

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 4週間 】

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>	<p>適合</p>	<p>✓</p>
<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。</p> <p>波数補正の有無 : 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>分光器の検証レポートは別紙添付する。※特記事項有り。</p>	<p>不適合</p>	

\*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。</p> <p>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>得られたスペクトルは別紙添付する。</p> <p>経時的なスペクトルの変化の有無 : (有) ・ 無 (該当する方に○をする)</p>	<p>✓</p>	<p>✓</p>

※特記事項

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。

試験実施	担当者氏名: 大嶋 愛	QC実施	担当者氏名: 浦本 ヲツキ
	日付: 2013.8.8		日付: 2013.8.12

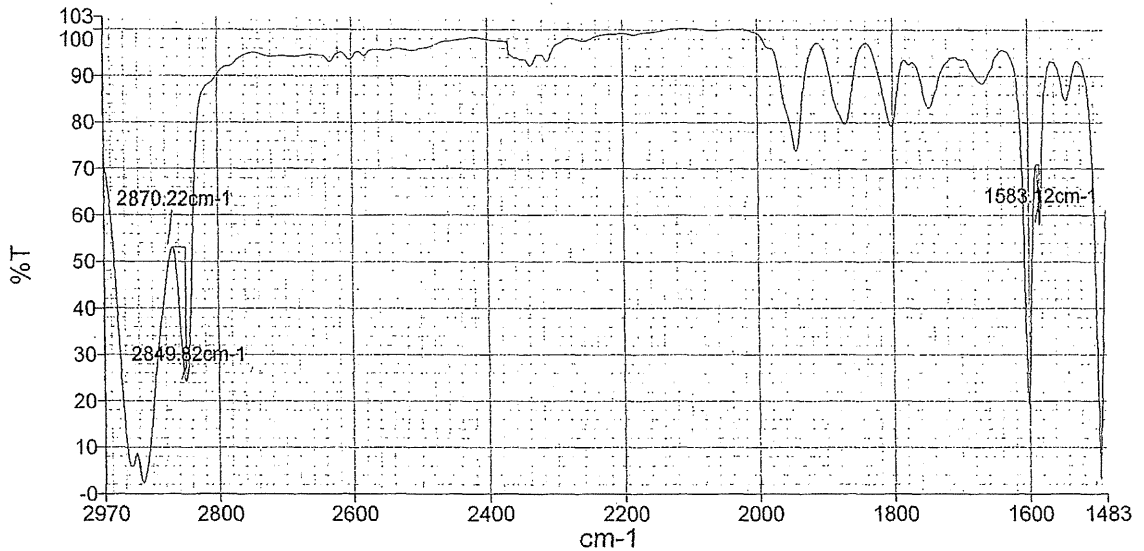


## 分光器の検証レポート

Analyst	Administrator
日付/時間	2013年8月8日 13:46 ✓
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_8_8\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 <sup>-1</sup>
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_8_8\C78378 [Spectrum400]_JP_ResolutionPerformanceTest_Background.sp
スペクトルファイル	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_8_8\C78378 [Spectrum400]_JP_ResolutionPerformanceTest.sp



ピーク高さ						
トラフの公称値 (cm-1)	測定されたトラフ (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 ✓	28.8244 ✓	合格 ✓
1589.00 ✓	1588.62 ✓	1583.00 ✓	1583.12 ✓	12.0000 ✓	12.9006 ✓	合格 ✓

