

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)2/5)

<空試験>

メソッドの確認

指示		確認	QC欄
操作	メソッド1 (機器内蔵のバックグラウンド用メソッド) の選択	✓	✓

バックグラウンドの調製 (n=3, ①~③と記載)

指示及び操作		確認			QC欄
		①	②	③	
スクリー管瓶等の最適なサイズのセプタム蓋付ガラス瓶にメタノール約2mLを, シリンジを用いて加える.	添加量*1 約 <u>2</u> mL	✓	✓	✓	✓
ミキサーで振り混ぜる. (検体の溶解に要する時間と同等の時間)	振り混ぜ時間*2 約 <u>2</u> 分*	✓	✓	✓	
防湿のためテフロンシールする. これをバックグラウンド検体とする.		✓	✓	✓	

*検体の溶解に要する時間が, この時に振り混ぜた時間よりも変化があった場合は, バックグラウンドからやり直す.
やり直しの有無: 有・(無)

バックグラウンドの測定 (n=3, ①~③と記載)

指示		確認			QC欄	
		①	②	③		
秤量	シリンジで採取(約1mL)した, 水分計に投入前のメタノールとシリンジ重量: (Wt1)	シリンジ採取量*3 約 <u>1</u> mL	✓	✓	✓	
操作	水分計にバックグラウンド検体を投入.		✓	✓	✓	
秤量	バックグラウンド検体を水分計に投入後のシリンジ重量: (Wt2)		✓	✓	✓	
操作	水分計に Wt1, Wt2 入力する.		✓	✓	✓	
計算	①~③の水分の平均値 (ppm) (A)		平均値: <u>129.45</u>			✓

水分計内蔵のプログラムでは, Aの値は小数第2位までしか入力できないため, 1回目, 2回目, 3回目の水分の平均値を求め, 小数第3位を四捨五入して用いる.

*1,2は, 実数値を記入する.

*3は, 絶対水分量が計画書の範囲外であった場合に数値の変更を行うことができるため, 指示と違う値に変更する事ができるため, 実数値を記入する.

QC: 2013.7.26
松井ゆかり

試験実施	担当者氏名: <u>大嶋 愛</u>	QC実施	担当者氏名: <u>松井 ゆかり</u>
	日付: <u>2013.7.23</u>		日付: <u>2013.7.25</u>

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)3/5)

バックグラウンドの秤量値及びリザルト添付		QC	✓
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>バックグラウンド 大嶋 愛</p> <p>Model : MKC-510N S/N : LNA10687 Sample :</p> <hr/> <p>Reagent: Coulomat AG Coulomat CG</p> <hr/> <p>Name : IRI OOSHIMA</p> <hr/> <p>Method : 1 Calc. No. : 2</p> <p>*** R e s u l t ***</p> <p>① Sample No. 01-04</p> <p>Date 2013/07/23 10:53 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7249 g Wt2 12.9385 g Net 0.7864 g Result 106.2 ug 134.99 ppm</p> <p>② *** R e s u l t ***</p> <p>② Sample No. 01-05</p> <p>Date 2013/07/23 10:59 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7441 g Wt2 12.9511 g Net 0.7930 g Result 99.5 ug 125.53 ppm</p> <p>③ *** R e s u l t ***</p> <p>③ Sample No. 01-06</p> <p>Date 2013/07/23 11:06 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7364 g Wt2 12.9556 g Net 0.7808 g Result 99.8 ug 127.82 ppm</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>バックグラウンド 大嶋 愛</p> <p>① 2013-07-23 10:53:07 Wt1) 13.7249 g 2013-07-23 10:54:06 Wt2) 12.9385 g</p> <p>② 2013-07-23 10:59:55 Wt1) 13.7441 g 2013-07-23 11:00:46 Wt2) 12.9511 g</p> <p>③ 2013-07-23 11:01:38 Wt1) 13.7364 g 2013-07-23 11:07:48 Wt2) 12.9556 g</p> </div> </div>			

QC. 2013.7.26
松井ゆかり

試験実施	担当者氏名: 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名: 松井ゆかり
	日付: 2013.7.23 -74-		日付: 2013.7.25

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)4/5)

メソッドの確認

指示		確認	QC 欄
操作	メソッド 2 の選択 (計算式 No.3)	✓	✓

試料 (n=3, ①~③と記載) の調製 (使用しない場合は斜線)

指示		確認または入力			QC 欄
		①	②	③	
秤量	セプタム蓋付ガラス瓶の質量 : (a)	✓	✓	✓	✓
秤量	検体の重量 (約 50mg) : (Wt 0) 検体採取量*4 : 約 <u>50</u> mg	✓	✓	✓	
計算	検体(Wt 0) +セプタム蓋付ガラス瓶の質量(a) : (Wt 3) ① <u>5.4691</u> ② <u>5.5173</u> ③ <u>5.5094</u>	✓	✓	✓	
秤量	メタノール(約 2ml)を添加後の重量 : (Wt 4) メタノール添加量*5 : 約 <u>2</u> mL	✓	✓	✓	
計算	抽出溶媒量=(Wt 4)-(Wt 3) : (B) ① <u>1.5810</u> ② <u>1.5826</u> ③ <u>1.5898</u>	✓	✓	✓	
操作	ミキサーで振り混ぜる. 検体の溶解に要する時間*6 : 約 <u>2</u> 分	✓	✓	✓	
操作	防湿のためテフロンシールする. これを試料とする.	✓	✓	✓	

