

## 6.4.7 分析法バリデーション

## 6.4.7.1 特異性

特異性用試料溶液 AP を HPLC に 4  $\mu$ L 注入し、得られたクロマトグラム上に、Ser, Gly, Ala, Arg, Met, Phe, Leu 及び Pro の保持時間付近に妨害ピークがないことを確認した。

## 6.4.7.2 直線性

標準溶液 (A-1~A-5) を 2 回ずつ測定後、LCsolution を用いて自動積分法により解析し、ピーク面積 (Y) と各アミノ酸の調製濃度 (X) より、回帰直線 (最小二乗法による一次回帰直線式) をそれぞれ作成した。相関係数 (r)、傾き、Y 切片及び残差プロットをそれぞれ求めた。得られた r が 0.99 以上であり、残差プロットに偏りが無いとき、その濃度範囲において直線性が適合基準内であると判定した。

## 6.4.7.3 真度及び併行精度

標準溶液 (A-3) を 2 回ずつ測定後、試料溶液 (濃度 n=6) を 1 回ずつ測定した。LCsolution を用いて自動積分法により解析し、得られた標準溶液の各アミノ酸のピーク面積と調製濃度から LCsolution により検量線 (一点検量線法) を作成し、試料溶液中各アミノ酸の濃度を求めて、被験物質中のアミノ酸組成を求めた。

アミノ酸組成比 =

$$\text{試料溶液中アミノ酸濃度 } (\mu\text{mol/mL}) / \text{試料溶液中 Ser 濃度平均値 } (\mu\text{mol/mL})$$

6 回の測定値からアミノ酸組成比を求め、平均値 (Mean) 及び RSD を算出した。アミノ酸組成比の平均値が下記の範囲以内であるとき、真度が適合基準内であると判定した。また、RSD が 10.0% 以下であるとき、併行精度が適合基準内であると判定した。

Ser を 1.00 としたときの組成比 (平均値)

Gly : 2.55~3.45

Ala : 3.40~4.60

Arg : 0.85~1.15

Met : 0.85~1.15

Phe : 0.85~1.15

Leu : 0.85~1.15

Pro : 4.25~5.75

また、次式によりペプチド含量を算出した。

ペプチド含量 (%) =

$$\frac{\text{試料溶液中 Ser 濃度 } (\mu\text{mol/mL}) \times (9 \times 10 \times 2.5) \times \text{分子量 } (1635.9)}{\text{被験物質採取量 } (\text{mg}) \times 10^3} \times 100$$

得られたペプチド含量の Mean 及び RSD を算出した。RSD が 10.0%以下であるとき、併行精度が適合基準内であると判定した。

## 6.5 純度測定法のバリデーション

### 6.5.1 移動相の調製

以下の割合で調製した。

#### 6.5.1.1 移動相 A の調製

超純水 1000 mL と TFA 1 mL を混合し、超音波減圧処理により脱気した。

#### 6.5.1.2 移動相 B の調製

アセトニトリル 1000 mL と TFA 1 mL を混合し、超音波減圧処理により脱気した。

#### 6.5.1.3 希釈液の調製

酢酸 10 mL に超純水を加え 1000 mL とした。

### 6.5.2 試料溶液の調製

#### 6.5.2.1 直線性確認用試料溶液の調製 (n=1)

被験物質 10 mg を精密に量り、希釈液を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液 J-10 とした (500 µg/mL)。続いて次表に従い、正確に直線性確認用試料溶液 (J-1~J-9) を調製した。なお、試料溶液は用時調製とした。

直線性確認用 試料溶液	採取液	採取量 (mL)	使用液	調製量 (mL)	調製濃度 (µg/mL)
J-9	J-10	5	希釈液	10	250
J-8	J-10	2	希釈液	10	100
J-7	J-10	1	希釈液	10	50
J-6	J-10	2.5	希釈液	50	25
J-5	J-6	4	希釈液	10	10
J-4	J-6	2	希釈液	10	5
J-3	J-6	1	希釈液	25	1
J-2	J-6	1	希釈液	50	0.5
J-1	J-5	1	希釈液	100	0.1

#### 6.5.2.2 併行精度用試料溶液の調製 (n=6)

被験物質 10 mg を精密に量り、希釈液を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とした (500 µg/mL)

## 6.5.2.3 併行精度用標準溶液の調製 (n=1)

6.5.2.2 項で最初に調製した併行精度用試料溶液を 1 mL 正確に量り、希釈液で正確に 100 mL とした (併行精度用標準溶液 : 5 µg/mL) .

## 6.5.3 測定法

## 6.5.3.1 HPLC 測定条件

HPLC システム : 島津 10A  
 検出器 : 紫外吸光光度計 (島津 SPD-10A, 測定波長 : 215 nm, AUX レンジ : 2.0 AU/V)  
 カラム : Vydac C18 (5 µm, 250 × 4.6 mm i.d. ; Grace Vydac)  
 カラム温度 : 40°C  
 試料温度 : 5°C  
 移動相 A : 0.1%TFA 水溶液  
 移動相 B : 0.1%TFA アセトニトリル溶液  
 移動相の送液 : 移動相 A 及び移動相 B の混合比を以下のように直線的に変えて濃度勾配制御した.

注入後からの 時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0	85	15
30	55	45
30.01	85	15
40	85	15

流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 20 µL  
 面積測定範囲 : 30 分

## 6.5.3.2 システム適合性

測定時に下記項目を確認した.