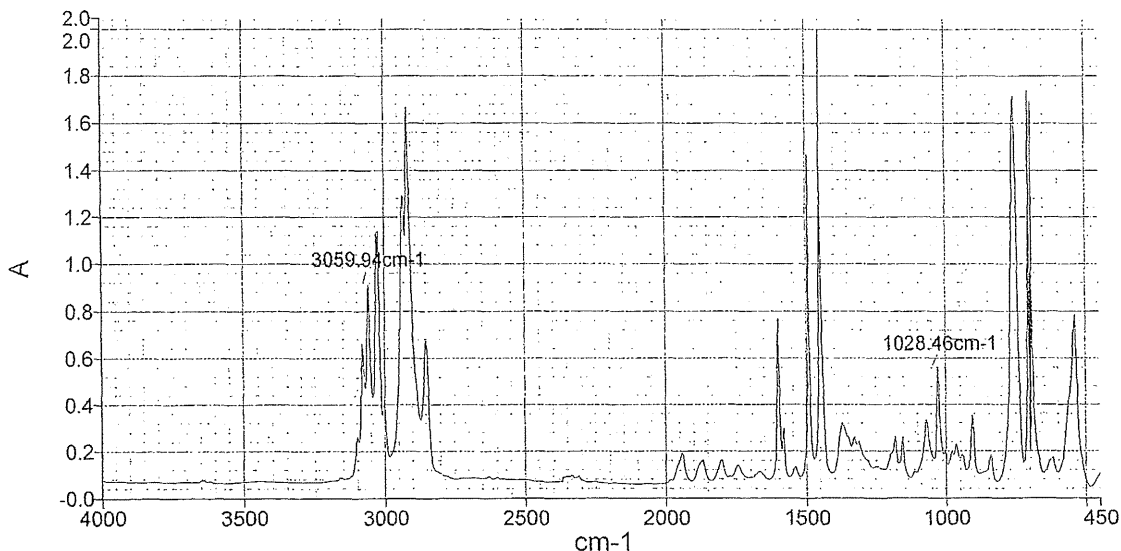
JP波数検証テスト **合格**

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_8_8\C78378 [Spectrum400]_JP_WavenumberVerificationTest_Background.sp



スペクトルファイル

C:\pel\_data\Instrument Verification\2013\_8\_8\C78378  
[Spectrum400]\_JP\_WavenumberVerificationTest.sp



公称値 (cm-1)	測定結果 (cm-1)	下限 (cm-1)	上限 (cm-1)	結果
3060.00	3059.94	3058.50	3061.50	合格
1028.30	1028.46	1027.30	1029.30	合格

JP再現性テスト

合格

積算回数

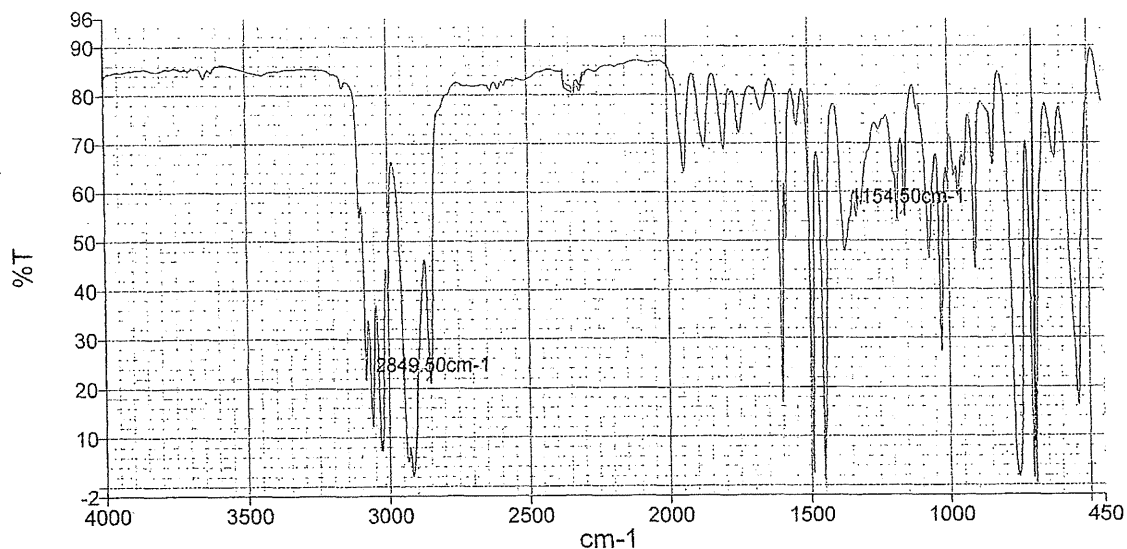
16

アクセサリのバックグラウンド

C:\pel\_data\Instrument Verification\2013\_8\_8\C78378  
[Spectrum400]\_JP\_RepeatabilityTest\_Background.sp