試料 (n=3, ①~③と記載) の水分測定 (使用しない場合は斜線)

指示		確認または入力			QC 欄
		①	②	③	
操作	水分計に Wt0, A, B 入力	✓	✓	✓	✓
操作	ミキサーで振り混ぜる (全体を均一にする)	✓	✓	✓	
秤量	シリンジにより採取(約 1mL)した, 水分計に投入前の試料とシリンジ重量. : (Wt1) シリンジ採取量*7 約 <u>1</u> mL	✓	✓	✓	
操作	水分計に試料を投入.	✓	✓	✓	
秤量	水分計に投入後のシリンジ重量 : (Wt2)	✓	✓	✓	
操作	水分計に Wt1, Wt2 入力	✓	✓	✓	
確認	カールフィッシャー水分計に表示される絶対水分量が 200 μg~5000 μg の範囲であることを確認する。(確認項目: カールフィッシャー水分計印字データの「Result」) 範囲を外れた場合, この範囲に入るように試料の採取量を変化させるか, 検体の秤量値を変更することができる。 変更した場合は, 同一条件で n=3 追加測定を行う。 この時, ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)2/5) 以降を使用し, 「追加測定」と記載して使用する。 追加測定の有無: 有 ・ <u>(無)</u>				✓

*4,7については, 絶対水分量が計画書の範囲外であった場合に数値の変更を行うことができるため, 指示と違う値に変更する事ができるため, 実数値を記入する。

*5,6は, 実数値を記入する。

備考欄 (使用しない場合は斜線)	QC 欄
/	✓

試験実施	担当者氏名: <u>大嶋 愛</u>	QC実施	担当者氏名: <u>松井 ゆかり</u>
	日付: <u>2013.7.23</u>		日付: <u>2013.7.26</u>

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)5/5)

試料の秤量値及びリザルト添付		QC	✓
PC92 マイソ酸塩原薬(試料) 大嶋愛		PC92 マイソ酸塩原薬(試料) 大嶋愛	
①	2013-07-23 13:39:19 a) 5.4183 g 2013-07-23 13:44:32 Wt0) 0.0503 g 2013-07-23 13:50:11 Wt4) 7.0501 g 2013-07-23 13:52:14 Wt1) 13.7335 g 2013-07-23 13:59:46 Wt2) 12.9389 g	①	*** R e s u l t *** Sample No. 01-08 Date 2013/07/23 13:59 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7335 g Wt2 12.9389 g Net 0.7946 g Wt0 0.0503 g B 1.5810 g A 129.45 ppm Result 2390.0 ug 93005 ppm
②	2013-07-23 14:03:07 a) 5.4671 g 2013-07-23 14:07:30 Wt0) 0.0501 g 2013-07-23 14:14:49 Wt4) 7.0999 g 2013-07-23 14:19:03 Wt1) 13.7365 g 2013-07-23 14:23:00 Wt2) 12.9395 g	②	*** R e s u l t *** Sample No. 01-09 Date 2013/07/23 14:19 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7365 g Wt2 12.9395 g Net 0.7970 g Wt0 0.0502 g B 1.5826 g A 129.45 ppm Result 2178.4 ug 84822 ppm
③	2013-07-23 14:27:24 a) 5.4592 g 2013-07-23 14:36:26 Wt0) 0.0502 g 2013-07-23 14:43:20 Wt4) 7.0992 g 2013-07-23 15:05:45 Wt1) 13.7505 g 2013-07-23 15:09:18 Wt2) 12.9429 g	③	*** R e s u l t *** Sample No. 01-10 Date 2013/07/23 15:05 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7503 g Wt2 12.9429 g Net 0.8074 g Wt0 0.0502 g B 1.5898 g A 129.45 ppm Result 2393.4 ug 92742 ppm

試験実施	担当者氏名: 大嶋愛	QC実施	担当者氏名: 松井ゆかり
	日付: 2013.7.23		日付: 2013.7.26

試験番号: 11448097-2

試験名: P092マレイン酸塩原薬の苛酷試験-オープン状態での保存安定性-

保存期間: 2週間

試験施設: (株)クレハ分析センター 医薬本部医薬部安定性試験室

(株)クレハ 医薬品事業部 吸着医薬技術センター 製剤研究室

測定日: 2013.7.23

分析結果

管理番号	検体の秤量値 (g)	試料の採取量 (mL)	水分		
			含有率(ppm)	絶対水分量(μ g)	
			個別値	個別値	
W6ANM-2週間	1	0.0503	1	93805	2398.0
	2	0.0502	1	84822	2178.4
	3	0.0502	1	92742	2393.4
平均値(ppm)	—	—	90456	—	
SD	—	—	4908	—	
RSD	—	—	5.43	—	