## 1) システムの性能

システムの再現性の 1 回目で得られた MPS-390 のピークについて、シンメトリー係数が 2.0 以下、理論段数が 2000 段以上であり適とした (実測値 : シンメトリー係数 ; 1.5, 理論段数 ; 75566 段) .

## 2) システムの再現性

直線性確認用試料溶液 J-4 を上記の条件で 6 回繰り返して測定し、MPS-390 のピーク面積の RSD が 2.0% 以下であり適とした (実測値 : 0.8%) .

#### 6.5.4 分析法バリデーション

##### 6.5.4.1 特異性

希釈液を HPLC に 20  $\mu$ L 注入した。得られたクロマトグラム上の MPS-390 の保持時間付近に妨害ピークがないことを確認した。

##### 6.5.4.2 直線性

直線性確認用試料溶液 (J-1~J-10) を 2 回ずつ測定後、LCsolution を用いて自動積分法により解析し、直線性確認用試料溶液 (J-1~J-5) 及び直線性確認用試料溶液 (J-6~J-10) で得られたピーク面積 (Y) と MPS-390 の調製濃度 (X) より、それぞれ回帰直線 (最小二乗法による一次回帰直線式) を作成した。相関係数 (r)、傾き、Y 切片及び残差プロットを求めた。得られた r が 0.99 以上であり、直線性確認用試料溶液 (J-1~J-5) と直線性確認用試料溶液 (J-6~J-10) の傾きの比が 0.8~1.2 の範囲のとき、その濃度範囲において直線性が適合基準内であると判定した。

##### 6.5.4.3 オートサンプラー内の安定性

直線性確認用試料溶液 J-5 及び併行精度用試料溶液をオートサンプラー (設定温度; 5°C) 内に保存し、システムの再現性確認及び約 24 時間 (24~26 時間) 後に 2 回測定した。システムの再現性確認後に測定されたピーク面積の平均値を 100.0% とし、約 24 時間後のピーク面積の平均値が 100.0 $\pm$ 10.0% 以内であるとき、測定試料がオートサンプラー内で 24 時間安定であると判定した。

##### 6.5.4.4 定量限界及び検出限界

直線性確認用試料溶液 (J-1~J-5) を 2 回ずつ測定後、Excel の回帰分析を用いて MPS-390 ピーク面積 (Y) と濃度 (X) より、回帰直線 (最小二乗法による一次回帰直線式) を作成した。回帰直線の残差の標準偏差 ( $\sigma$ ) と回帰直線の傾き (S) から次式により定量限界 (QL) 及び検出限界 (DL) を求めた。

$$QL = 10\sigma / S$$

$$DL = 3.3\sigma / S$$

##### 6.5.4.5 併行精度

希釈液 (ブランク) を 1 回測定後、併行精度用標準溶液 (5  $\mu$ g/mL) 及び併行精度用試料溶液 (500  $\mu$ g/mL) を 1 回ずつ交互に測定した (各 n=6)。各々の相対保持時間及びピーク面積を LCsolution を用いて自動積分法により求め、各組み合わせごとに次式により個々の類縁物質量を算出した。なお、該当ブランクピーク及び 6.5.4.4 項で得られた定量限界以下のピークは計算から除いた。

被験物質中の個々の類縁物質の量 (%) =  $A_T / A_S$

$A_T$  : 試料溶液から得られた個々の類縁物質のピーク面積

$A_S$  : 標準溶液から得られた MPS-390 のピーク面積

類縁物質の総量 (%) = 個々の類縁物質の量の合計 (%)

純度 (%) = 100 - 類縁物質の総量 (%)

得られた純度の平均値 (Mean) 及び相対標準偏差 (RSD) を算出した。RSD が 10.0%以下であるとき、併行精度が適合基準内であると判定した。

$RSD (\%) = SD / \text{Mean} \times 100$

## 6.6 酢酸含量測定法のバリデーション

### 6.6.1 移動相の調製

リン酸二水素ナトリウム 2.40 g を超純水約 800 mL に溶解した。この液にリン酸を加えて、pH を 2.8 に調整し、超純水で 1000 mL とし、超音波減圧処理により脱気した。

### 6.6.2 標準溶液の調製 (n=1)

酢酸を 1.0 g 精密に量り、超純水を加えて正確に 10 mL とした (100 mg/mL)。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準原液 R とした (1000 µg/mL)。続いて次表に従い、正確に標準溶液 (R-1~R-5) を調製した。標準溶液は、シリンジフィルター (クロマトディスク 13P, 0.45 µm ; ジーエルサイエンス株式会社) でろ過し (初液 0.5 mL は廃棄)、用時調製とした。

標準溶液名	採取液	採取量 (mL)	使用液	調製量 (mL)	調製濃度* (µg/mL)
R-5	標準原液 R	15	移動相	20	750
R-4	標準原液 R	10	移動相	20	500
R-3	標準原液 R	5	移動相	20	250
R-2	標準原液 R	2.5	移動相	20	125
R-1	標準原液 R	1	移動相	40	25

\* 酢酸濃度として

### 6.6.3 試料溶液の調製 (n=6)

被験物質を約 10 mg (5~15 mg) 量り取り、移動相を 2 mL 添加し、試料溶液とした。試料溶液は、シリンジフィルター (クロマトディスク 13P, 0.45 µm ; ジーエルサイエンス株式会社) でろ過し (初液 0.5 mL は廃棄)、用時調製とした。

