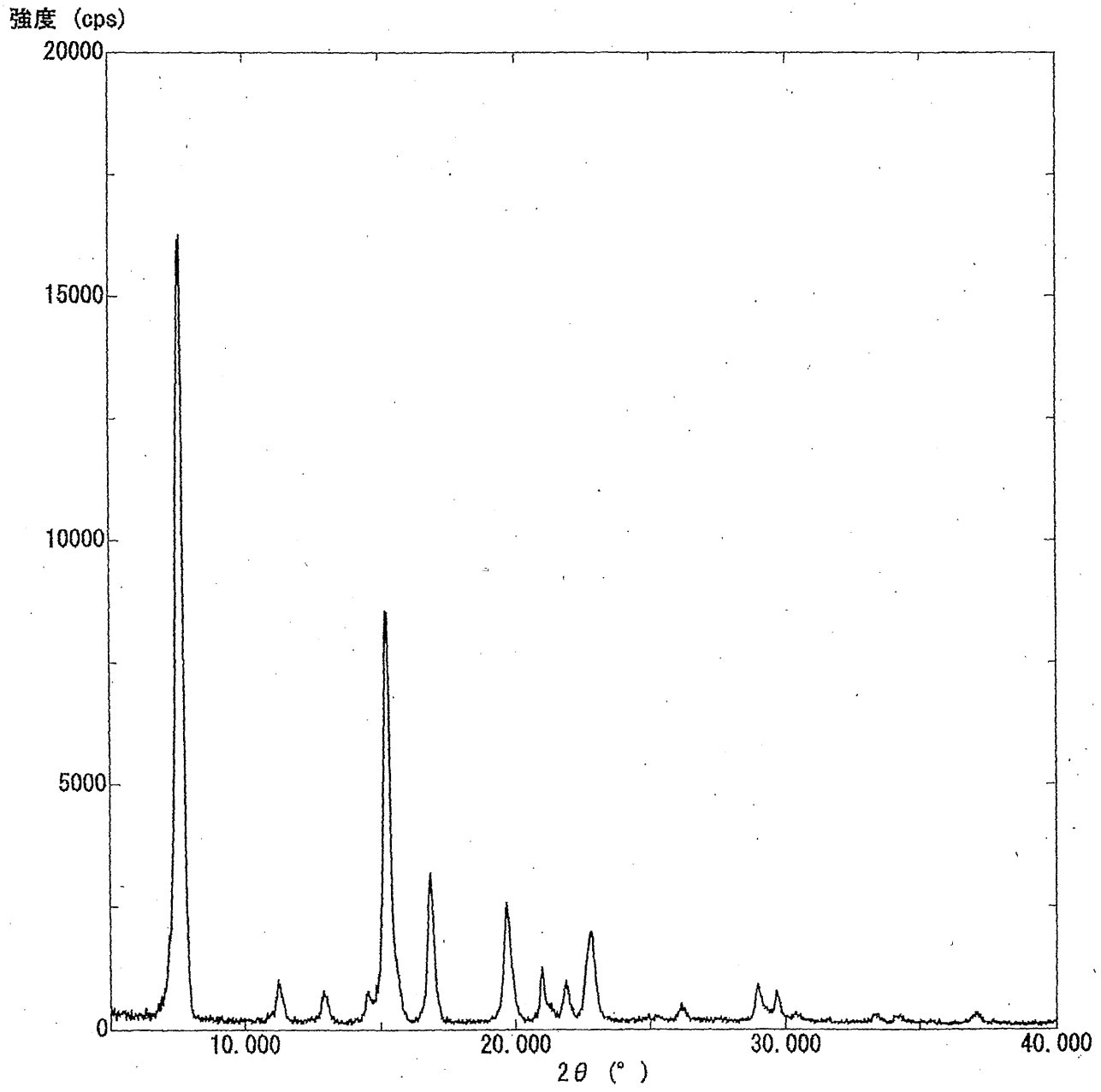
サンプル名	: P092TataTHF-02A	ファイル	: P092TataTHF02A.raw
コメント	:	測定日	: 24-May-13 03:13:03
測定者	: Administrator		
測定機	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlex II ゴニオメータ +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダ		
試料番号	: 1		
フィルム	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インテントモノクロ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノクロメータ	: 固定モノクロメータ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: 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.
サンプルリング幅	: 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		



酢酸塩 - AcCN

生データ

サンプル名	: P092AcOHAcCN-03	ファイル	: P092AcOHAcCN03.raw
コメント	:	測定日	: 30-May-13 02:41:26
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°
インデントモノクロ	: 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.
サブリンク幅	: 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		