*含有率(個別値)は、計算は丸めない数値を用いて行った。

*含有率の平均値、SDは、小数点1桁目を四捨五入して表記した。RSDの計算値は小数点3桁目を四捨五入して表記した。

試験担当者: 大嶋 愛 2013年 7月 23日

QC担当者: 松井 中 かり - 77 - 2013年 7月 26日

	A	B	C	D	E	F	G
1	試験番号:	11448097-2 ✓					
2	試験名:	P092マレイン酸塩原薬の苛酷試験-オープン状態での保存安定性- ✓					
3	保存期間:	2週間 ✓					
4	試験施設:	(株)クレハ分析センター 医薬本部医薬部安定性試験室 ✓					
5		(株)クレハ 医薬品事業部 吸着医薬技術センター 製剤研究室 ✓					
6	測定日:	2013.7.23 ✓					
7							
8	分析結果						
9					水分		
10	管理番号	検体の秤量値 (g)	試料の採取量 (mL)	含有率(ppm)		絶対水分量(μg)	
11				個別値		個別値	
12	W6ANM-2週間 ✓	1	0.0503 ✓	1 ✓	93805 ✓	2398 ✓	
13		2	0.0502 ✓		84822 ✓	2178.4 ✓	
14		3	0.0502 ✓		92742 ✓	2393.4 ✓	
15	平均値(ppm)	—	—	—	=AVERAGE(E12:E14) ✓	—	
16	SD	—	—	—	=STDEV(E12:E14) ✓	—	
17	RSD	—	—	—	=E16/E15*100 ✓	—	
18							
19	*含有率(個別値)は、計算は丸めない数値を用いて行った。						
20	*含有率の平均値、SDは、小数点1桁目を四捨五入して表記した。RSDの計算値は小数点3桁目を四捨五入して表記した。 ✓						
21							

試験担当者 : 大嶋 愛 2013 年 7 月 23 日
 QC担当者 : 松井 ゆかり - 78 - 2013 年 7 月 26 日

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 4週間 】

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)1/5)

試験名	P092 マレイン酸塩原薬の苛酷試験-オープン状態での保存安定性-	QC欄
試験施設	(株)クレハ分析センター 医薬本部医薬部安定性試験室 (株)クレハ 医薬品事業部 吸着医薬技術センター 製剤研究室	✓

保存検体に関する記録

保存期間	管理番号	QC欄
4週間	W6ANM- 4週間	✓

使用する機器の記録

機器名 (型式, 機体番号, 製造元)	使用の有無	QC
上皿電子天びん (XS204, 1127380778, メトラー・トレド)	有・ <u>(無)</u>	✓
上皿電子天びん (XS204V, B104105790, メトラー・トレド)	<u>(有)</u> ・無	✓
カールフィッシャー水分計 (MKC-510N, LNA10B87, 京都電子工業)	<u>(有)</u> ・無	✓
計画書に記載の無い機器 (使用しない場合は斜線)		✓

使用する試薬の記録

試薬名	品位	製造元	ロット番号	開封日	QC
HYDRANAL-Coulomat AG	—	Sigma-Aldrich	SZBC 2260V	2013.6.6	✓
HYDRANAL-Coulomat CG	—	Sigma-Aldrich	SZBC 300GV	2013.7.22	✓
HYDRANAL-Coulomat Water Standard 1.00	—	Sigma-Aldrich	SZBC 2120V	2013.8.6	✓
メタノール	特製	キシダ化学	M174613C	2013.5.28	✓

使用する器具の記録 (使用しない場合は斜線)

器具名 (製造元, 規格, ロット番号又は型番)	確認	QC
スパーテル, ストップウォッチ	✓	✓
バイアル瓶, サンプル瓶, スクリュー管瓶などの汎用のガラス器具	✓	✓
タッチミキサー	✓	✓
除電器	✓	✓
プラスチックシリンジ (製造元: テルモ, 2.5 mL (ロット番号: 121115N)) (製造元: テルモ, 1 mL (ロット番号: 121202F))	✓	✓
注射針 (製造元: テルモ, 22G×1 1/4" (ロット番号: 130305B, 130418B))	✓	✓
計画書に記載のその他の器具		✓
計画書に記載の無い器具		✓

特記事項 (SD指^補により追記)

「計画書に記載のその他の器具」に使用した器具があったため追記する。(2013.8.12 大嶋愛)
使用した器具: セワタム

試験実施	担当者氏名: 大嶋愛	QC実施	担当者氏名: 新関孝高
	日付: 2013.8.6		日付: 2013.8.7

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)2/5)

<空試験>

メソッドの確認

指示		確認	QC欄
操作	メソッド1 (機器内蔵のバックグラウンド用メソッド) の選択		

バックグラウンドの調製 (n=3, ①~③と記載)

指示及び操作		確認			QC欄
		①	②	③	
スクリー管瓶等の最適なサイズのセプタム蓋付ガラス瓶にメタノール約 2mL を, シリンジを用いて加える.	添加量*1 約 _____ mL				
ミキサーで振り混ぜる. (検体の溶解に要する時間と同等の時間)	振り混ぜ時間*2 約 _____ 分*				
防湿のためテフロンシールする, これをバックグラウンド検体とする.					

