

C 試薬・試液等

改正の履歴

プロピコナゾール (2018 年 7 月 3 日)

改正部分は下線で示す

C 試薬・試液等

(略)

1. 試薬・試液

(略)

重水素化アセトン CD_3COCD_3 [666-52-4]

NMR スペクトル測定用に製造したものをを用いる。

(略)

定量用プロピコナゾール プロピコナゾール、定量用を見よ。

(略)

プロピコナゾール、定量用 $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_2$ [60207-90-1]

本品は、透明で粘稠な液体又は無～黄色の半ゲル状の物質である。

含量 本品は、プロピコナゾール ($\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_2$) 97.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} 、2870 cm^{-1} 、1587 cm^{-1} 、1506 cm^{-1} 、1466 cm^{-1} 、1273 cm^{-1} 、1138 cm^{-1} 及び 1028 cm^{-1} 付近に吸収を認める。ただし、窓板は塩化ナトリウムを使用する。

比重 $d_{20}^{20}=1.288\sim1.290$

定量法 本品約 40mg 及び 1, 4-B TMS B- d_4 約 4 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化アセトン 4 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の操作条件でプロトン共鳴周波数 400MHz 以上の装置を用いて ^1H NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS B- d_4 のシグナルを δ 0.00ppm とし、 δ 7.05~7.13ppm 付近のシグナルの面積強度 A (水素数 1 に相当) を算出する。1, 4-B TMS B- d_4 のシグナルの面積強度を 18.00 としたときの A の換算値を I とし、1, 4-B TMS B- d_4 の純度を P (%) とし、次式によりプロピコナゾールの含量を求める。なお、本品由来の δ 7.05~7.13ppm 付近のシグナルについて、明らかな混在物のシグナルが重なっていないことを確認する。

$$\begin{aligned} & \text{プロピコナゾール } (\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_2) \text{ の含量 } (\%) \\ & \frac{1, 4\text{-B TMS B-}d_4 \text{ の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 1.511 \end{aligned}$$

操作条件

デジタル分解能 0.25 以下

スピニング オフ

^{13}C 核デカップリング あり

取り込み時間 4 秒以上

観測スペクトル幅 - 5 ～15ppm を含む 20ppm 以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 64 秒以上

ダミースキャン 2 回以上

積算回数 8 回以上

測定温度 20～30℃の一定温度

(略)

2. ～10. (略)

11. 参照赤外吸収スペクトル

(略)

プロピコナゾール

