

*** マルチプロット ***

ファイル名 : 201394Y#3-134°C

サンプル名 : #3 Lot No. 65E3H

コメント : 134°C

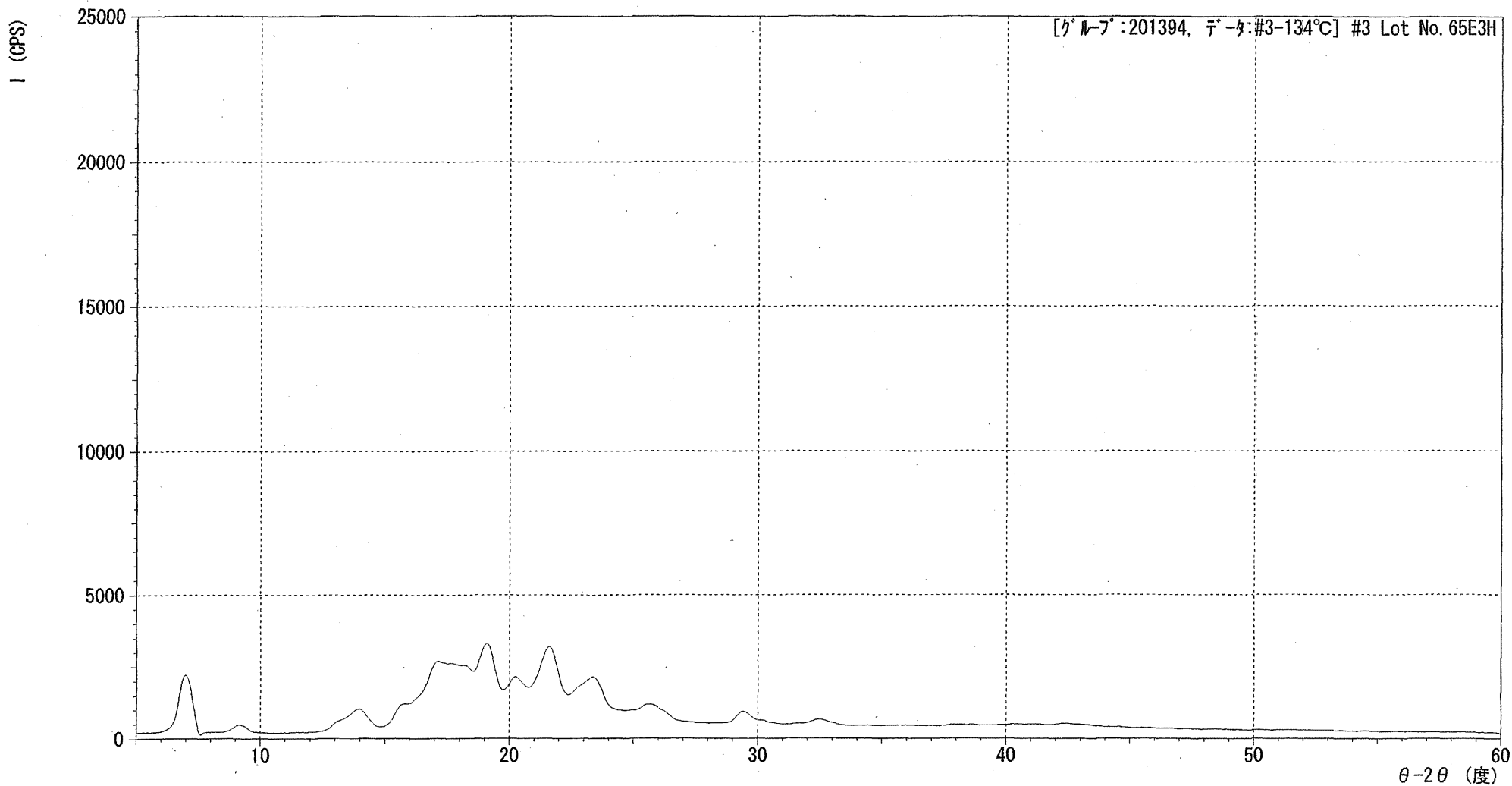
分析日時 : 13-02-14 14:47:59

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



*** 基本データ処理 ***

グループ : 201394
 データ : #3-134°C

3 強線

番号	ピーク番号	2θ (度)	d (Å)	I/I1	半価幅 (度)	強度 (Counts)	積分強度 (Counts)
1	7	19.0800	4.64775	100	0.86400	526	40223
2	9	21.5061	4.12861	94	1.07880	494	33701
3	5	17.1000	5.18119	79	1.21000	416	29018