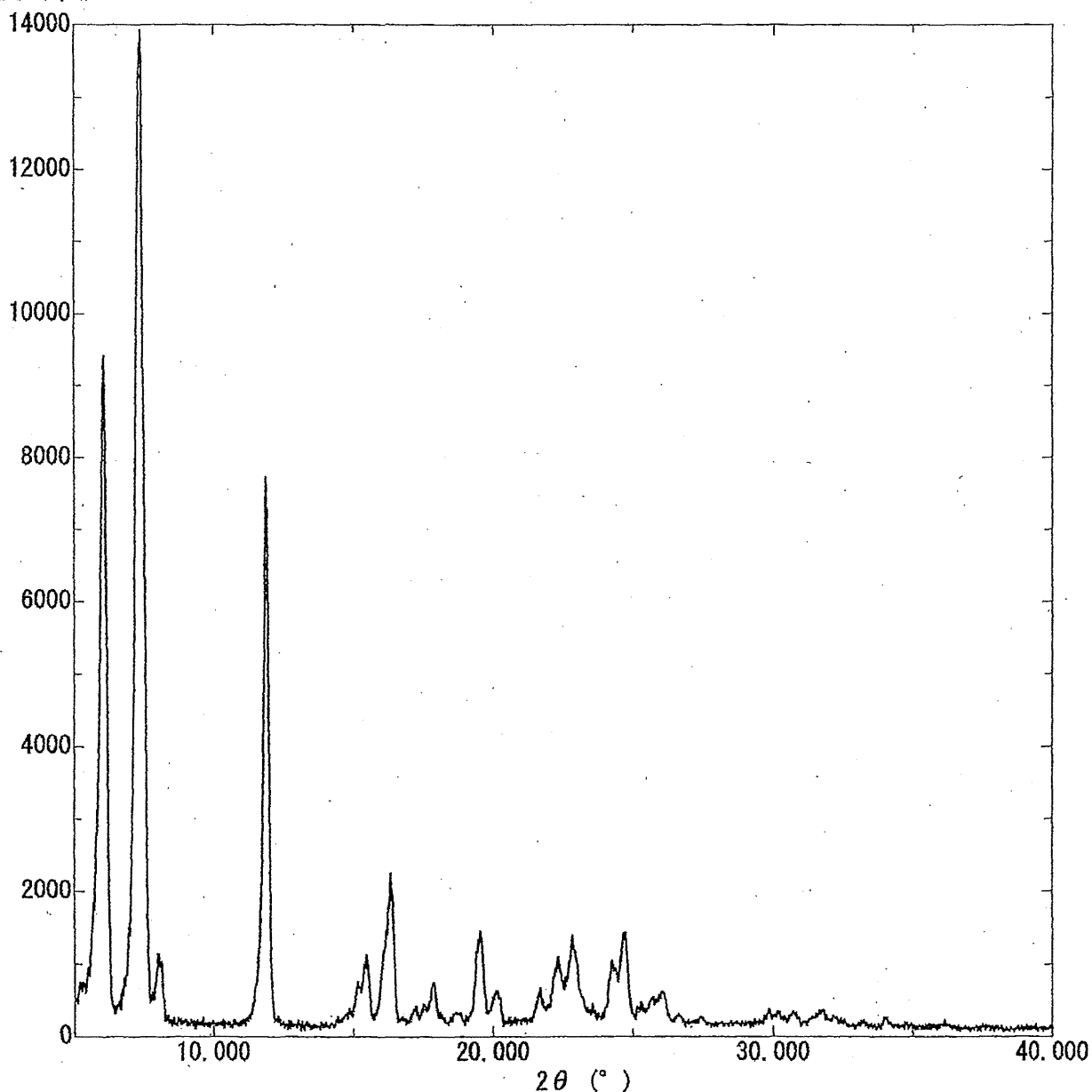


乳酸塩 - AcCN

生データ

サンプル名	: P092LacAcCN-01	ファイル	: P092LacAcCN01.raw
コメント	:	測定日	: 22-May-13 22:24:28
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII 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°
インシデントモノクロ	: 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 (MiniFlexII)	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)



2013-May-22 22:31:34 Page-1

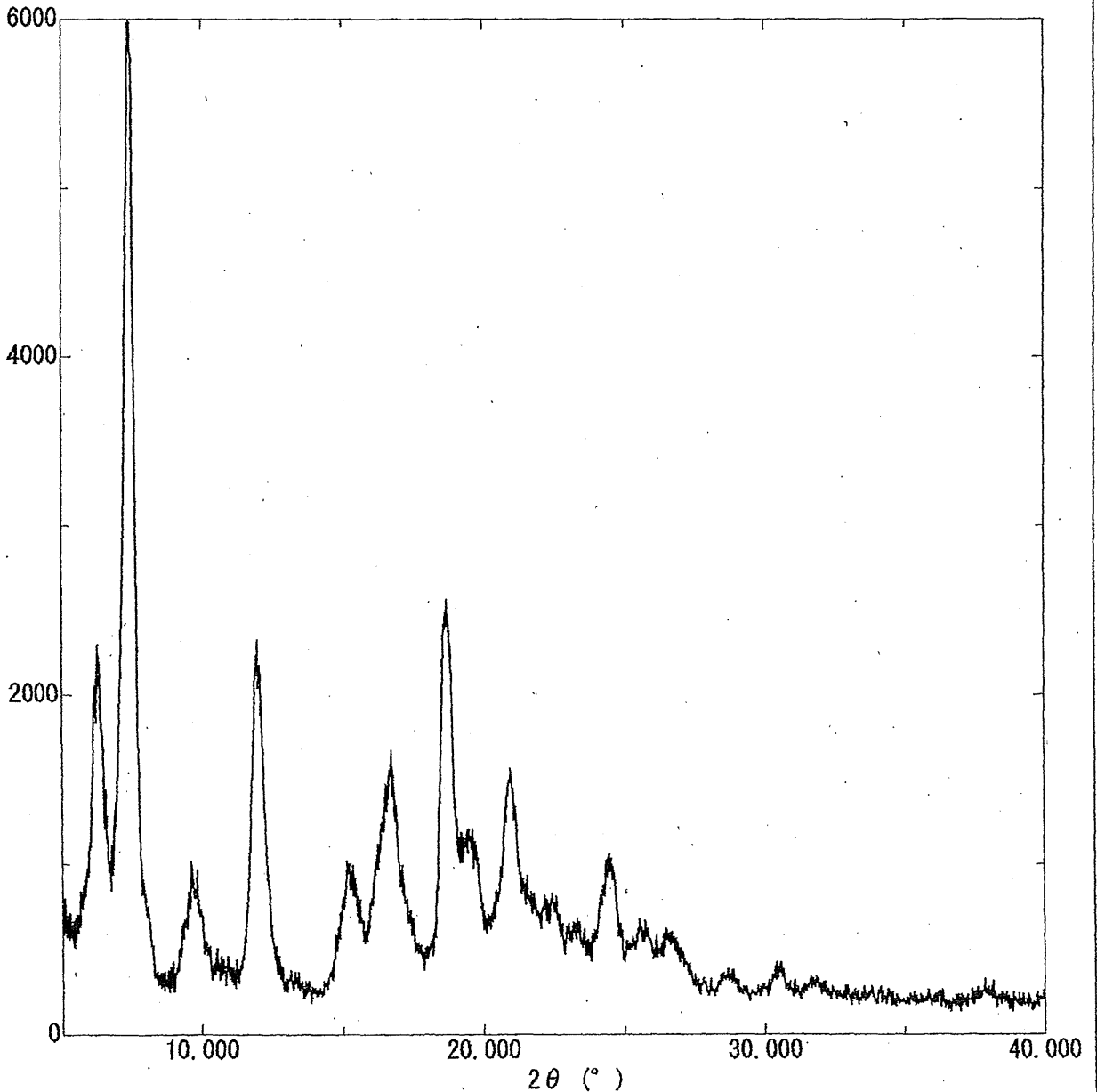
生データ

サンプル名	: P092ManIPA-02H	ファイル	: P092ManIPA02H.raw
コメント	:	測定日	: 30-May-13 02:01:58
測定者	: Administrator		
圧	:		