*検体の溶解に要する時間が, この時に振り混ぜた時間よりも変化があった場合は, バックグラウンドからやり直す.
やり直しの有無: 有 ・ 無

バックグラウンドの測定 (n=3, ①~③と記載)

指示		確認			QC欄
		①	②	③	
秤量	シリンジで採取(約 1mL)した, 水分計に投入前のメタノールとシリンジ重量: (Wt1)	シリンジ採取量*3 約 _____ mL			
操作	水分計にバックグラウンド検体を投入.				
秤量	バックグラウンド検体を水分計に投入後のシリンジ重量.: (Wt2)				
操作	水分計に Wt1, Wt2 入力する.				
計算	①~③の水分の平均値 (ppm) (A) 平均値: _____				

水分計内蔵のプログラムでは, A の値は小数第 2 位までしか入力できないため, 1 回目, 2 回目, 3 回目の水分の平均値を求め, 小数第 3 位を四捨五入して用いる.

*1,2 は, 実数値を記入する.

*3 は, 絶対水分量が計画書の範囲外であった場合に数値の変更を行うことができるため, 指示と違う値に変更する事ができるため, 実数値を記入する.

特記事項

空試験は, 同日に行った試験番号: 11448097-1 と同じ条件の測定であったため, その測定値を用いた。コピーを添付する。次頁も同様である。コピーを添付する。

2013.8.6 大嶋 駿

試験実施	担当者氏名: <u>大嶋 駿</u>	QC実施	担当者氏名: <u>新関 孝高</u>
	日付: <u>2013.8.6</u>		日付: <u>2013.8.7</u>

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 4週(階) 】

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)3/5)

バックグラウンドの秤量値及びリザルト添付		QC	✓
(The main body of the worksheet is crossed out with a diagonal line.)			

試験実施	担当者氏名: 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名: 新関 孝高
	日付: 2013.8.6 - 81 -		日付: 2013.8.7

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)2/5)

<空試験>

メソッドの確認

指示		確認	QC欄
操作	メソッド1 (機器内蔵のバックグラウンド用メソッド) の選択	✓	✓

バックグラウンドの調製 (n=3, ①~③と記載)

指示及び操作		確認			QC欄
		①	②	③	
スクリー管瓶等の最適なサイズのセプタム蓋付ガラス瓶にメタノール約 2mL を, シリンジを用いて加える.	添加量*1 約 2 mL	✓	✓	✓	✓
ミキサーで振り混ぜる. (検体の溶解に要する時間と同等の時間)	振り混ぜ時間*2 約 2 分*	✓	✓	✓	
防湿のためテフロンシールする. これをバックグラウンド検体とする.		✓	✓	✓	

*検体の溶解に要する時間が, この時に振り混ぜた時間よりも変化があった場合は, バックグラウンドからやり直す.
やり直しの有無: 有・無

バックグラウンドの測定 (n=3, ①~③と記載)

指示		確認			QC欄
		①	②	③	
秤量	シリンジで採取(約 1mL)した, 水分計に投入前のメタノールとシリンジ重量: (Wt1)	シリンジ採取量*3 約 1 mL	✓	✓	✓
操作	水分計にバックグラウンド検体を投入.		✓	✓	✓
秤量	バックグラウンド検体を水分計に投入後のシリンジ重量.: (Wt2)		✓	✓	✓
操作	水分計に Wt1, Wt2 入力する.		✓	✓	✓
計算	①~③の水分の平均値 (ppm) (A) 平均値: 136.57		✓		

水分計内蔵のプログラムでは, A の値は小数第2位までしか入力できないため, 1回目, 2回目, 3回目の水分の平均値を求め, 小数第3位を四捨五入して用いる.

*1,2 は, 実数値を記入する.

*3 は, 絶対水分量が計画書の範囲外であった場合に数値の変更を行うことができるため, 指示と違う値に変更する事ができるため, 実数値を記入する.

QC実施 担当 新関孝高
2013. 8. 7
(QC4次の箇所を①印で表記した)

試験実施	担当者氏名: 大嶋愛	QC実施	担当者氏名: 新関孝高
	日付: 2013. 8. 6		日付: 2013. 8. 7

バックグラウンドの秤量値及びリザルト添付		QC	✓
<p>バックグラウンド 大嶋 愛</p> <p>Model : MKC-510N S/N : LNA10087 Sample :</p> <hr/> <p>Reagent: Coulomat AG Coulomat CG</p> <hr/> <p>Name : AI DOSHIMA</p> <hr/> <p>Method : 1 Calc. No. : 2</p> <p>① *** R e s u l t *** Sample No. 01-07 Date 2013/08/06 10:51 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7148 g Wt2 12.9277 g Net 0.7871 g Result 108.9 ug 138.33 ppm</p> <p>② *** R e s u l t *** Sample No. 01-08 Date 2013/08/06 10:59 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7264 g Wt2 12.9422 g Net 0.7842 g Result 105.3 ug 134.28 ppm</p> <p>③ *** R e s u l t *** Sample No. 01-09 Date 2013/08/06 11:07 Titr. Cell No. 1 Wt1 13.7165 g Wt2 12.9358 g Net 0.7807 g Result 107.0 ug 137.10 ppm</p>	<p>バックグラウンド 大嶋 愛</p> <p>① 2013-08-06 10:51:57 Wt1) 13.7148 g 2013-08-06 10:53:05 Wt2) 12.9277 g</p> <p>② 2013-08-06 10:59:21 Wt1) 13.7264 g 2013-08-06 11:00:17 Wt2) 12.9422 g</p> <p>③ 2013-08-06 11:07:18 Wt1) 13.7165 g 2013-08-06 11:09:33 Wt2) 12.9358 g</p>		