ピークデータリスト

番号	2θ (度)	d (Å)	I/I1	半価幅 (度)	強度 (Counts)	積分強度 (Counts)
1	6.9860	12.64308	77	0.60310	403	13032
2	9.1725	9.63360	10	0.66500	53	1912
3	13.7766	6.42269	24	1.03330	126	6514
4	15.7400	5.62567	26	0.70400	135	5789
5	17.1000	5.18119	79	1.21000	416	29018
6	17.9400	4.94044	72	0.00000	380	0
7	19.0800	4.64775	100	0.86400	526	40223
8	20.2400	4.38392	54	0.00000	283	0
9	21.5061	4.12861	94	1.07880	494	33701
10	23.3600	3.80498	55	0.94220	289	17968
11	25.6800	3.46624	22	1.23340	114	8653
12	29.4267	3.03288	16	0.68000	84	2561
13	30.0600	2.97041	5	0.62000	28	1010
14	32.4825	2.75420	8	0.75500	41	1788
15	40.4200	2.22977	3	0.72000	16	809
16	41.1000	2.19443	3	0.88000	16	571
17	42.6400	2.11867	4	1.56000	23	1590

*** 基本データ処理 ***

データ情報

グループ : 201394
 データ : #3-134°C
 サンプル名 : #3 Lot No. 65E3H
 コメント : 134°C
 日付 & 時刻 : 13-02-14 14:47:59

測定条件

X線

ターゲット : Cu
 管電圧 : 40.0 (kV)
 管電流 : 30.0 (mA)

スリット

Auto Slit : not Used
 ダイバージェンス : 1.00 (度)
 スキャタリング : 1.00 (度)
 レシービング : 0.30 (mm)

走査

駆動軸 : $\theta - 2\theta$
 範囲 : 5.0000 - 60.0000 (度)
 モード : 連続 スキャン
 速度 : 4.0000 (度/分)
 ステップ : 0.0200 (度)
 計数時間 : 0.30 (秒)

データ処理条件

スムージング : [自動]
 平滑化点数 : 51
 バックグラウンド除去 : [自動]
 サンプル間隔 : 51
 繰り返し回数 : 30
 Ka1-a2 分離 : [手動]
 Ka1-a2 比 : 50 (%)
 ピークサーチ : [自動]
 微分点数 : 51
 半価幅しきい値 : 0.0500 (度)
 強度しきい値 : 30 (par mil)
 半価幅比 (n-1)/n : 2
 系統誤差補正 : [NO]
 内/外標準法補正 : [NO]