## 6.6.4 測定法

### 6.6.4.1 HPLC 測定条件

HPLC システム： 島津 10A  
検出器： 紫外吸光光度計（島津 SPD-10A, 測定波長：220 nm, AUX レンジ：  
2.0 AU/V)  
カラム： YMC-Pack ODS-AQ (5  $\mu$ m, 150  $\times$  4.6 mm i.d : 株式会社ワイエムシィ)  
カラム温度： 30°C  
試料温度： 20°C  
移動相： 20 mmol/L H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (pH2.8)  
流量： 0.7 mL/min  
注入量： 50  $\mu$ L  
測定時間： 10 分

### 6.6.4.2 システムの再現性

測定時に確認した。標準溶液 R-3（調製濃度：250  $\mu$ g/mL）を上記の条件で6回繰り返して測定したところ、酢酸のピーク面積の RSD が 2.0%以下であり適とした（実測値：0.6%）。

## 6.6.5 分析法バリデーション

### 6.6.5.1 特異性

移動相を HPLC に 50  $\mu$ L 注入した。得られたクロマトグラム上の酢酸の保持時間付近に妨害ピークがないことを確認した。

### 6.6.5.2 直線性

標準溶液（R-1～R-5）を2回ずつ測定後、LCsolution を用いて自動積分法により解析し、ピーク面積（Y）と酢酸の調製濃度（X）より、回帰直線（最小二乗法による一次回帰直線式）を作成した。相関係数（r）、傾き、Y 切片及び残差プロットを求めた。得られた r が 0.99 以上であり、残差プロットに偏りがないうとき、その濃度範囲において直線性が適合基準内であると判定した。

### 6.6.5.3 オートサンプラー内の安定性

標準溶液 R-3（調製濃度：250  $\mu$ g/mL）をオートサンプラー（設定温度；20°C）内に保存し、約 24 時間（24～26 時間）後に 2 回測定した。システムの再現性で測定されたピーク面積の平均値を 100.0%とし、約 24 時間後の平均値が 100.0 $\pm$ 10.0%以内であるとき、標準溶液がオートサンプラー内で 24 時間安定であると判定した。また、試料溶液（最初に調製した 1 本）をオートサンプラー（設定温度；20°C）内に保存し、システムの再現性確認後及びその約 24 時間（24～26 時間）後に 2 回測定した。システムの再現性確認後に測定されたピーク面積の平均値を 100.0%とし、約 24 時間後の平均値が 100.0 $\pm$ 10.0% 以内であるとき、試料溶液がオートサンプ

ラー内で 24 時間安定であると判定した。

#### 6.6.5.4 併行精度

標準溶液 (R-1~R-5) を 2 回ずつ測定後、試料溶液 (濃度 n=6) を 1 回ずつ測定した。LCsolution を用いて自動積分法により解析し、標準溶液のピーク面積 (Y) と酢酸の調製濃度 (X) より、回帰直線 (最小二乗法による一次回帰直線式) を作成した。傾き、Y 切片を求め、次式により酢酸含量 (% Acetate) を算出した。

$$\mu\text{g Acetate} = (\text{試料溶液のピーク面積} - Y \text{ 切片}) / \text{傾き} \times 2$$

$$\% \text{ Acetate} = \mu\text{g Acetate} / \text{被験物質秤量値} (\mu\text{g})$$

% Acetate をそれぞれ求め、平均値 (Mean) 及び RSD を算出した。RSD が 10.0% 以下であるとき、併行精度が適合基準内であると判定した。

$$\text{RSD} (\%) = \text{標準偏差} (\text{SD}) / \text{Mean} \times 100$$

### 7. 測定結果の取扱い

ピーク面積、検量線情報 (検量線の傾き、切片、相関係数等)、相対保持時間、理論段数及びシステムの再現性は、データ処理装置から出力された値を用いた。その後の計算には、表計算ソフト Excel を用いた。算出される数値の表示桁数は以下のとおりとし、数値の丸め方は必要桁の 1 桁小さい桁で四捨五入した。

ピーク面積：	小数点以下 1 桁
相関係数：	小数点以下 6 桁
傾き、Y 切片：	有効数値 5 桁
理論段数：	整数
相対保持時間：	小数点以下 3 桁
個々の類縁物質の量：	小数点以下 3 桁
類縁物質の総量：	小数点以下 2 桁
純度：	小数点以下 1 桁
酢酸含量：	小数点以下 1 桁
RSD：	小数点以下 1 桁

### 8. 統計学的手法

統計学的検定は実施しなかった。

9. 予見することができなかつた試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態及び試験計画書に従わなかつたこと

本試験では、予見することができなかつた試験の信頼性に影響を及ぼす疑いのある事態及び試験計画書に従わなかつたことはなかつた。



## 10. 結果及び考察

## 10.1 アミノ酸含量測定法のバリデーション

## 10.1.1 アミノ酸組成比

項目	算出する数値等	適合基準	結果	判定
特異性 (Figure 1)	特異性用試料溶液 AP のクロマトグラム	クロマトグラム上の Ser, Gly, Ala, Arg, Met, Phe, Leu, 及び Pro の保持時間付近に妨害ピークがない。	クロマトグラム上の Ser, Gly, Ala, Arg, Met, Phe, Leu, 及び Pro の保持時間付近に妨害ピークがなかった。	適
直線性 (Table 1, Figure 2-2)	相関係数 (r)	0.99 以上	0.995282~0.999818 (Table 1 参照)	適
	傾き	—	Table 1 参照	
	Y 切片	—	Table 1 参照	
	残差プロット	偏りがない。	偏りがなかった。 (Figure 2-2 参照)	
真度及び併行精度 (Table 2)	アミノ酸組成比の平均値 (真度)	—	Table 2 参照	適
	アミノ酸組成比の RSD (併行精度)	10.0%以下	0.9%~5.0%	