QC実施 担当 新聞 孝高

2013. 8. 7 (QC4227) 随所書(✓)印付表

試験実施	担当者氏名: 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名: 新聞 孝高
	日付: 2013. 8. 6		日付: 2013. 8. 7

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)4/5)

メソッドの確認

指示		確認	QC 欄
操作	メソッド 2 の選択 (計算式 No.3)	✓	✓

試料 (n=3, ①~③と記載) の調製 (使用しない場合は斜線)

指示		確認または入力			QC 欄
		①	②	③	
秤量	セプタム蓋付ガラス瓶の質量 : (a)	✓	✓	✓	✓
秤量	検体の重量 (約 50mg) : (Wt 0) 検体採取量*4: 約 <u>50</u> mg	✓	✓	✓	
計算	検体(Wt 0) +セプタム蓋付ガラス瓶の質量(a) : (Wt 3) ① <u>5.5203</u> ② <u>5.5205</u> ③ <u>5.4889</u>	✓	✓	✓	
秤量	メタノール(約 2ml)を添加後の重量 : (Wt 4) メタノール添加量*5: 約 <u>2</u> mL	✓	✓	✓	
計算	抽出溶媒量=(Wt 4)-(Wt 3) : (B) ① <u>1.5755</u> ② <u>1.5763</u> ③ <u>1.5889</u>	✓	✓	✓	
操作	ミキサーで振り混ぜる. 検体の溶解に要する時間*6: 約 <u>2</u> 分	✓	✓	✓	
操作	防湿のためテフロンシールする. これを試料とする.	✓	✓	✓	

試料 (n=3, ①~③と記載) の水分測定 (使用しない場合は斜線)

指示		確認または入力			QC 欄
		①	②	③	
操作	水分計に Wt0, A, B 入力	✓	✓	✓	✓
操作	ミキサーで振り混ぜる (全体を均一にする)	✓	✓	✓	
秤量	シリンジにより採取(約 1mL)した, 水分計に投入前の試料とシリンジ重量. : (Wt1) シリンジ採取量*7 約 <u>1</u> mL	✓	✓	✓	
操作	水分計に試料を投入.	✓	✓	✓	
秤量	水分計に投入後のシリンジ重量 : (Wt2)	✓	✓	✓	
操作	水分計に Wt1, Wt2 入力	✓	✓	✓	
確認	カールフィッシャー水分計に表示される絶対水分量が 200 μg~5000 μg の範囲であることを確認する。(確認項目: カールフィッシャー水分計印字データの「Result」) 範囲を外れた場合, この範囲に入るように試料の採取量を変化させるか, 検体の秤量値を変更することができる。 変更した場合は, 同一条件で n=3 追加測定を行う。 この時, ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)2/5) 以降を使用し, 「追加測定」と記載して使用する。 追加測定の有無: 有 ・ <u>無</u>				✓

*4,7については, 絶対水分量が計画書の範囲外であった場合に数値の変更を行うことができるため, 指示と違う値に変更する事ができるため, 実数値を記入する。

*5,6は, 実数値を記入する。

備考欄 (使用しない場合は斜線)		QC 欄
(斜線)		✓

試験実施	担当者氏名: <u>大嶋 愛</u>	QC実施	担当者氏名: <u>新聞 孝高</u>
	日付: <u>2013.8.6</u>		日付: <u>2013.8.7</u>

ワークシート (水分測定(カールフィッシャー法)5/5)