*** マルチプロット ***

ファイル名 : 201394Y#4-134°C

サンプル名 : #4 Lot No. QV48N

コメント : 134°C

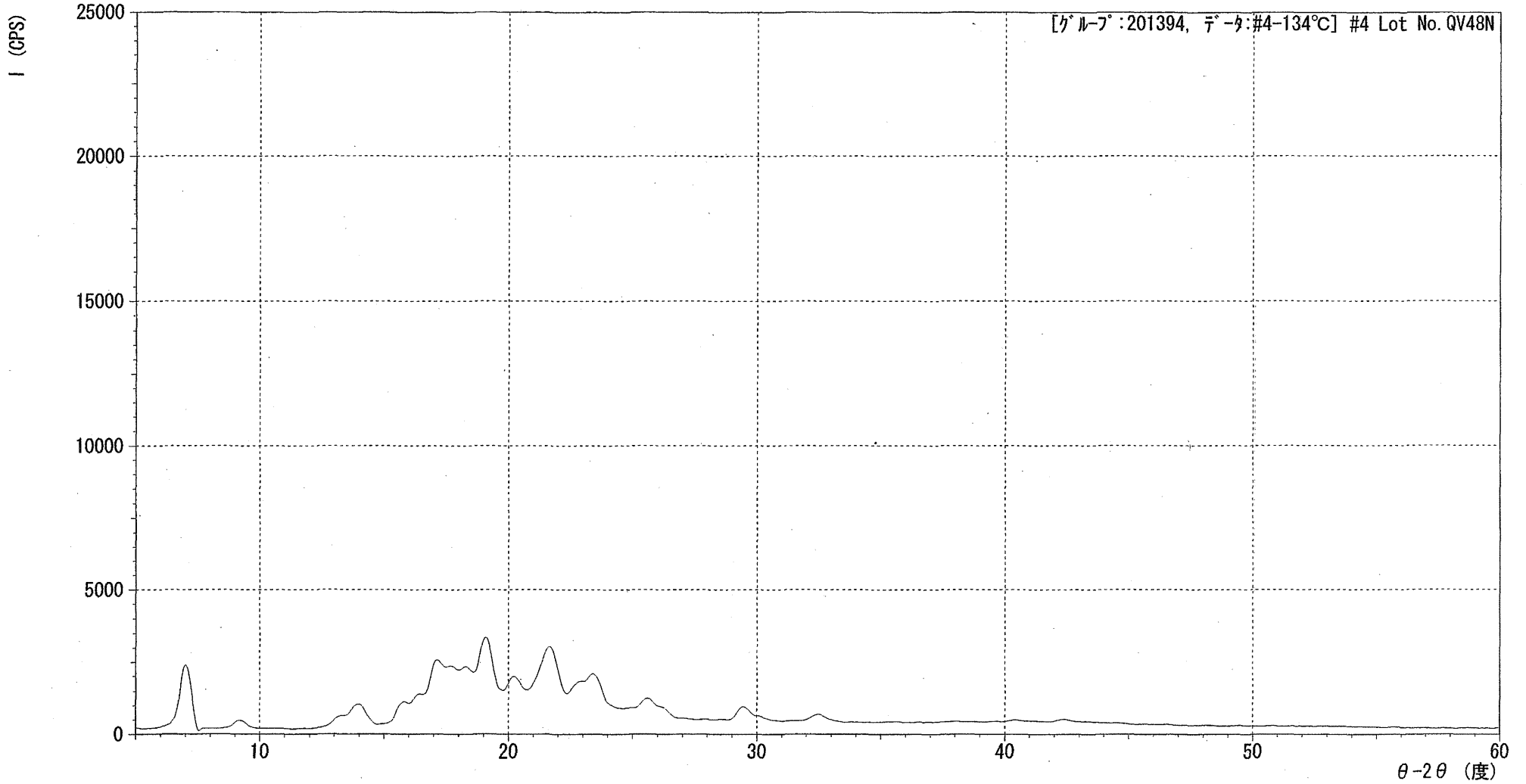
分析日時 : 13-02-14 15:02:11

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



*** 基本データ処理 ***

グループ : 201394
 データ : #4-134°C

3 強線

番号	ピーク番号	2θ (度)	d (Å)	I/I1	半価幅 (度)	強度 (Counts)	積分強度 (Counts)
1	9	19.0400	4.65742	100	0.82660	555	32797
2	11	21.5594	4.11852	87	1.04690	484	33847
3	2	7.0173	12.58676	79	0.52010	441	11642

ピークデータリスト

番号	ピーク番号	2θ (度)	d (Å)	I/I1	半価幅 (度)	強度 (Counts)	積分強度 (Counts)
1		6.3000	14.01815	4	0.28000	22	682
2		7.0173	12.58676	79	0.52010	441	11642
3		9.2033	9.60143	10	0.60670	56	1859
4		13.2400	6.68177	14	0.60000	77	2289
5		13.8916	6.36978	26	0.82330	147	5203
6		15.8000	5.60444	26	0.63560	144	6367
7		17.1000	5.18119	75	0.78660	415	30711
8		18.2400	4.85985	65	0.00000	358	0
9		19.0400	4.65742	100	0.82660	555	32797
10		20.1600	4.40113	50	0.00000	276	0
11		21.5594	4.11852	87	1.04690	484	33847
12		23.3600	3.80498	54	0.89460	297	18104
13		25.7100	3.46226	25	1.10000	137	8932
14		29.4640	3.02912	17	0.59200	94	3631
15		32.4733	2.75495	10	0.66670	54	2080
16		40.4450	2.22845	4	0.67000	20	1027
17		42.3700	2.13155	5	0.66000	29	1591

*** 基本データ処理 ***

データ情報

グループ : 201394
 データ : #4-134°C
 サンプル名 : #4 Lot No. QV48N
 コメント : 134°C
 日付 & 時刻 : 13-02-14 15:02:11

測定条件

X線

ターゲット : Cu
 管電圧 : 40.0 (kV)
 管電流 : 30.0 (mA)

スリット

Auto Slit : not Used
 ダイバージェンス : 1.00 (度)
 スキャタリング : 1.00 (度)
 レシービング : 0.30 (mm)

走査

駆動軸 : $\theta - 2\theta$
 範囲 : 5.0000 - 60.0000 (度)
 モード : 連続 スキャン
 速度 : 4.0000 (度/分)
 ステップ : 0.0200 (度)
 計数時間 : 0.30 (秒)

データ処理条件

スムージング : [自動]
 平滑化点数 : 43
 バックグラウンド除去 : [自動]
 サンプル間隔 : 51
 繰り返し回数 : 30
 Ka1-a2 分離 : [手動]
 Ka1-a2 比 : 50 (%)
 ピークサーチ : [自動]
 微分点数 : 51
 半価幅しきい値 : 0.0500 (度)
 強度しきい値 : 30 (par mil)
 半価幅比 (n-1)/n : 2
 系統誤差補正 : [NO]
 内/外標準法補正 : [NO]