X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII 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°
インデントモノクロ	: 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)

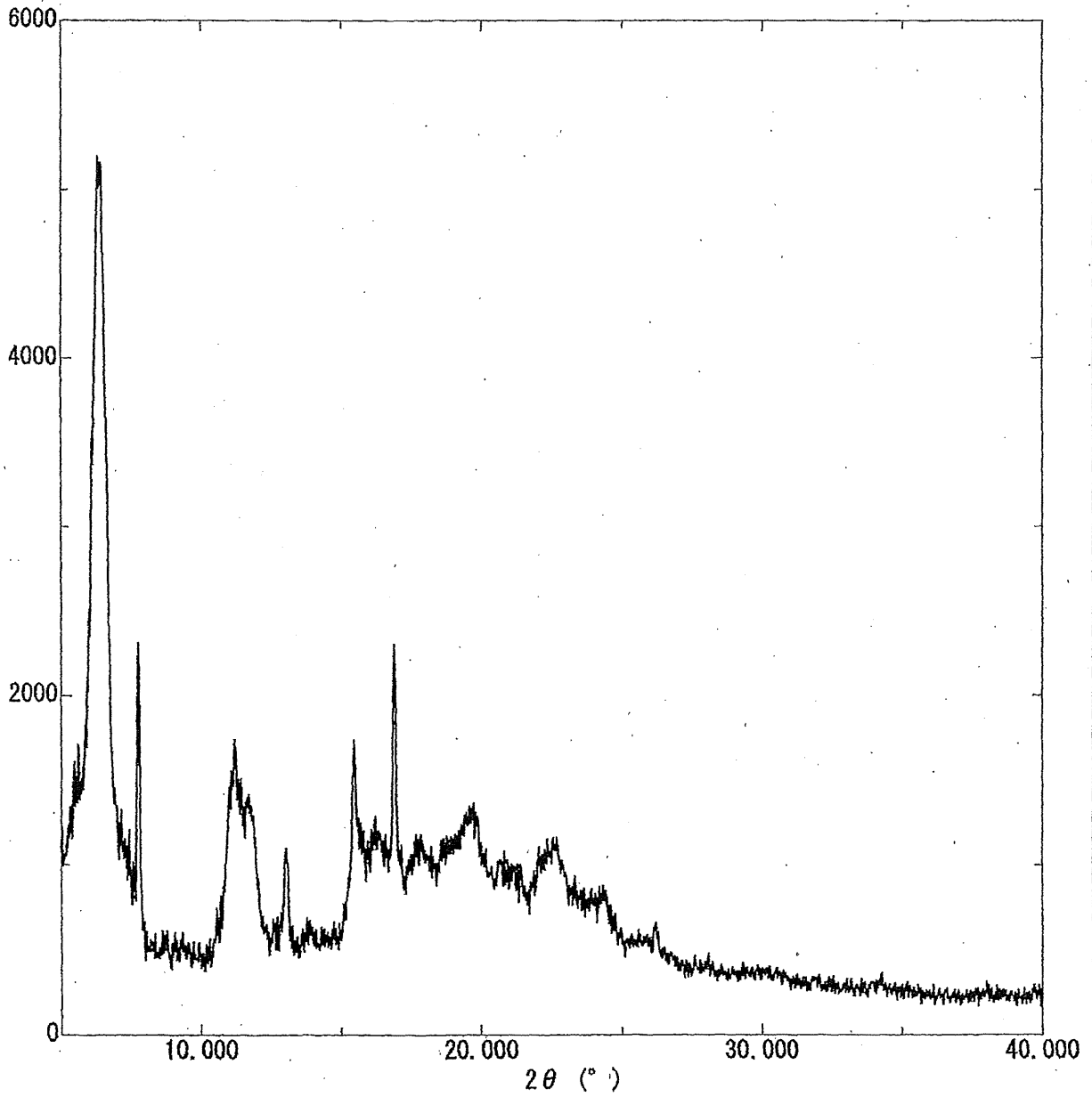


マニリン酸塩 - AcCN

生データ

サンプル名	: P092ManAcCN-02H	ファイル	: P092ManAcCN02H.raw
コメント	:	測定日	: 30-May-13 02:13:34
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII 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°
インテントモノカ	: 不使用	散乱スリット	: 1.25°
カウンタモノカ	: 固定モノカ	受光スリット	: 0.3mm
カウンタ	: シンチレーションカウンタ (MiniFlexII)	モノカ受光スリット	: 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)