試料の秤量値及びリザルト添付		QC	✓
試料	大嶋 愛	試料	大嶋 愛
①		①	
2013-08-06 13:59:18	5.4702 g	*** R e s u l t ***	
2013-08-06 14:03:21	0.0501 g	Sample No. 01-14	
2013-08-06 14:09:46	7.0953 g	Date 2013/08/06 14:15	
2013-08-06 14:13:18	13.7146 g	Titr. Cell No. 1	
2013-08-06 14:16:36	12.9076 g	Wt1 13.7146 g	
		Wt2 12.9076 g	
		Net 0.8070 g	
		Wt0 0.0501 g	
		B 1.5755 g	
		A 136.57 ppm	
		Result 2524.0 ug	
		97220 ppm	
②		②	
2013-08-06 14:21:21	5.4705 g	*** R e s u l t ***	
2013-08-06 14:27:56	0.0500 g	Sample No. 01-15	
2013-08-06 14:33:50	7.0968 g	Date 2013/08/06 14:38	
2013-08-06 14:38:36	13.7534 g	Titr. Cell No. 1	
2013-08-06 14:39:47	12.9615 g	Wt1 13.7534 g	
		Wt2 12.9615 g	
		Net 0.7921 g	
		Wt0 0.0500 g	
		B 1.5763 g	
		A 136.57 ppm	
		Result 2438.5 ug	
		95500 ppm	
③		③	
2013-08-06 14:43:44	5.4309 g	*** R e s u l t ***	
2013-08-06 14:47:22	0.0500 g	Sample No. 01-16	
2013-08-06 14:53:16	7.0773 g	Date 2013/08/06 14:57	
2013-08-06 14:57:56	13.7344 g	Titr. Cell No. 1	
2013-08-06 14:59:34	12.9335 g	Wt1 13.7344 g	
		Wt2 12.9335 g	
		Net 0.8009 g	
		Wt0 0.0500 g	
		B 1.5889 g	
		A 136.57 ppm	
		Result 2445.1 ug	
		95728 ppm	

試験実施	担当者氏名: 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名: 新関 孝高
	日付: 2013.8.6		日付: 2013.8.7

試験番号: 11448097-2

試験名: P092マレイン酸塩原薬の苛酷試験-オープン状態での保存安定性-

保存期間: 4週間

試験施設: (株)クレハ分析センター 医薬本部医薬部安定性試験室

(株)クレハ 医薬品事業部 吸着医薬技術センター 製剤研究室

測定日: 2013.8.6

分析結果

管理番号		検体の秤量値 (g)	試料の採取量 (mL)	水分	
				含有率(ppm)	絶対水分量(μ g)
				個別値	個別値
W6ANM-4週間	1	0.0501	1	97220	2524.8
	2	0.0500		95500	2430.5
	3	0.0500		95728	2445.1
平均值(ppm)		—	—	96149	—
SD		—	—	934	—
RSD		—	—	0.97	—

*含有率(個別値)は、計算は丸めない数値を用いて行った。

*含有率の平均值, SDは、小数点1桁目を四捨五入して表記した。RSDの計算値は小数点3桁目を四捨五入して表記した。

試験担当者: 大嶋 愛 2013 年 8 月 6 日

QC担当者: 新関 孝高 - 86 - 2013 年 8 月 7 日

	A	B	C	D	E	F	G	
1	試験番号:	11448097-2	✓					
2	試験名:	P092マレイン酸塩原薬の苛酷試験-オープン状態での保存安定性-					✓	
3	保存期間:	4週間	✓					
4	試験施設:	(株)クレハ分析センター 医薬本部医薬部安定性試験室					✓	
5		(株)クレハ 医薬品事業部 吸着医薬技術センター 製剤研究室					✓	
6	測定日:	2013.8.6						
7								
8	分析結果							
9					水分			
10	管理番号 ✓	検体の秤量値 ✓ (g)	試料の採取量 ✓ (mL)		含有率(ppm) ✓	絶対水分量(μg)		
11					個別値 ✓	個別値		
12	✓	1	0.0501 ✓		97220 ✓	2524.8 ✓		
13	W6ANM-4週間	2	0.05 ✓		95500 ✓	2430.5 ✓		
14		3	0.05 ✓	1 ✓	95728 ✓	2445.1 ✓		
15	平均値(ppm) ✓		—	—	=AVERAGE(E12:E14) ✓	—		
16	SD ✓		—	—	=STDEV(E12:E14) ✓	—		
17	RSD ✓		—	—	=E16/E15*100 ✓	—		
18								
19	*含有率(個別値)は、計算は丸めない数値を用いて行った。 ✓							
20	*含有率の平均値、SDは、小数点1桁目を四捨五入して表記した。RSDの計算値は小数点3桁目を四捨五入して表記した。 ✓							
21								

試験担当者: 大嶋 愛 2013 年 8 月 6 日

QC担当者: 新関 孝高 - 87 - 2013 年 8 月 7 日

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 02週間 】

ワークシート (赤外吸収スペクトル 1/3)

試験名	P092 マレイン酸塩原薬の苛酷試験-オープン状態での保存安定性-	QC欄
試験施設	(株)クレハ分析センター 医薬本部医薬部安定性試験室 (株)クレハ 医薬品事業部 吸着医薬技術センター 製剤研究室	✓

保存検体に関する記録

保存期間	管理番号	QC欄
02週間	W6ANM- 02週間	✓

使用機器に関する記録

機器名	型式	機体番号	製造業者	使用の有・無*	QC欄
上皿電子天びん	AX504	1120473798	メトラー・トレド(株)	有・ 無	✓
	XS204	1127380778		有・ 無	
	XS204V	B104105790		有 ・無	
	AE163	D48522		有・ 無	
ミニプレス	MP-1	—	ジャスコエンジニアリング(株)	有 ・無	
TabletMaster スターターキット-05	—	—	ジャスコエンジニアリング(株)	有 ・無	
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	有 ・無	