*** マルチプロット ***

ファイル名 : 201394#5-134°C

サンプル名 : #5 Lot No. J2FN0

コメント : 134°C

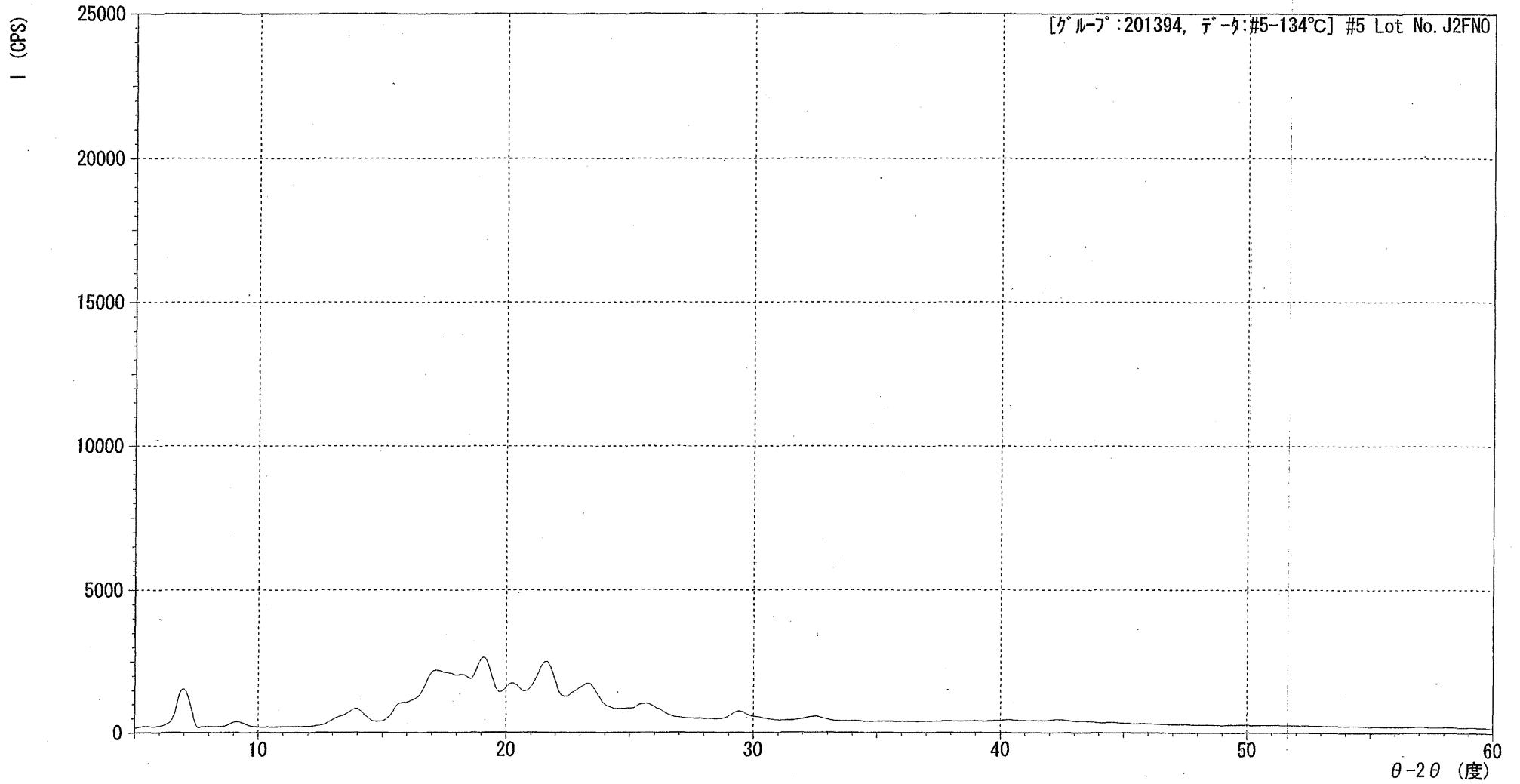
分析日時 : 13-02-14 15:17:53

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



*** 基本データ処理 ***

グループ : 201394
 データ : #5-134°C

3 強線

番号	ピーク 番号	2θ (度)	d (Å)	I/I1	半価幅 (度)	強度 (Counts)	積分強度 (Counts)
1	7	19.0400	4.65742	100	0.98000	407	28591
2	9	21.5050	4.12881	92	1.13000	374	25817
3	5	17.1400	5.16919	81	1.24000	330	24695