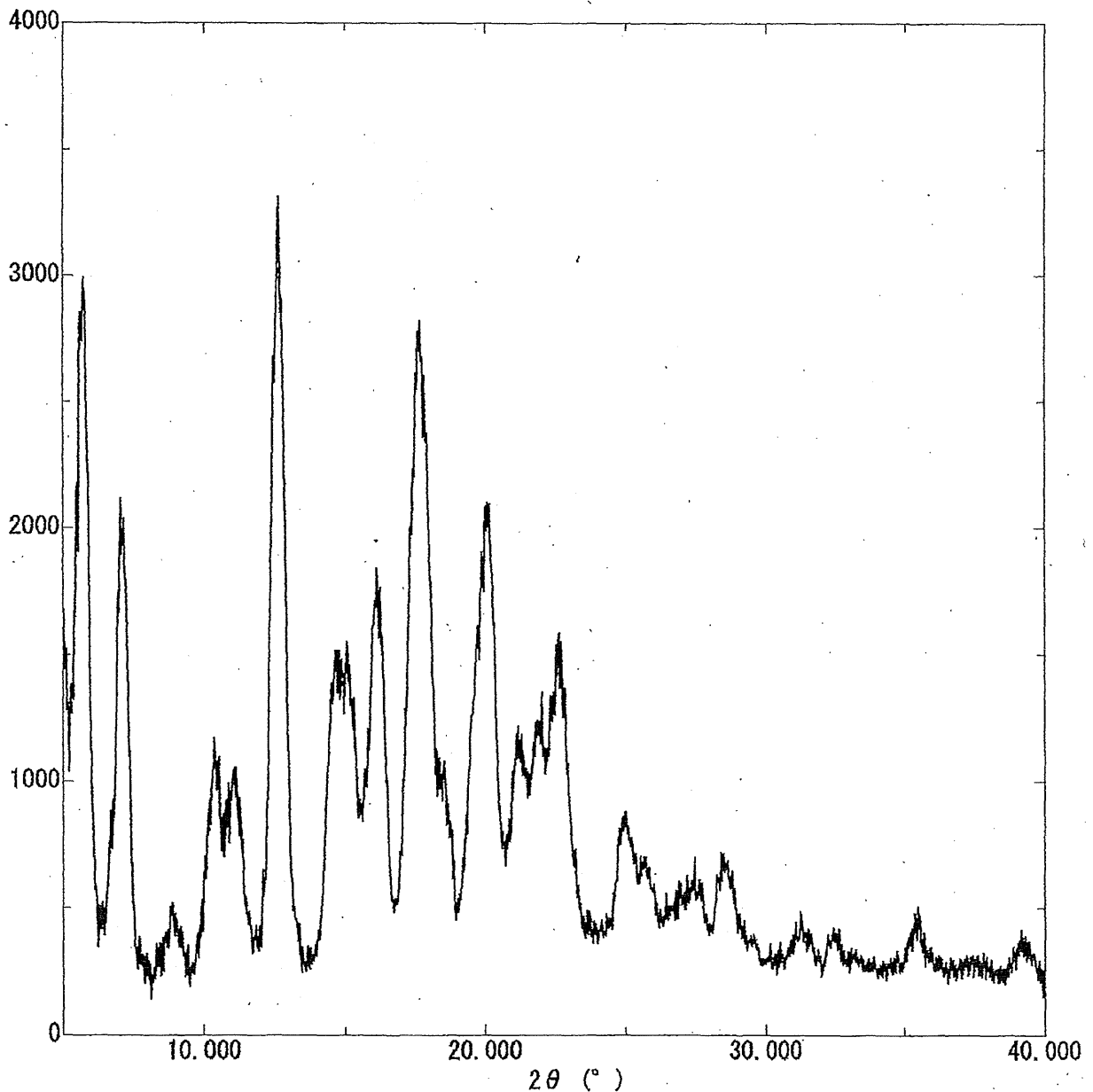


フマル酸塩-アセトン

生データ

サンプル名	: P092FAcTon-02	ファイル	: P092FACTon02.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 01:10:21
測定者	: Administrator		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII 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°
インデントモノクロ	: 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 (MiniFlexII)	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.
サブリンク幅	: 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		

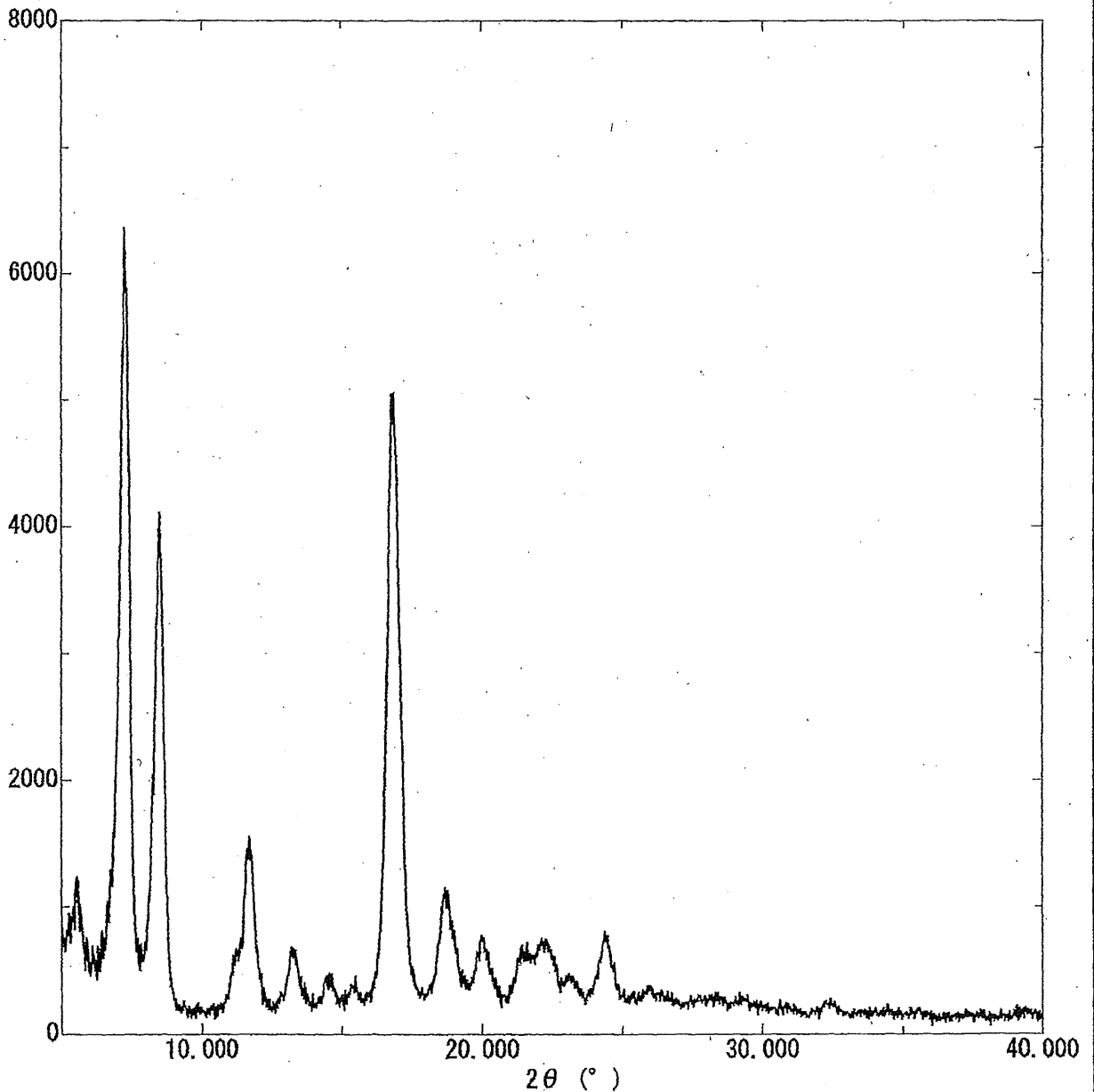
強度 (cps)