*使用の有無：該当する方に○をする

試薬に関する記録

試薬名	規格・純度等	製造業者	Lot No.	開封日	QC欄
臭化カリウム	IR 吸収測定用	和光純薬工業(株)	WEJ 6837	2012.11.26	✓

器具類に関する記録 (記載が無い場合は斜線)

器具名	確認	QC欄
スパーテル	✓	✓
メノウ乳鉢・乳棒	✓	
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を確認する。)	✓	
除電器	✓	
ポリスチレン膜 ((株)パーキンエルマー製) ロット番号: PE08606	✓	
計画書に記載のその他の器具: なし	✓	
計画書に記載の無いその他の汎用器具: 7.5L	✓	

備考欄 (使用しない場合は斜線)

備考欄 (使用しない場合は斜線)	QC欄
/	✓

試験実施	担当者氏名: 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名: 松井 中かひ
	日付: 2013.7.17		日付: 2013.7.19

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 01週間 】

ワークシート (赤外吸収スペクトル 2/3)

錠剤の調製に関する記録 (n=1)

指図及び記録	確認	QC欄						
<p>【検体入り臭化カリウム錠剤の調製】</p> <p>指図：乾燥検体を 1~2 mg 及び赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 0.10~0.20 g 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。</p> <p>記録： 検体秤量値 臭化カリウム秤量値</p> <p style="text-align: center;">大嶋 愛</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%; vertical-align: top;">臭化カリウム 2013-07-17</td> <td style="width: 30%; vertical-align: top;">13:45:58 0.1563 g</td> <td style="width: 40%;"></td> </tr> <tr> <td style="vertical-align: top;">乾燥検体 2013-07-17</td> <td style="vertical-align: top;">13:50:01 0.0016 g</td> <td></td> </tr> </table>	臭化カリウム 2013-07-17	13:45:58 0.1563 g		乾燥検体 2013-07-17	13:50:01 0.0016 g		<p>✓</p> <p>✓</p>	<p>✓</p>
臭化カリウム 2013-07-17	13:45:58 0.1563 g							
乾燥検体 2013-07-17	13:50:01 0.0016 g							
<p>指図：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。</p> <p>実施の有無 : 有 ・ <input checked="" type="radio"/> (無) (該当する方に○をする)</p>	<p>✓</p>	<p>✓</p>						
<p>【対照臭化カリウム錠剤の調製】</p> <p>指図：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する。</p> <p>記録： 臭化カリウム秤量値</p> <p>特記事項 対照臭化カリウム錠剤は、同日に実施した試験番号：11448097-1 で用いるものと同等のため、上記試験番号で調製した錠剤を使用することとした。上記試験番号のワークシート(赤外吸収スペクトル 2/3)のコピーを添付する。</p>	<p>✓</p>	<p>✓</p>						
<p>指図：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。</p> <p>実施の有無 : 有 ・ <input type="radio"/> (無) (該当する方に○をする)</p>		<p>✓</p>						

試験実施	担当者氏名： 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名： 松井ゆかり
	日付：2013.7.17		日付：2013.7.19

試験番号【 11448097-1 】

保存期間【 0 週間 】

ワークシート (赤外吸収スペクトル 2/3)

錠剤の調製に関する記録 (n=1)

指図及び記録	確認	QC 欄
<p>【検体入り臭化カリウム錠剤の調製】</p> <p>指図：乾燥検体を 1~2 mg 及び赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 0.10~0.20 g 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。</p> <p>記録： 検体秤量値 臭化カリウム秤量値</p> <div style="margin-left: 100px;"> <p>臭化カリウム 大嶋愛</p> <p>2013-07-17 13:32:23</p> <p>乾燥 0.1540 g</p> <p>検体</p> <p>2013-07-17 13:37:26</p> <p>0.0015 g</p> </div>	<p>✓</p>	<p>✓</p>
<p>指図：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。</p> <p>実施の有無 : 有 ・ <u>無</u> (該当する方に○をする)</p>	<p>✓</p>	<p>✓</p>
<p>【対照臭化カリウム錠剤の調製】</p> <p>指図：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する。</p> <p>記録： 臭化カリウム秤量値</p> <div style="margin-left: 100px;"> <p>臭化カリウム 大嶋愛</p> <p>2013-07-17 13:26:29</p> <p>0.1593 g</p> </div>	<p>✓</p>	<p>✓</p>
<p>指図：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。</p> <p>実施の有無 : 有 ・ <u>無</u> (該当する方に○をする)</p>	<p>✓</p>	<p>✓</p>

QC: 2013.7.19 松井ゆかり

試験実施	担当者氏名: 大嶋愛	QC実施	担当者氏名: 松井ゆかり
	日付: 2013.7.17		日付: 2013.7.18

ワークシート (赤外吸収スペクトル 3/3)

装置の調整法

操 作	判定*1	QC欄
<p>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。</p>	(適合)	✓
<p>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。</p> <p>波数にずれがある場合は波数補正を行う。 <u>波数補正の有無</u> : 有 ・ (無) (該当する方に○をする)</p>		
<p>透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の 3000~1000 cm-1 における数点の吸収を 2 回繰り返し測定するとき、透過率の差は 0.5%以内とし、波数の差は 3000 cm-1 付近で 5 cm-1 以内、1000 cm-1 付近で 1 cm-1 以内であることを確認する。</p> <p><u>分光器の検証レポートは別紙添付する * 特記事項有り(1)。</u></p>	不適合	