## 10.1.2 ペプチド含量

項目	算出する数値等	適合基準	結果	判定
併行精度 (Table 2)	ペプチド含量の RSD	10.0%以下	2.5%	適

よって、MPS-390 のアミノ酸含量測定法のバリデーションでは、特異性、直線性及び真度及び併行精度について適合基準を満たしていた。

## 10.2 純度測定法のバリデーション

項目	算出する数値等	適合基準	結果	判定
特異性 (Figure 3)	希釈液のクロマトグラム	クロマトグラム上のMPS-390の保持時間付近に妨害ピークがない。	クロマトグラム上のMPS-390の保持時間付近に妨害ピークがなかった。	適
直線性 (Tables 3-1 及び3-2, Figures 4-1 及び4-2)	相関係数 (r) (J-1~J-5)	0.99 以上	0.999965	適
	傾き (J-1~J-5)	—	9741.6	
	Y切片 (J-1~J-5)	—	-597.1	
	相関係数 (r) (J-6~J-10)	0.99 以上	0.999893	
	傾き (J-6~J-10)	—	9560.5	
	Y切片 (J-6~J-10)	—	37262	
	傾きの比	0.8~1.2の範囲	1.0	
オートサンプラー内の安定性 (Table 4)	安定性 (初期値に対する割合)	直線性確認用試料溶液 J-5 100.0±10.0%以内	99.5%	適
		併行精度用試料溶液 100.0±10.0%以内	99.9%	
定量限界及び検出限界 (Table 5)	定量限界 (QL)	—	0.334 µg/mL	—
	検出限界 (DL)	—	0.110 µg/mL	
併行精度 (Table 6)	純度のRSD	10.0%以下	0.1%	適

よって、MPS-390の純度測定法のバリデーションでは、特異性、直線性、オートサンプラー内の安定性及び併行精度について適合基準を満たしていた。また、定量限界及び検出限界の結果が得られた。

## 10.3 酢酸含量測定法のバリデーション

項目	算出する数値等	適合基準	結果	判定
特異性 (Figure 5)	移動相のクロマトグラム	クロマトグラム上の酢酸の保持時間付近に妨害ピークがない。	クロマトグラム上の酢酸の保持時間付近に妨害ピークがなかった。	適
直線性 (Table 7, Figure 6)	相関係数 (r)	0.99 以上	0.999997	適
	傾き	—	688.73	
	Y 切片	—	325.03	
	残差プロット	偏りがない	偏りはなかった (Figure 6 参照)	
オートサンプラー内の安定性 (Table 8)	安定性 (初期値に対する割合)	標準溶液 R-3 100.0±10.0%以内	99.2%	適
		試料溶液 100.0±10.0%以内	98.8%	
併行精度 (Table 9)	酢酸含量の RSD	10.0%以下	0.0%	適

よって、MPS-390 の酢酸含量試験測定法のバリデーションでは、特異性、直線性、オートサンプラー内の安定性及び併行精度について適合基準を満たしていた。

以上の結果より、AcPepA (MPS-390) のアミノ酸含量 (アミノ酸組成比及びペプチド含量)、純度試験及び酢酸含量の測定に関して、本測定法の妥当性が確認された。