生データ

サンプル名	: P092BZSIPA-02	ファイル	: P092BZSIPA02.raw
コメント	:	測定日	: 24-May-13 02:50:53
測定者	: Administrator		
測定機	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
モニター	: MiniFlexII モニター +		
アタッチメント	: 標準試料ホルダー		
試料番号	: 1		
フィルタ	: 不使用	発散スリット +	: 1.25°
インデントモノクロ	: 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.
サブリンク幅	: 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		

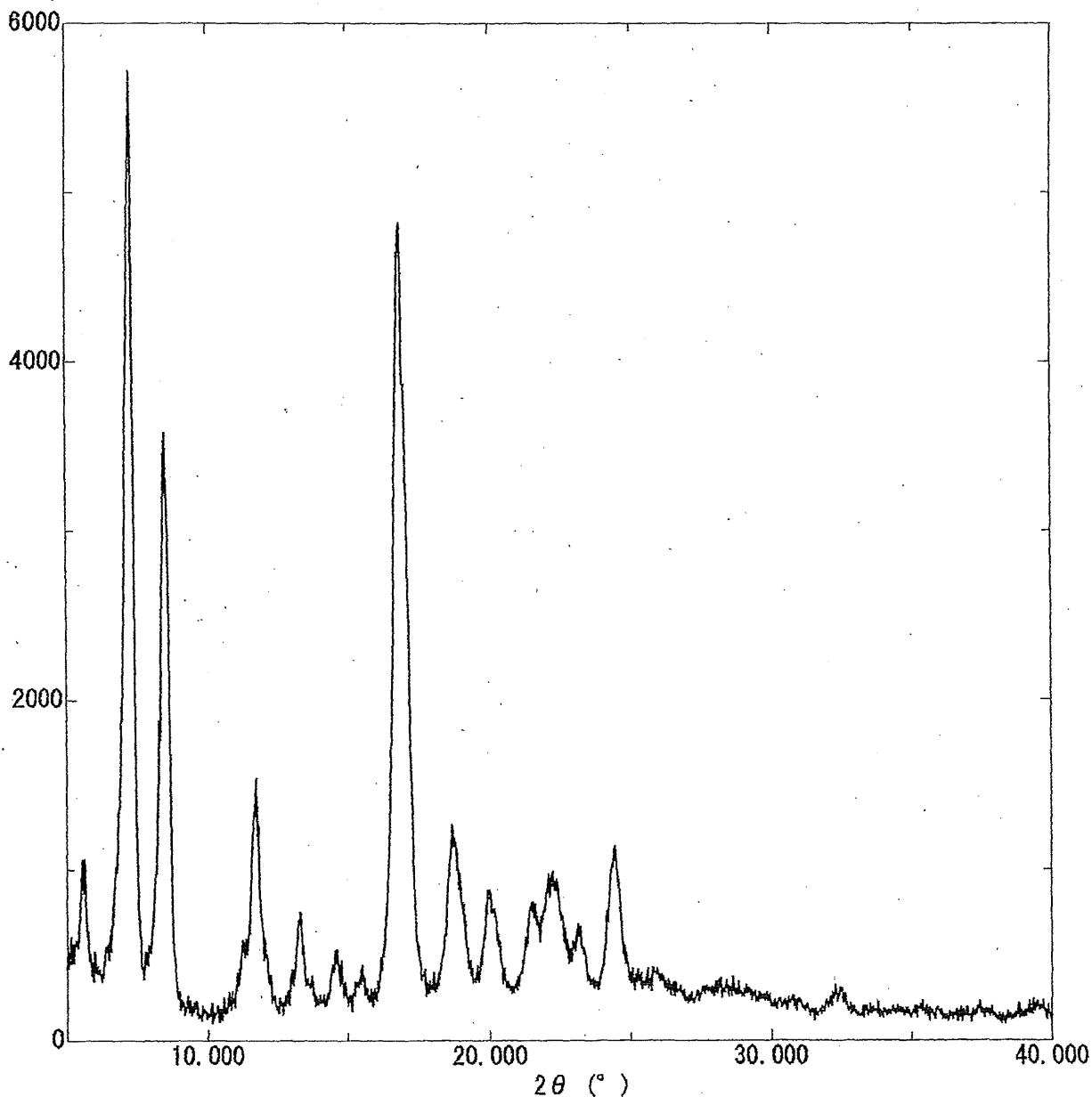
強度 (cps)



生データ

サンプル名	: P092BZSTHF-02	ファイル	: P092BZSTHF02.raw
コメント	:	測定日	: 28-May-13 01:18:57
測定者	: Administrator		
元	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII 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.
サンプルリフト幅	: 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		