ピークデータリスト

番号	ピーク 番号	2θ (度)	d (Å)	I/I1	半価幅 (度)	強度 (Counts)	積分強度 (Counts)
1		6.9739	12.66499	68	0.61720	278	9465
2		9.1633	9.64325	10	0.68670	40	1597
3		13.7495	6.43529	24	1.06900	96	5045
4		15.8600	5.58337	29	0.90400	116	5826
5		17.1400	5.16919	81	1.24000	330	24695
6		18.1400	4.88642	72	0.00000	293	0
7		19.0400	4.65742	100	0.98000	407	28591
8		20.2200	4.38821	55	0.00000	222	0
9		21.5050	4.12881	92	1.13000	374	25817
10		23.2800	3.81787	55	1.06000	223	13496
11		25.4000	3.50381	23	1.72000	92	7523
12		29.4500	3.03053	14	0.78000	57	2765
13		32.4333	2.75826	8	0.73330	32	1337
14		40.5200	2.22450	4	1.08000	15	1315
15		42.3300	2.13347	5	0.82000	19	1211

*** 基本データ処理 ***

データ情報

グループ : 201394
 データ : #5-134°C
 サンプル名 : #5 Lot No. J2FNO
 コメント : 134°C
 日付 & 時刻 : 13-02-14 15:17:53

測定条件

X線

ターゲット : Cu
 管電圧 : 40.0 (kV)
 管電流 : 30.0 (mA)

スリット

Auto Slit : not Used
 ダイバージェンス : 1.00 (度)
 スキャタリング : 1.00 (度)
 レシービング : 0.30 (mm)

走査

駆動軸 : $\theta - 2\theta$
 範囲 : 5.0000 - 60.0000 (度)
 モード : 連続 スキャン
 速度 : 4.0000 (度/分)
 ステップ : 0.0200 (度)
 計数時間 : 0.30 (秒)

データ処理条件

スムージング : [自動]

平滑化点数 : 51

バックグラウンド除去 : [自動]

サンプル間隔 : 51

繰り返し回数 : 30

Ka1-a2 分離 : [手動]

Ka1-a2 比 : 50 (%)

ピークサーチ : [自動]

微分点数 : 51

半価幅しきい値 : 0.0500 (度)

強度しきい値 : 30 (par mil)

半価幅比 (n-1)/n : 2

系統誤差補正 : [NO]

内/外標準法補正 : [NO]

資料 1 有機合成

5. P092 原薬 加速試験

P 092 試験概要及び計画書

試験名：P092 原薬の加速試験

試験番号：11401633

東京化成工業株式会社

化成品部

東京都中央区日本橋本町 4-10-1

試験番号：11401633

試験名：P092 原薬の加速試験

試験委託者：

名称：岐阜大学

部署：大学院連合創薬医療情報研究科

所在地：岐阜市柳戸1番1

委託責任者：

教授 桑田 一夫

電話：058-230-6143

FAX：058-230-6144

電子メール：kuwata@gifu-u.ac.jp

試験受託者：

名称：東京化成工業株式会社

部署：化成品部

所在地：東京都中央区日本橋本町四丁目10番2号

受託責任者：

品質保証部マネージャー 松尾 宏

電話：03-5640-8860

FAX：03-5640-8025

電子メール：m-matsuo@tokyokasei.co.jp

化成品部グループリーダー 小野 隆

電話：03-5651-5171

FAX：03-5640-8021

電子メール：takashi.ono@tokyokasei.co.jp

試験実施者：

名称：株式会社クレハ分析センター

代表者：谷中 幹郎

試験責任者：千葉忠彦（医薬部長兼安定性試験室長）

試験管理者：大槻成章（医薬本部長）

目次

項目	頁
1. 試験目的	3
2. 試験施設	3
3. 試験責任者, 試験管理者, 試験担当者の氏名	3
4. 試験操作開始予定日, 試験操作終了予定日及び試験報告書(草案)作成予定日	3
5. 被験物質及び標準品の名称, 略称又は識別符号等	3
6. 使用する機器	4
7. 使用する試薬	6
8. 使用する器具	6
9. 検体の調製方法	7
10. 試験スケジュール及び試験項目並びに規格	7
11. 試験方法	8
12. 準拠する基準並びにガイドライン名	11
13. 再測定・再分析の基準	12
14. データの解析方法	12
15. 生データの定義	12
16. 保存する資料, 保存場所, 保存期間	12