11. 試験責任者，その他の試験に従事した研究者全員の氏名及び業務分担

試験責任者： 山田聡美  
被験物質取扱い責任者： 真鍋ひろ子  
バリデーションの実施： 田畑綾乃

12. 記録及び資料の保存場所

記録及び資料は，以下の保存場所に最終報告書作成後 10 年間保存する．

株式会社新日本科学 安全性研究所 データ資料室

試験計画書

試験スケジュール

被験物質に関する記録，資料

測定に関するチャート及び記録

最終報告書草案

最終報告書

その他，試験に関する資料

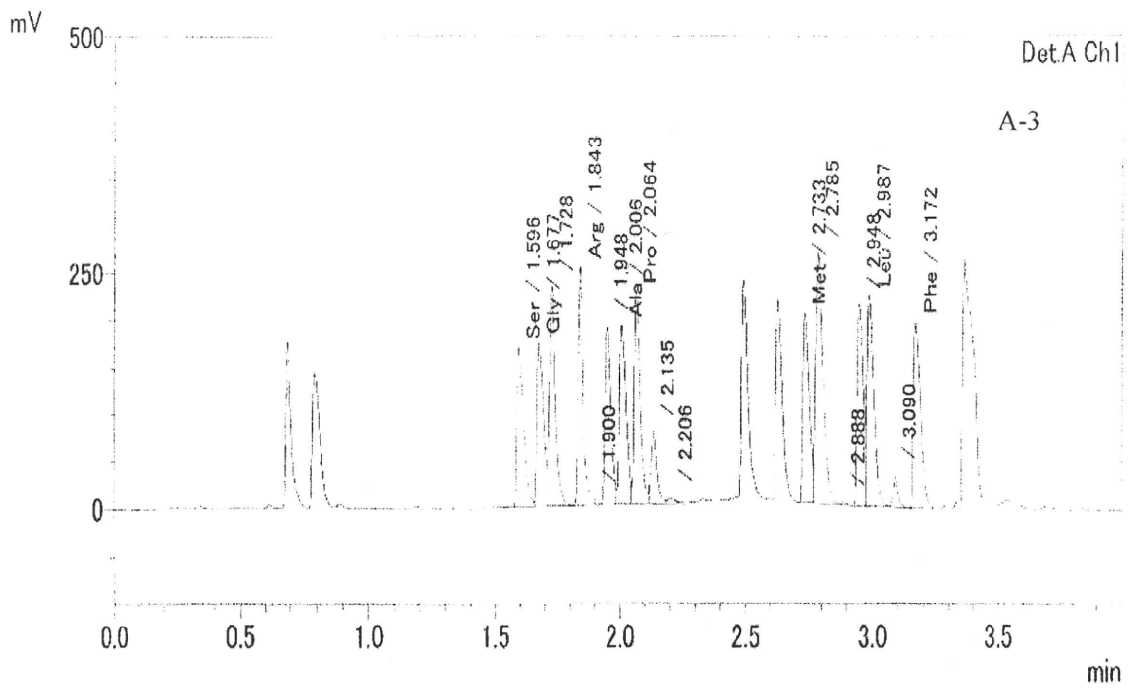
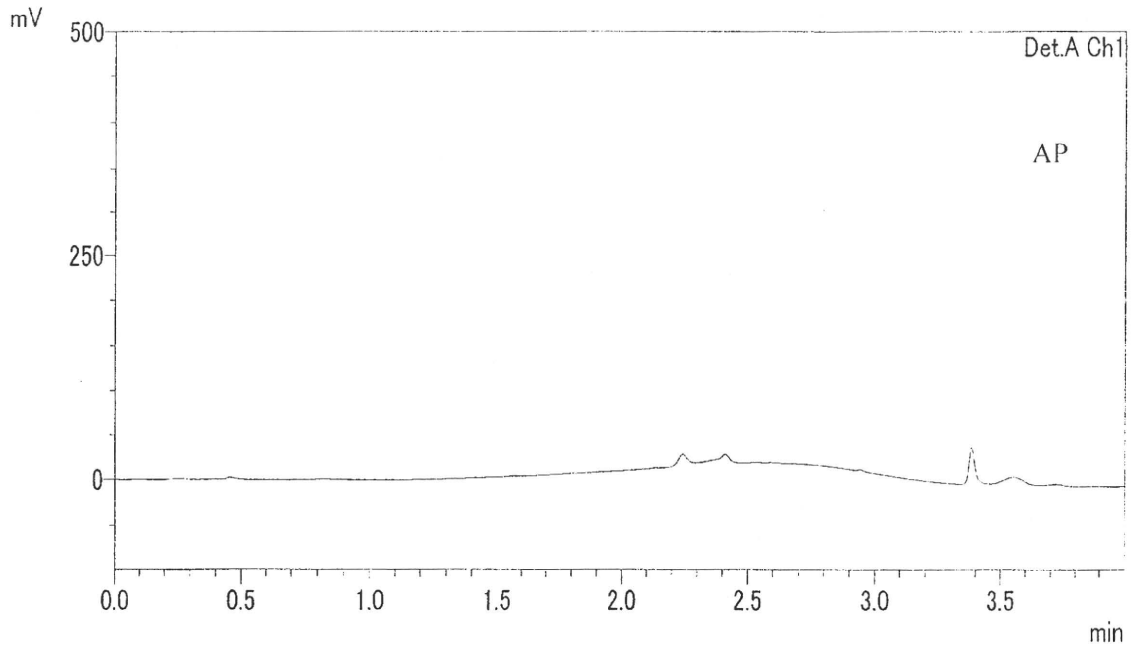
## 別添 1

## Figures

1	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の特異性	24
2-1	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Ser】	25
2-2	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Gly】	26
2-3	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Ala】	27
2-4	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Arg】	28
2-5	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Met】	29
2-6	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Phe】	30
2-7	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Leu】	31
2-8	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Pro】	32
3	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の特異性	34
4-1	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【J-1～J-5】	35
4-2	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【J-6～J-10】	36
5	酢酸含量測定法における酢酸の特異性	40
6	酢酸含量測定法における酢酸の直線性	41

## Tables

1-1	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Ser】	25
1-2	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Gly】	26
1-3	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Ala】	27
1-4	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Arg】	28
1-5	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Met】	29
1-6	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Phe】	30
1-7	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Leu】	31
1-8	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【Pro】	32
2	アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の真度及び併行精度	33
3-1	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【J-1～J-5】	35
3-2	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性【J-6～J-10】	36
4	純度測定法における AcPepA (MPS-390) のオートサンプラー内の安定性	37
5	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の定量限界及び検出限界	38
6	純度測定法における AcPepA (MPS-390) の併行精度	39
7	酢酸含量測定法における酢酸の直線性	41
8	酢酸含量測定法における酢酸のオートサンプラー内の安定性	42
9	酢酸含量測定法における酢酸の併行精度	43



AP : 特異性用試料溶液

A-3 : 標準溶液 (0.4 μmol/mL)