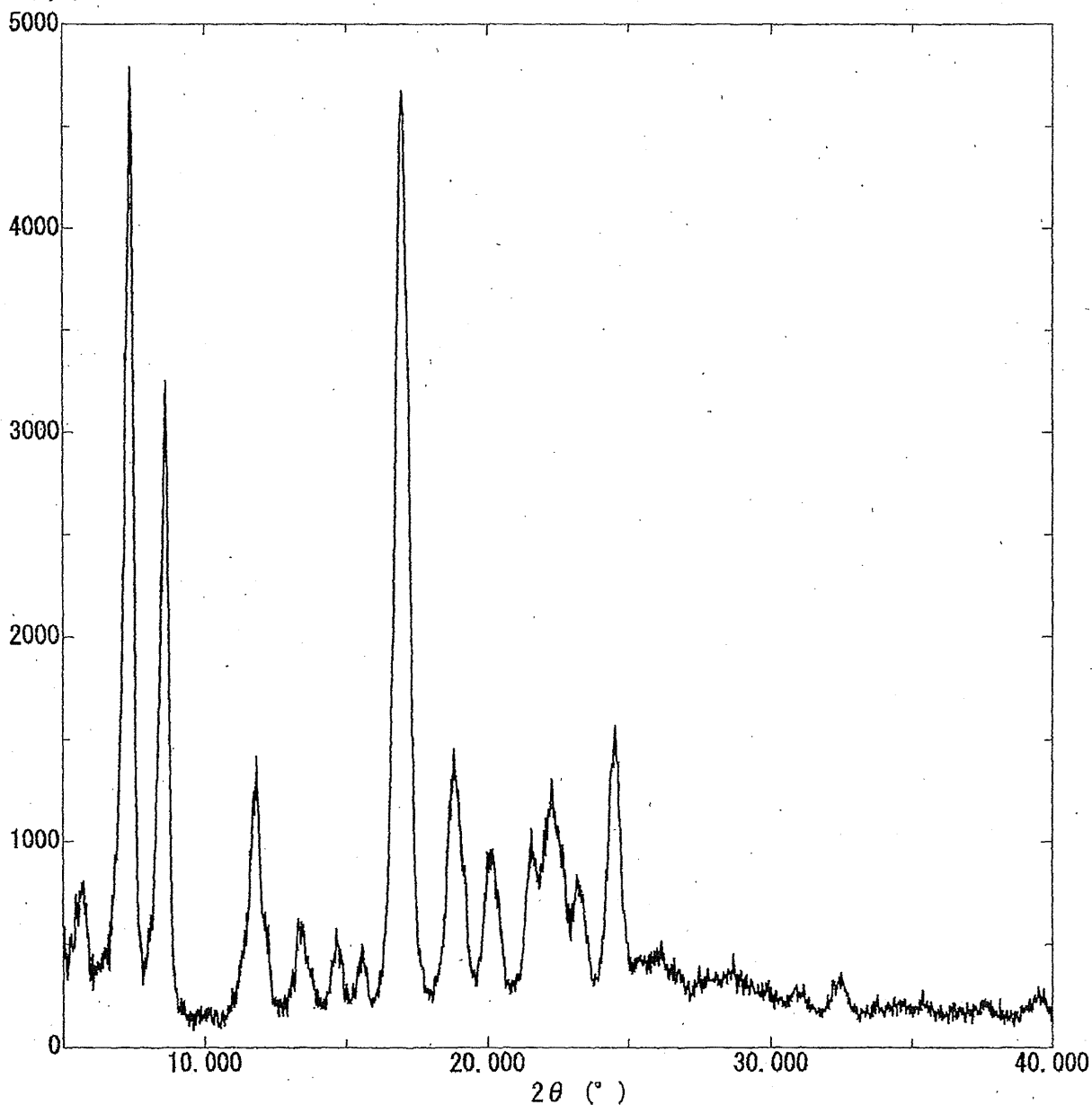
強度 (cps)



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		
燃	:		
X線	: Cu / 30 kV / 15 mA		
ゴニオメータ	: MiniFlexII 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°
インデントモノクロ	: 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 (MiniFlexII)	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.
サンプル幅	: 0.020°	走査軸	: $2\theta/\theta$
走査範囲	: 5.000 ~ 40.000°	θ オフセット	: 0°
積算回数	: 1		

強度 (cps)



目次

	頁
1. はじめに	1
2. 塩形・結晶形の検討	1
3. 塩検討のための陰イオンと結晶化溶媒について	1
4. 塩形・結晶化のための貧溶媒による結晶化スクリーニング	2
5. スケールアップ (10 倍スケール) 試験検討	4
6. 塩形・結晶形の検討結果	4
7. 5 種類の P092 塩の X 線回折パターン比較	6
8. 酢酸塩のスケールアップ再現性評価と物性評価	7
8-1 酢酸塩仕込み 500 mg スケールと 1 g スケール品の粉末 X 線回折パターン	7
8-2 酢酸塩の熱分析 (DSC、TG-DTA) 測定結果	8
8-3 P092 酢酸塩の熱分析によるデータと $^1\text{H-NMR}$ データ	9
9. まとめ	10
添付資料 1	
1. 結晶写真 スケールアップ品の結晶	11
2. X 線回折データ	12
2-1 ベンゼンスルホン酸塩の X 線回折の比較	12
2-2 マンデル酸塩の X 線回折の比較	12
添付資料 2	
2-1 再結晶スクリーニングの結果	13-17
2-2 X 線回折生データ	18-28