1. 試験目的

新規医薬品の候補化合物であるP-092原薬の加速試験条件（温度:40℃±2℃，湿度:75%RH±5%RH）での保存安定性を確認する。

2. 試験施設

株式会社クレハ分析センター

医薬本部医薬部安定性試験室

担当業務：試料の保存，融点の測定，赤外吸収スペクトルの測定，純度（液体クロマトグラフィー）

株式会社クレハ分析センター

分析本部技術部

担当業務：粉末X線回折測定

株式会社クレハ

医薬品事業部吸着医薬技術センター製剤研究室

¹H核磁気共鳴スペクトル測定

3. 試験責任者，試験管理者，試験担当者の氏名

3.1. 試験責任者

千葉忠彦

3.2. 試験管理者

大槻成章

3.3. 試験担当者

大嶋愛，浦本さつき，松井ゆかり，石川雄大

飯嶋由佳（(株)クレハ）

4. 試験操作開始予定日，試験操作終了予定日及び試験報告書（草案）作成予定日

4.1. 試験操作開始予定日：2013年1月28日（試験操作開始日は，被験物質の受領日とする）

4.2. 試験操作終了予定日：2013年8月30日（試験操作終了日は，当社で実施する全ての分析業務が終了し，データが確定した日とする）

4.3. 中間報告書（草案）作成予定日：2013年3月29日～

4.4. 試験報告書（草案）作成予定日：2013年9月27日～

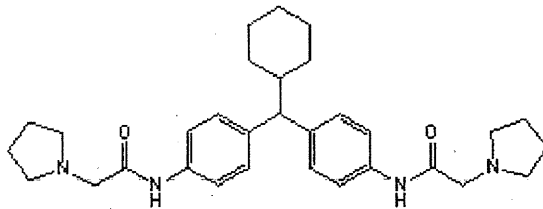
5. 被験物質及び標準品の名称，略称又は識別符号等

5.1. 被験物質

P092原薬

製造業者名：東京化成工業株式会社

構造式： $C_{31}H_{42}N_4O_2$



分子量：474.69

ロット番号及び製造年月日

ロット番号	製造年月日
QWAUD	2013年1月21日

保存条件：室温

5.2. 標準品

本試験では標準品を使用しない。

6. 使用する機器

下表に示す機器から使用し、実際に使用した機器を試験報告書に記載する。

6.1. 試料の保存

機器名	型式	機体番号	製造業者
エタック安定性試験器	LX330	170208001	楠本化成(株)
環境モニタリングシステム	—	—	ヴァイサラ(株)

6.2. 融点

機器名	型式	機体番号	製造業者
精密融点測定器	MEL-270	1040143	柴田科学器械工業(株)
	AX504	1120473798	
上皿電子天びん	XS204	1127380778	メトラー・トレド(株)
	XS204V	B104105790	
	AE163	D48522	

6.3. 赤外吸収スペクトル

機器名	型式	機体番号	製造業者
上皿電子天びん	AX504	1120473798	メトラー・トレド (株)
	XS204	1127380778	
	XS204V	B104105790	
	AE163	D48522	
ミニプレス	MP-1	—	ジャスコエンジニアリング (株)
Tablet Master スターターキット-05	—	—	ジャスコエンジニアリング (株)
フーリエ変換赤外分光光度計	Spectrum400	78378	(株)パーキンエルマー ジャパン

6.4. 核磁気共鳴スペクトル

機器名	型式	機体番号	製造業者
上皿電子天びん	AX504	1120473798	メトラー・トレド (株)
	XS204	1127380778	
	XS204V	B104105790	
	AE163	D48522	
核磁気共鳴装置	UNITY INOVA 500	S010295	アジレントテクノロジー (株)

6.5. 純度

機器名	型式	機体番号	製造業者
上皿電子天びん	AX504	1120473798	メトラー・トレド (株)
超音波洗浄器	RK510H	10321.0006971 9.001	BANDELIN
高速液体クロマトグラフィ	LC20Aシリーズ	欄外構成による *	(株)島津製作所

- * システムコントローラ, 型式: CBM-20Alite, 機体番号: L20224911552
送液ユニット, 型式: LC-20AD, 機体番号: L20104922297, L20104922301
オンラインデガッサ, 型式: DGU-20A₅, 機体番号: L20244910331
カラムオーブン, 型式: CTO-20AC, 機体番号: L20214908006
オートサンプラ, 型式: SIL-20AC, 機体番号: L20174905463
フォトダイオードアレイ検出器, 型式: SPD-M20A, 機体番号: L20154907825
分光蛍光検出器, 型式: RF-20A, 機体番号: L20494900743