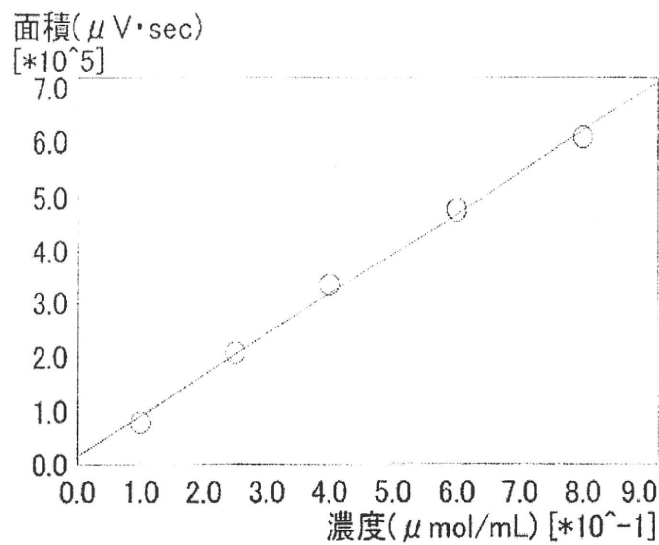
Figure 1 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の特異性

Table 1-1 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Ser】

濃度 ( $\mu\text{mol/mL}$ )	0.1	0.25	0.4	0.6	0.8
ピーク面積 ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	78250.0	206326.3	333689.5	475694.2	606584.5
	78257.4	206327.2	334878.0	479010.2	607510.4
相関係数 (r)	0.998062				
傾き	755730				
Y切片	15687				

適合基準

相関係数 (r) : 0.99 以上



残差プロット

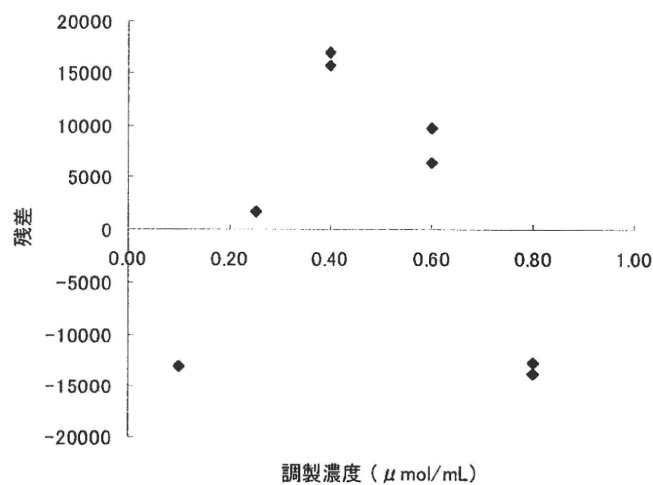


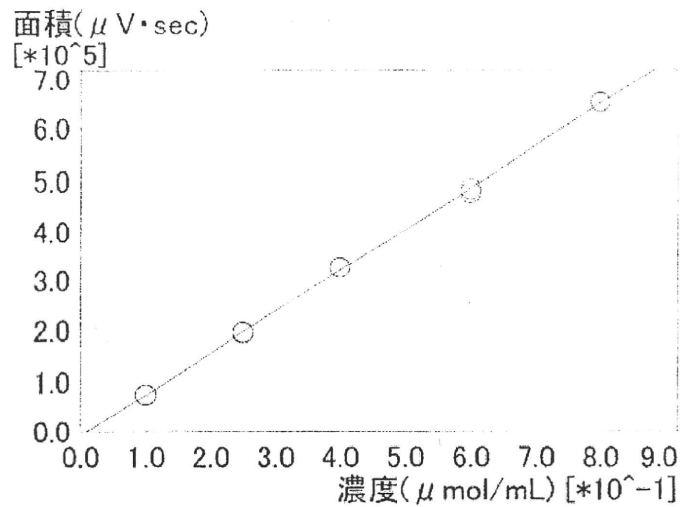
Figure 2-1 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Ser】

Table 1-2 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Gly】

濃度 ( $\mu\text{mol/mL}$ )	0.1	0.25	0.4	0.6	0.8
ピーク面積 ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	75560.6	196763.0	327328.8	476737.4	651066.4
相関係数 (r)	0.999818				
傾き	821690				
Y切片	-7408.3				