スペクトルファイル

フォルダ: C:\pel\_data\Instrument Verification\2013\_8\_8、ファイル:  
C78378[Spectrum400]\_JP\_RepeatabilityTest\_1.spからC78378  
[Spectrum400]\_JP\_RepeatabilityTest\_2.sp



ピーク位置の公称値 (cm-1)	横軸変動の公称値 (cm-1)	測定された横軸変動 (cm-1)	縦軸変動の公称値 (%T)	測定された縦軸変動 (%T)	結果
2849.50	5.000	0.0022	0.5000	0.0139	合格
1154.50	1.000	0.0003	0.5000	0.0082	合格

分光器の検証レポート

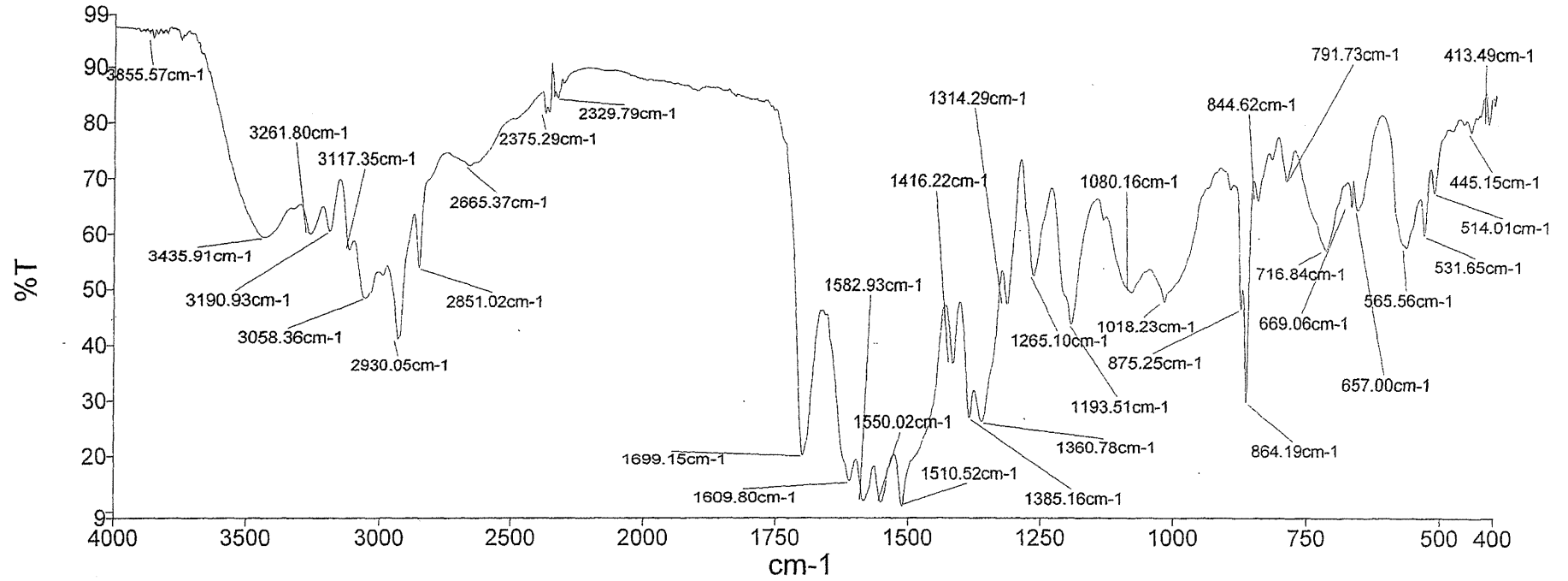
QC: 2013. 8. 12

- 115 - 浦本さつき



測定者  
日付

Administrator  
2013年8月8日 15:03



サンプル名	記述
検体・11448097-2-4週間 2013年8月8日	✓

SD確認  
2013.8.8  
千葉忠彦



QC: 2013.8.12

浦本さつき



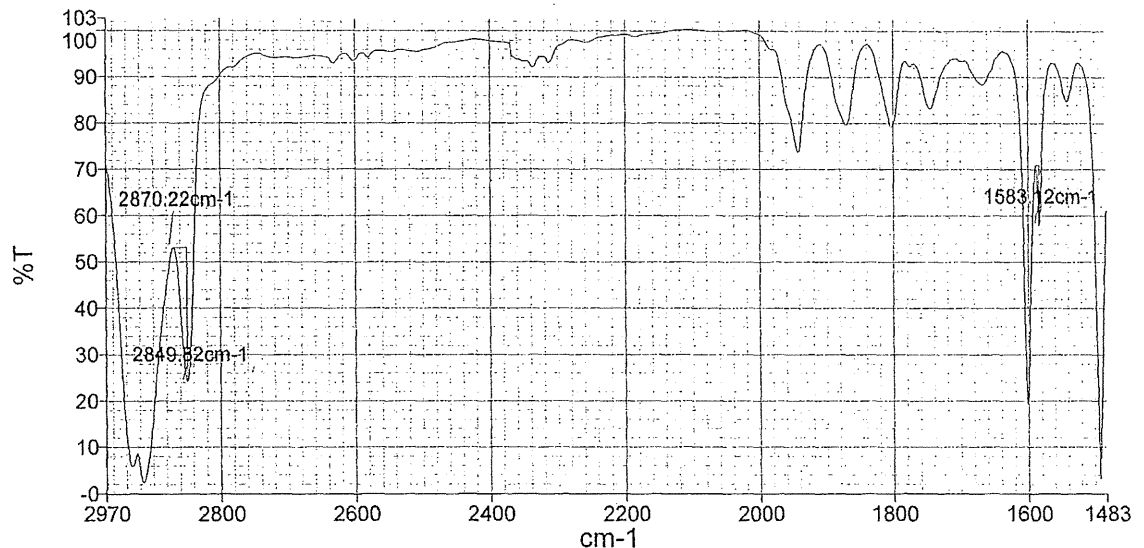


## 分光器の検証レポート

Analyst	Administrator
日付/時間	2013年8月8日 13:46
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_8_8\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 <sup>-1</sup>
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_8_8\C78378 [Spectrum400]_JP_ResolutionPerformanceTest_Background.sp
スペクトルファイル	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_8_8\C78378 [Spectrum400]_JP_ResolutionPerformanceTest.sp



ピーク高さ						
トラフの公称値(cm-1)	測定されたトラフ(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	28.8244	合格
1589.00	1588.62	1583.00	1583.12	12.0000	12.9006	合格