*1: 判定: 該当する方に○をする

赤外吸収スペクトルの測定 (n=1)

操 作	確認	QC欄
<p>対照臭化カリウム錠剤及び検体入り臭化カリウム錠剤をフーリエ変換赤外分光光度計で赤外吸収スペクトルを測定する。 対照臭化カリウム錠剤の吸収スペクトルと検体入り臭化カリウム錠剤の吸収スペクトルとを比較し得られた検体の吸収スペクトルの、経時的なスペクトルの変化の有無を確認する。</p> <p><u>得られたスペクトルは別紙添付する。</u></p> <p><u>経時的なスペクトルの変化の有無</u> : 有 ・ 無 (該当する方に○をする) * 特記事項有り(2)。</p>	✓	✓

*特記事項(1): 装置の調整は、同日に実施した、試験番号: 11448097-1 に原紙を添付するので、こちらの試験では、コピーを添付する。

(2): 今回の分析は初期値のため、スペクトルの変化についての確認は行わない。

2013.7.17 大嶋愛

試験実施	担当者氏名: 大嶋愛	QC実施	担当者氏名: 松井ゆかり
	日付: 2013.7.17		日付: 2013.7.17

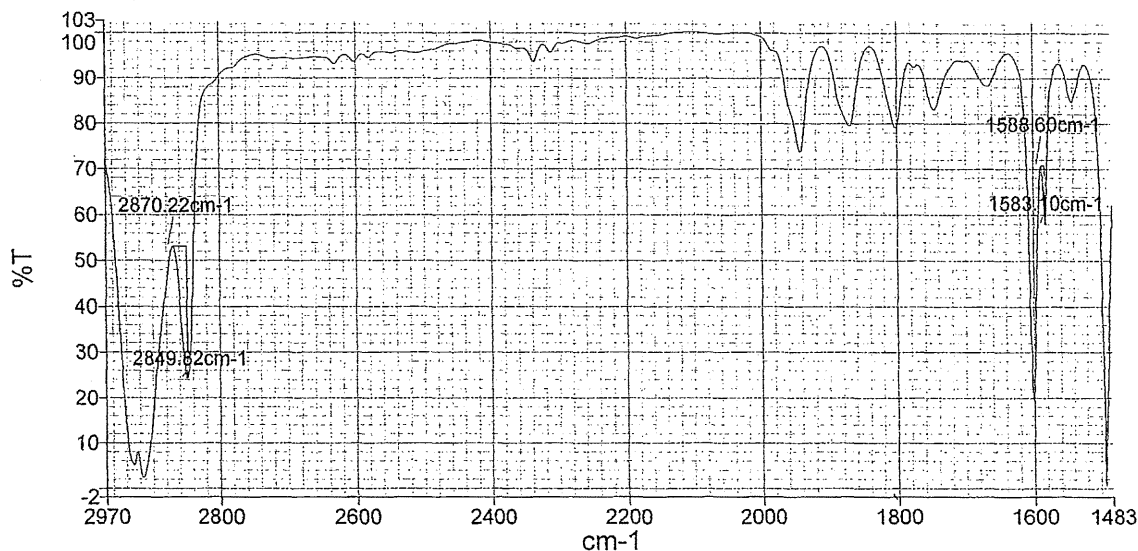


分光器の検証レポート

Analyst	Administrator
日付/時間	2013年7月17日 13:21
ソフトウェア	PerkinElmer Spectrum バージョン 10.03.06
レポートファイル	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_7_17\C78378 [Spectrum400]_Instrument_Verification_Log.rtf
分光器シリアル番号	C78378
分光器名	Spectrum400
分光器の構成	Sample Station
アクセサリシリアル番号	
分解能	4 cm-1
サンプリング	内部 APV

JP分解能パフォーマンステスト **合格**

積算回数	16
アクセサリのバックグラウンド	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_7_17\C78378 [Spectrum400]_JP_ResolutionPerformanceTest_Background.sp
スペクトルファイル	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_7_17\C78378 [Spectrum400]_JP_ResolutionPerformanceTest.sp



ピーク高さ						
ドラフの公称値 (cm-1)	測定されたドラフ (cm-1)	ピークの公称値 (cm-1)	測定されたピーク (cm-1)	最小ピーク高さ (%T)	測定されたピーク高さ (%T)	結果
2870.00 ✓	2870.22 ✓	2850.00 ✓	2849.82 ✓	18.0000 ✓	28.7952 ✓	合格 ✓
1589.00 ✓	1588.60 ✓	1583.00 ✓	1583.10 ✓	12.0000 ✓	12.8377 ✓	合格 ✓

JP波数検証テスト **合格**

積算回数	16
アクセサリのバックグラウンド	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_7_17\C78378 [Spectrum400]_JP_WavenumberVerificationTest_Background.sp