適合基準

相関係数 (r) : 0.99 以上



残差プロット

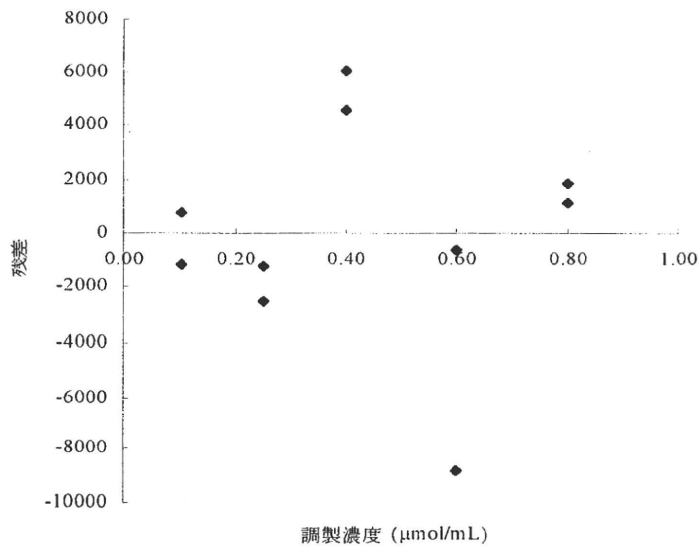


Figure 2-2

アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Gly】

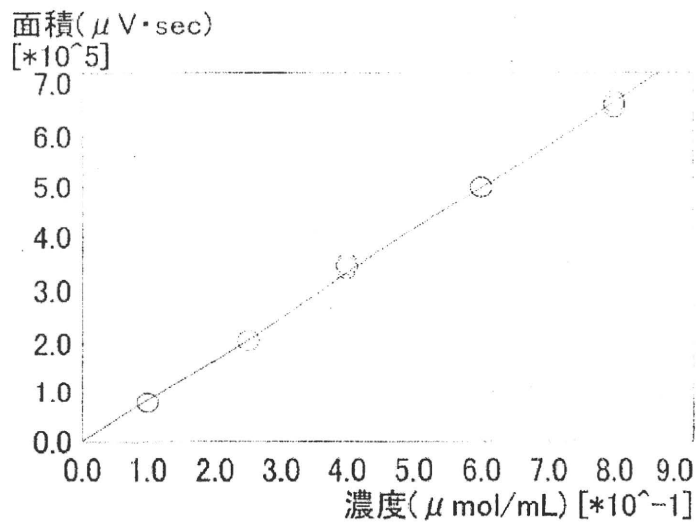


Table 1-3 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Ala】

濃度 ( $\mu\text{mol/mL}$ )	0.1	0.25	0.4	0.6	0.8
ピーク面積 ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	77499.2	205621.1	340627.6	497604.4	654955.9
相関係数 (r)	0.999439				
傾き	830990				
Y切片	-219.96				

適合基準

相関係数 (r) : 0.99 以上



残差プロット

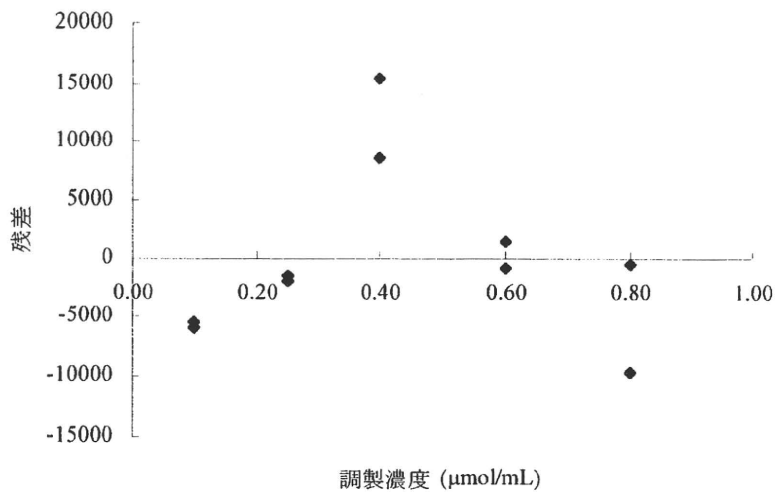


Figure 2-3 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Ala】

Table 1-4 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Arg】

濃度 ( $\mu\text{mol/mL}$ )	0.1	0.25	0.4	0.6	0.8
ピーク面積 ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	80994.1	213925.7	341576.3	492148.9	633315.9
相関係数 (r)	0.998946				
傾き	793870				
Y切片	12295				

適合基準

相関係数 (r) : 0.99 以上

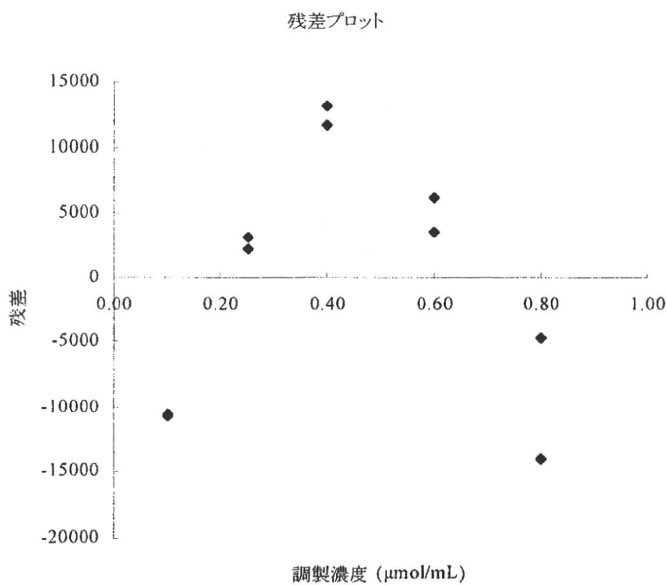
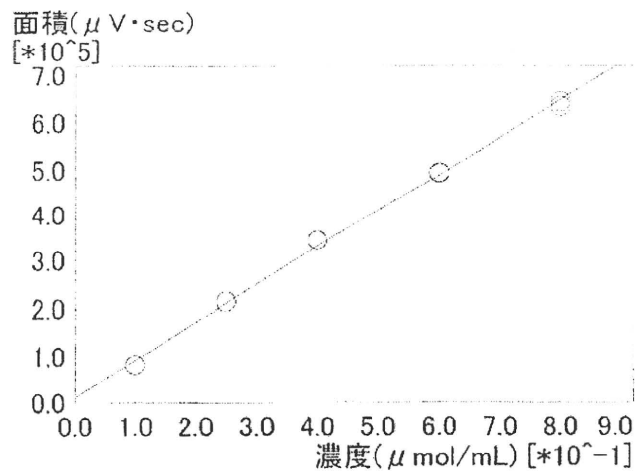


Figure 2-4 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Arg】

Table 1-5 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Met】

濃度 ( $\mu\text{mol/mL}$ )	0.1	0.25	0.4	0.6	0.8
ピーク面積 ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	79381.1	212477.5	350677.6	499248.7	620405.0
相関係数 (r)	0.995282				
傾き	767980				
Y切片	21854				