JP波数検証テスト **合格**

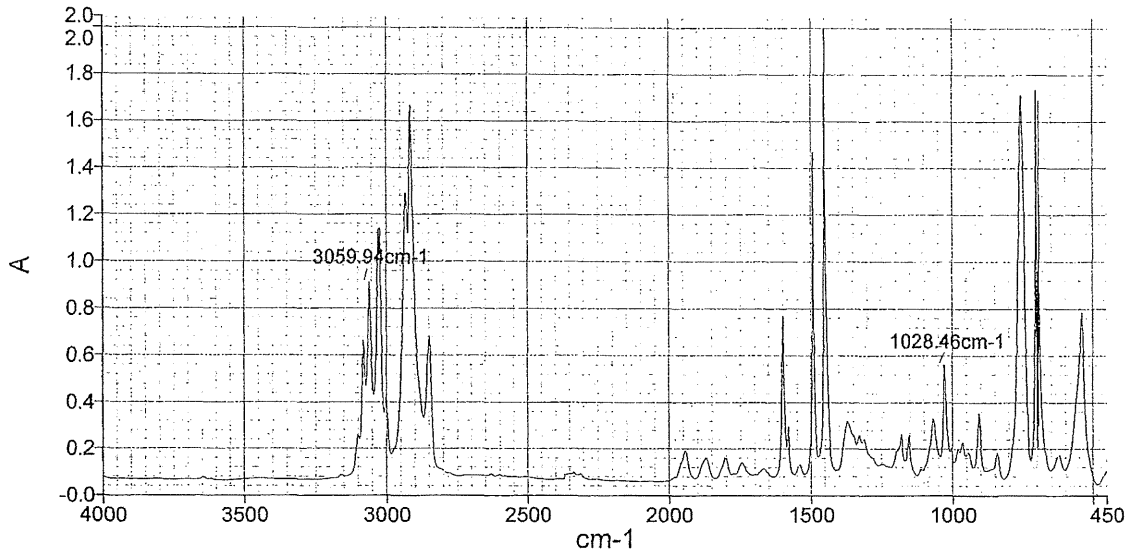
積算回数	16
アクセサリのバックグラウンド	C:\pel_data\Instrument Verification\2013_8_8\C78378 [Spectrum400]_JP_WavenumberVerificationTest_Background.sp





スペクトルファイル

C:\pel\_data\Instrument Verification\2013\_8\_8\C78378  
[Spectrum400]\_JP\_WavenumberVerificationTest.sp



公称値 (cm-1)	測定結果 (cm-1)	下限 (cm-1)	上限 (cm-1)	結果
3060.00	3059.94	3058.50	3061.50	合格
1028.30	1028.46	1027.30	1029.30	合格

JP再現性テスト

合格

積算回数

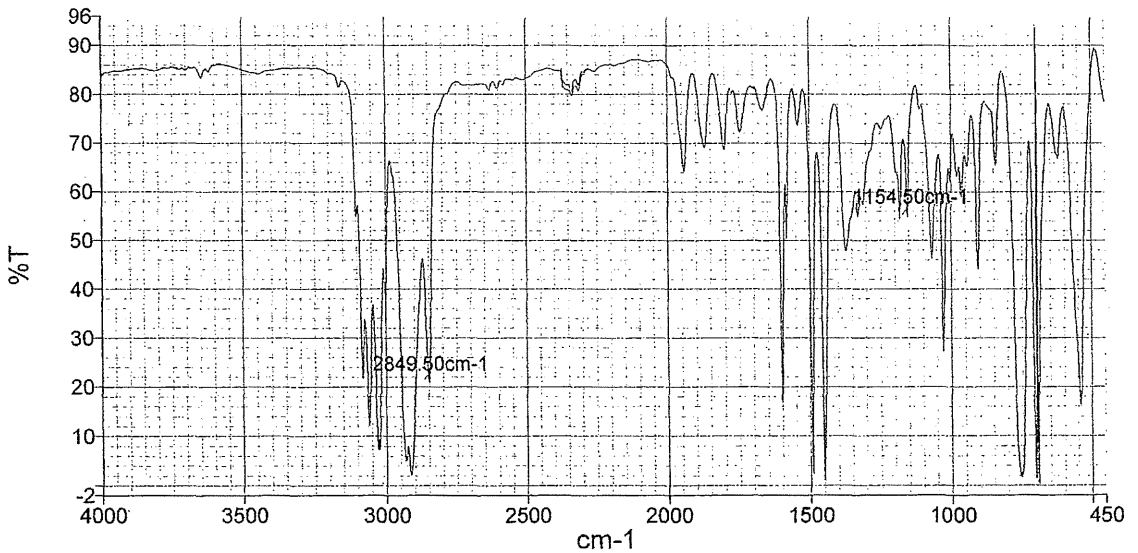
16

アクセサリのバックグラウンド

C:\pel\_data\Instrument Verification\2013\_8\_8\C78378  
[Spectrum400]\_JP\_RepeatabilityTest\_Background.sp