6.6. 粉末X線回折測定

機器名	型式	機体番号	製造業者
上皿電子天びん	AG204	1116441333	メトラー・トレド(株)
X線回折装置	D8ADVANCE	202911	ブルカーAXS

7. 使用する試薬

下表に示す試薬を使用する。ロット番号は試験報告書に記載する。

7.1. 融点

試薬名	品質規格	製造業者
スルファニルアミド	融点測定用標準試料	キシダ化学(株)

7.2. 赤外吸収スペクトル

試薬名	品質規格	製造業者
臭化カリウム	IR吸収測定用	和光純薬工業(株)

7.3. 核磁気共鳴スペクトル

試薬名	品質規格	製造業者
重クロロホルム (TMS0.03%入り)	NMR測定用	関東化学(株)

7.4. 純度

試薬名	品質規格	製造業者
アセトニトリル	HPLC用	キシダ化学(株)
トリフルオロ酢酸	特級	東京化成工業(株)
蒸留水	HPLC用	キシダ化学(株)

8. 使用する器具

以下に記載するものから使用し、実際に使用した器具を試験報告書に記載する。記載のない汎用器具についても必要に応じて使用することがあるが、その場合は別に定めるワークシートに使用記録を取るとともに使用した器具について試験報告書に記載する。ロット番号のあるものについては、試験報告書に記載する。

- ・ スパーテル, ステンレスシャーレ, 時計皿, ストップウォッチ, ピンセットなどの汎用の器具
- ・ メノウ乳鉢・乳棒
- ・ マグネティックスターラー, 攪拌子 (汎用のもの)
- ・ アスピレーター (汎用のもの)
- ・ NMR測定用チューブ ((株) シゲミ : 外径5mm, 長さ180mm)
- ・ 秤量瓶, 全量ピペット, 駒込ピペット, メスフラスコ, ビーカー, バイアル瓶などのガラス器具
- ・ デシケーター (汎用のもの, 使用前にデシケーター内のシリカゲルが青色であること)

とを確認する)

- ・ ボルテックスミキサー
- ・ 日本薬局方浸線付温度計 (Lot No. 4063) 150~200℃用
- ・ 毛細管 (日本薬局方, 柴田科学 (株) 内径: 0.8~1.2 mm, 長さ: 120 mm, 壁厚: 0.2~0.3 mmで一端を閉じた硬質ガラス製)
- ・ ガラス管 (長さ約70 cm)
- ・ ガラス板
- ・ カラム (Inertsil ODS-2 250×4.6 mmI.D.(株)ジーエルサイエンス)
- ・ ポリスチレン膜
- ・ Finpipette F2

9. 検体の調製方法

東京化成工業株式会社において, 被験物質を8本 (保存開始時分析用1本, 各取出し検体分析用3本及び予備検体用4本) のガラスサンプル瓶に小分けにし, 送付された被験物質に管理番号を付与したものを検体とする. 管理番号は試験番号に保存期間を付与したものととする. 試験内容に応じて希釈等が必要な場合は, 必要な希釈等を実施したものを検体とし, その調製法は, それぞれの試験方法に記載する.

10. 試験スケジュール及び試験項目並びに規格

10.1. 保存及び取出しのスケジュール

10.1.1. 保存

検体の保存はエタック安定性試験器 (型式: LX330) で実施する. 保存条件は加速試験条件 (温度: 40℃ ± 2℃, 湿度 75%RH ± 5%RH) とし, 環境モニタリングシステム (ヴァイサラ (株)) で保存中の温湿度をモニターする.

10.1.2. 保存及び取出しのスケジュール

検体の保存及び取出しのスケジュールは下表のとおりとする.

	日程
保存開始	2013年1月29日 (火)
1箇月保存品取出し	2013年2月28日 (水)
3箇月保存品取出し	2013年5月7日 (火)
6箇月保存品取出し	2013年7月29日 (月)

保存検体は, 保存開始日に6本保存し, 各取出し日に2本ずつ取り出すものとする. 1本を試験に用い, 残り1本を予備検体として室温で保管する. 予備検体は本試験で何らかの異常が発生した場合に, 試験責任者の判断で取り出して追加分析に供する.

10.1.3. 社内での検体の移送

検体の移送は, 宅配便 (通常便) を用いる.

10.1.4. 保存期間中の温湿度の逸脱及びその他異常発生時の対応

保存期間中の温湿度の逸脱への対応は以下のとおりとする.