適合基準

相関係数 (r) : 0.99 以上

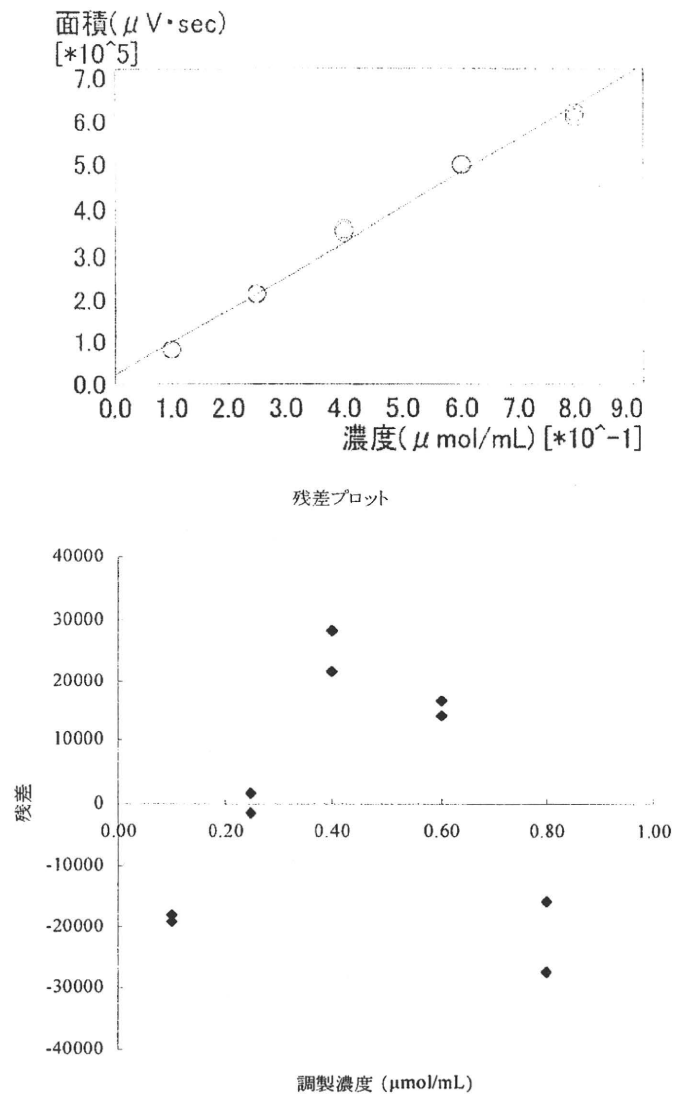


Figure 2-5

アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Met】

Table 1-6 アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Phe】

濃度 ( $\mu\text{mol/mL}$ )	0.1	0.25	0.4	0.6	0.8
ピーク面積 ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	76404.2	210010.4	373341.9	551768.9	753834.7
相関係数 (r)	0.999639				
傾き	970640				
Y切片	-23729				

適合基準

相関係数 (r) : 0.99 以上

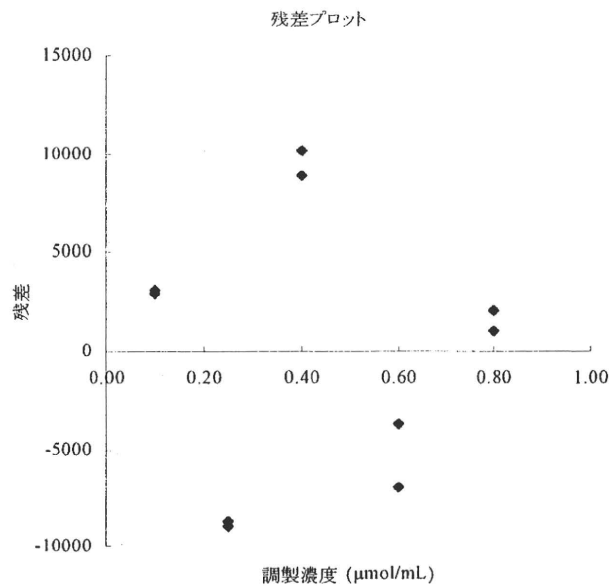
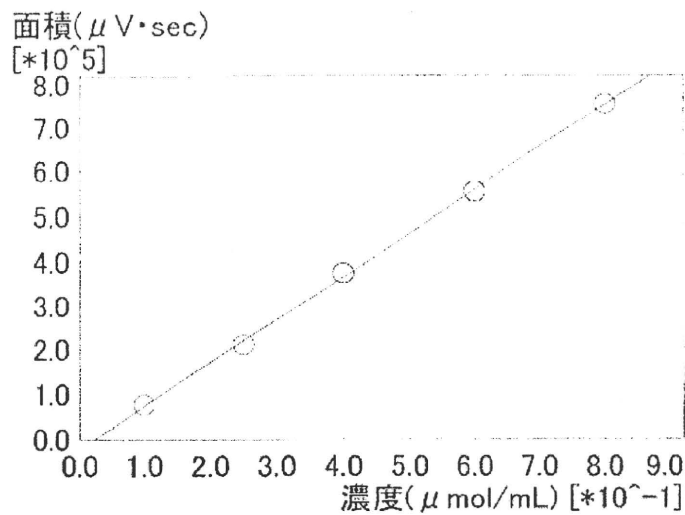


Figure 2-6

アミノ酸含量測定法における AcPepA (MPS-390) の直線性 【Phe】