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

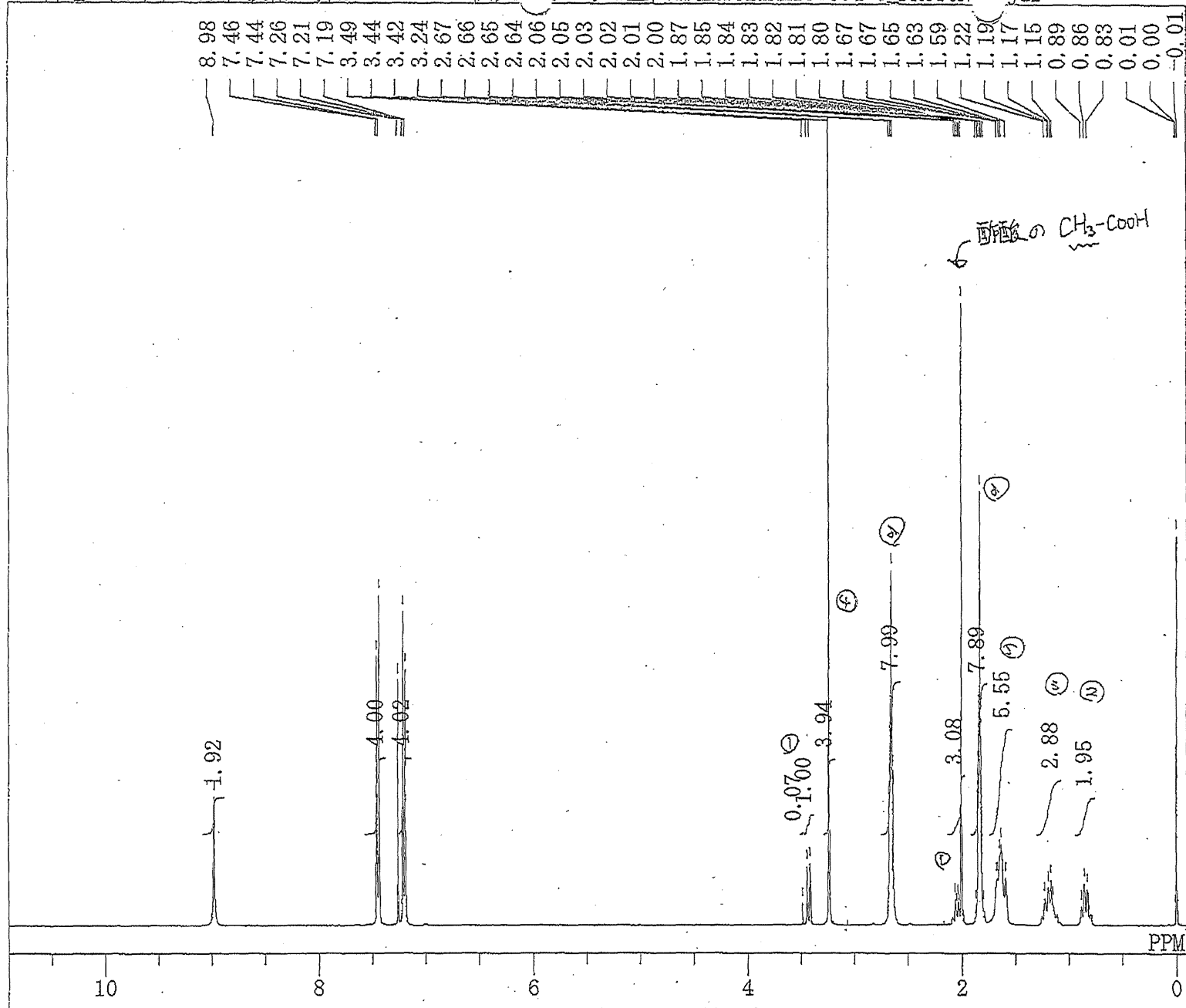
〒366-0816 埼玉県深谷市榎合725

TEL048-571-1107 FAX048-572-3859

E-mail:hiromitsu.tamanouchi@TCIchemicals.com

Z4144 AcOH-sample

H: 部署 (深谷) 深谷技術専用#01 PCG#2. 個人: 山形大学 山形大学 NMR#GI1NM130604-3 PROTON-1.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
 PW1 5.40 usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 23.8 c
 SLVNT CDCL3
 EXREF 0.00 ppm
 BF 0.12 Hz
 RGAIN 42

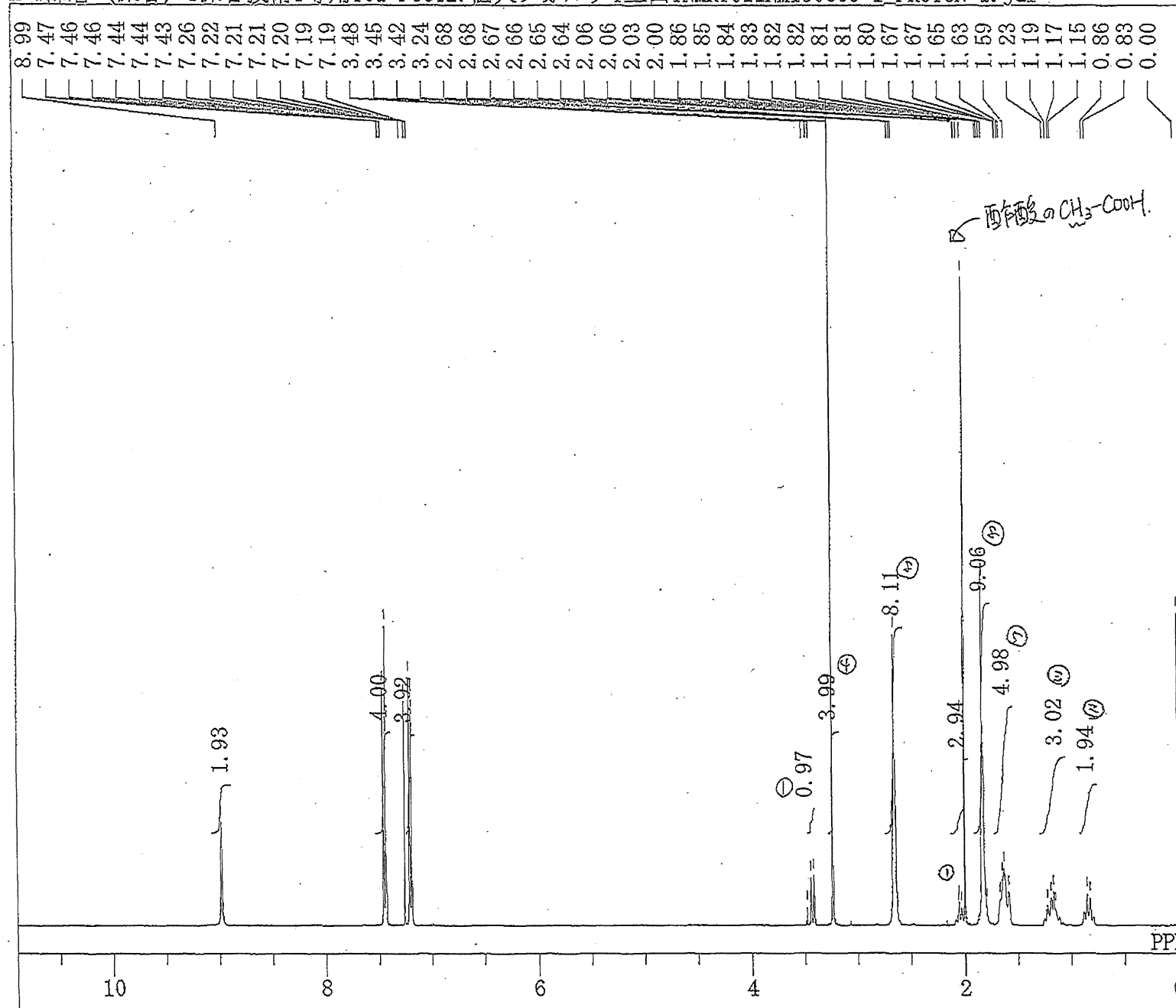
7a = AcOH
 7u 1 = 0.67.
 (7 92%, 2%)