逸脱時間の合計が12時間未満の場合：保存期間の延長は行わない。

逸脱時間の合計が12時間以上36時間未満の場合：6箇月保存品の取り出しを1日延期する。
以下逸脱時間の合計が24時間増える毎に6箇月保存品の取り出しを1日ずつ延期する。

なお、その他の機器の故障など予期せぬ異常が生じたときの対応は、委託者に相談の上、試験責任者が判断する。

10.2. 試験項目

各取出し検体に対する試験項目は下表のとおりとする。

試験項目／保存期間	保存開始時	1箇月	3箇月	6箇月
融点	○	○	○	○
赤外吸収スペクトル	○	○	○	○
核磁気共鳴スペクトル	○	○	○	○
純度	○	○	○	○
粉末X線結晶構造回折	○	○	○	○

注) ○：実施する。

それぞれの分析は、検体を取り出した翌日を1日目として、10日労働日以内に開始する。
分析を開始するまでは、検体を室温にて保存する。

10.3. 規格

本品の規格は下表のとおりである。

試験項目	試験方法	規格
融点	日局一般試験法 融点測定法	172～177℃
赤外吸収スペクトル	日局一般試験法 赤外吸収スペクトル測定法	標準スペクトルに一致する
核磁気共鳴スペクトル	日局一般試験法 核磁気共鳴スペクトル法	標準スペクトルに一致する
純度	日局一般試験法 液体クロマトグラフィ	本品のピーク面積が、保持時間4分から35分の間に得られたピーク面積の99%以上
粉末X線結晶構造回折	日局一般試験法 粉末X線回折測定法	規格を決定しない

11. 試験方法

11.1. 融点

日本薬局方の融点測定法の第1法に準拠し、融点を測定する。

11.1.1. 試料の調製

11.1.1.1. 融点測定器適合性用試料の調製

スルファニルアミド（予想融点165.6～166.1℃）をメノウ乳鉢にとりメノウ乳棒で細かく粉碎し、シリカゲル入りデシケーターで24時間以上乾燥する。また、毛細管もシリカゲル入りデシケーターで24時間以上乾燥する。

粉碎し乾燥したスルファニルアミドを乾燥した毛細管に入れ、閉じた一端を下にしてガラス板上に立てた長さ約70 cmのガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層厚が2.5 mm～3.5 mmとなるようにする。乾燥以降の操作をn=3で実施する。

11.1.1.2. 融点測定用試料の調製

検体(予想融点172～175℃)を適量採り、メノウ乳鉢にとりメノウ乳棒で細かく粉碎し、シリカゲル入りデシケーターで24時間乾燥する。また、毛細管もシリカゲル入りデシケーターで24時間乾燥する。検体を乾燥した毛細管に入れ、閉じた一端を下にしてガラス板上に立てた長さ約70 cmのガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層厚が2.5 mm～3.5 mmとなるようにする。以上の操作をn=3で実施する。

11.1.2. 融点の測定

融点測定器内のシリコンオイルを加熱し、予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に上げる。11.1.1.1及び11.1.1.2で調製した毛細管を融点測定器に挿入する。その後、1分間に約3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想した融点の約5℃低い温度から1分間に約1℃上昇するように加熱を続ける。試料が毛細管内で液化して固体を全く認めなくなったときの温度計の示度を読み取り、融点の測定値とする。3回繰返し測定し、測定値の平均値を小数点以下第1位に丸めて融点とする。

11.2. 赤外吸収スペクトル

11.2.1. 検体入り臭化カリウム錠剤の調製

融点測定で用いる乾燥粉末の一部を使用する。乾燥した検体を1～2mg及び赤外吸収スペクトル用臭化カリウム0.10g～0.20gを加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れて加圧製錠する。n=1で行う。

ただし、必要ならば、0.67kPa以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm²) 当たり50～100kN (5000～10000kg) の圧力を5～8分間加えて透明な錠剤を製する。

11.2.2. 対照臭化カリウム錠剤の調製

赤外吸収スペクトル用臭化カリウム0.10～0.20 gを、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れて加圧製錠し、対照臭化カリウム錠剤とする。n=1で行う。

ただし、必要ならば、0.67kPa以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm²) 当たり50～100kN (5000～10000kg) の圧力を5～8分間加えて透明な錠剤を製する。

11.2.3. 装置の調整法

分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する。厚さ約0.04 mmのポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの2870 cm⁻¹付近の極小と2850 cm⁻¹付近の極大における透過率 (%) の差は18%以上である。また、1589 cm⁻¹付近の極小と1583 cm⁻¹付近の極大の透過率 (%) の差は12%以上であることを確認する。

波数目盛は、ポリスチレン膜の特性吸収波数 (cm⁻¹) のうち、3060.0(±1.5)及び1028.3(±1.0)の二点を用いて波数のずれを確認する。波数にずれがある場合は波数補正を行う。なお () 内の数値はこれらの値の許容範囲を示す。