スペクトルファイル

フォルダ: C:\pel\_data\Instrument Verification\2013\_8\_8、ファイル:  
C78378[Spectrum400]\_JP\_RepeatabilityTest\_1.spからC78378  
[Spectrum400]\_JP\_RepeatabilityTest\_2.sp

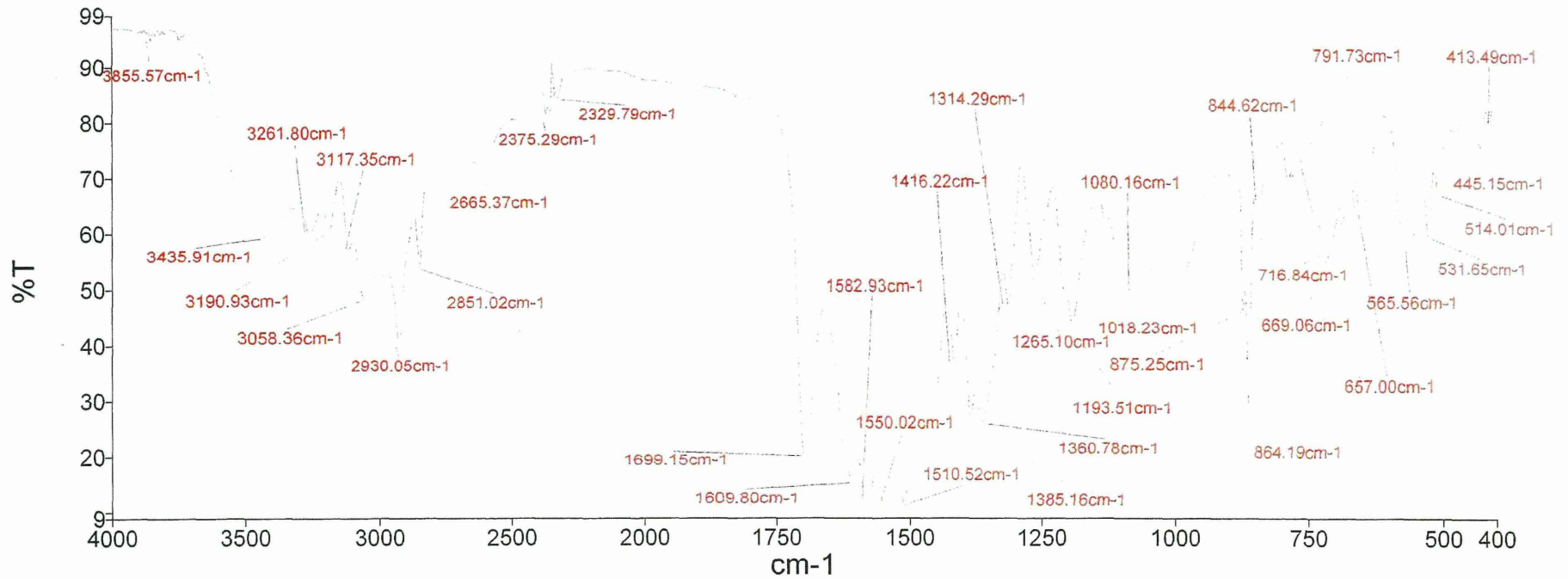


ピーク位置の公称値 (cm-1)	横軸変動の公称値 (cm-1)	測定された横軸変動 (cm-1)	縦軸変動の公称値 (%T)	測定された縦軸変動 (%T)	結果
2849.50	5.000	0.0022	0.5000	0.0139	合格
1154.50	1.000	0.0003	0.5000	0.0082	合格