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 PCG#2. 個人フォルダ#三山#NMR#GI1NM130605-1 PROTON-1. jdf



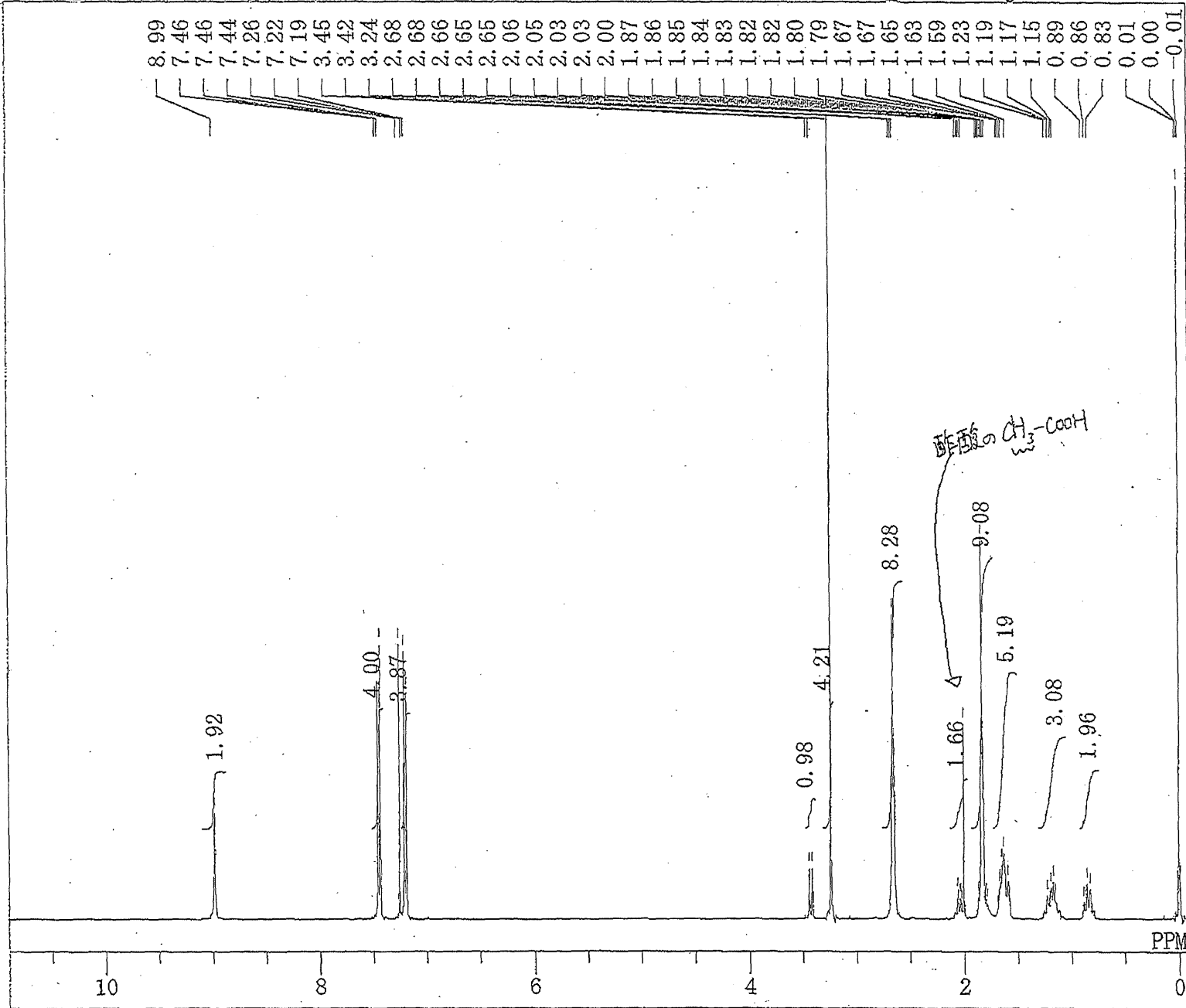
DFILE GI1NM130605-1_PROTON-1. j
 COMNT Z4144 Exp75 crude
 DATIM 05-06-2013 18:18:26
 OBNUC 1H
 EXMOD single_pulse.ex2
 OBFRQ 399.78 MHz
 OBSET 4.19 KHz
 OBFIN 7.29 Hz
 POINT 16384
 FREQU 7503.00 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 2.1837 sec
 PD 2.0000 sec
 PW1 5.40 usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 23.8 c
 SLVNT CDCL3
 EXREF 0.00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

PO⁹² = 酢酸 = 1:2

EtOH = AcOH

EtL 1 = 0.65

No. 2



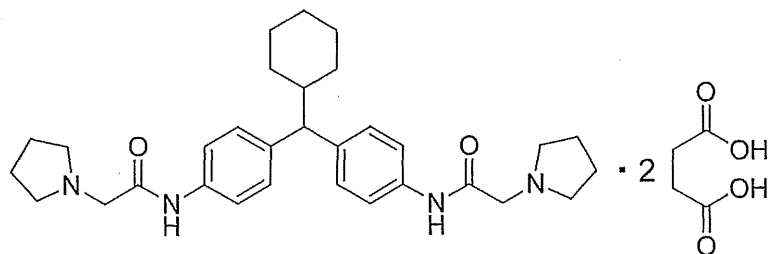
DFILE GI1NM130606-2_PROTON-1. j
 COMNT Z4144 Exp75 crude pump
 DATIM 06-06-2013 18:35:33
 OBNUC 1H
 EXMOD single_pulse. ex2
 OBFREQ 399.78 MHz
 OBSET 4.19 KHz
 OBFIN 7.29 Hz
 POINT 16384
 FREQU 7503.00 Hz
 SCANS 16
 ACQTM 2.1837 sec
 PD 2.0000 sec
 PW1 5.40. usec
 IRNUC 1H
 CTEMP 23.5 c
 SLVNT CDCL3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

元の = AcOH
 元 1 = 0.22

No.3

Z4326 コハク酸塩



Z4327 マレイン酸塩