分光器の検証レポート

測定者  
日付

Administrator  
2013年8月8日 15:03



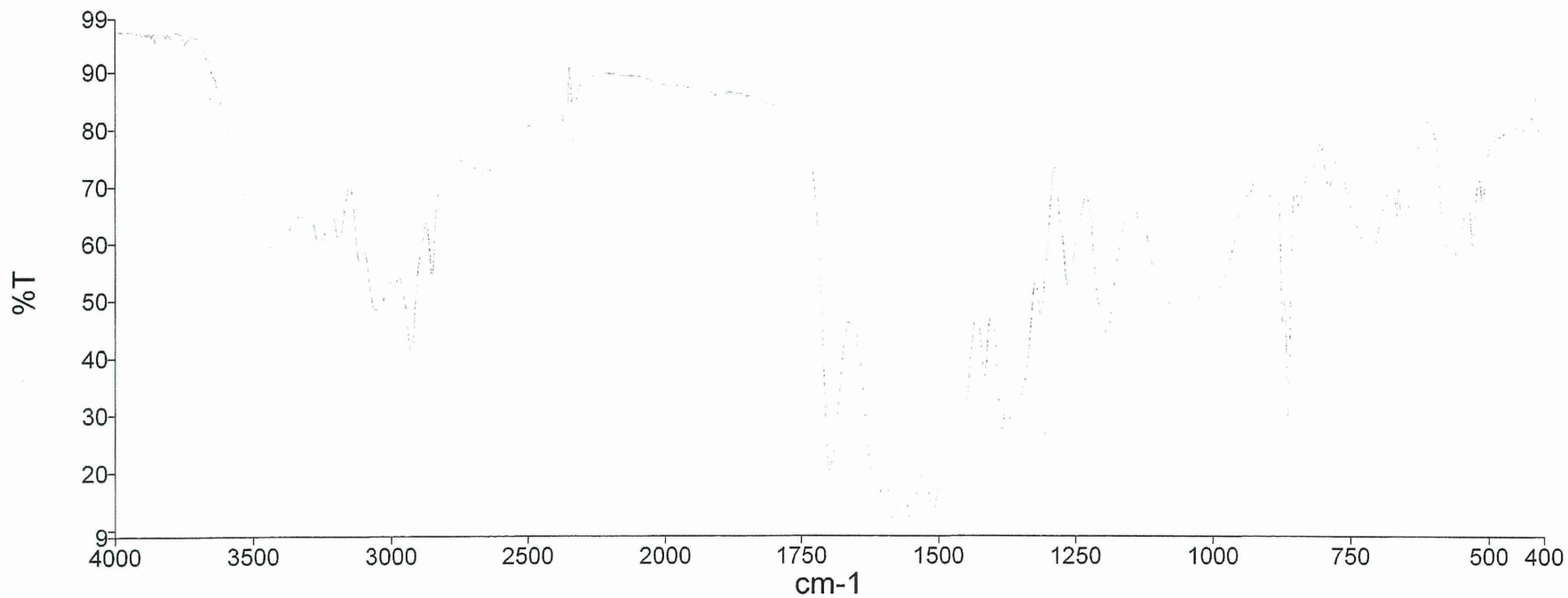
- 119 -

サンプル名	記述
検体・11448097-2-4週間 2013年8月8日	

SD確認  
20B.子  
千葉忠彦

測定者  
日付

Administrator  
2013年8月8日 15:04



サンプル名	記述
検体・11448097-2-4週間 2013年8月8日	



## ワークシート(核磁気共鳴スペクトル 1/2)

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-	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
保存開始時(0週間)	W6ANM - <u>0週間</u>	✓

## 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
核磁気共鳴装置	UNITY INOVA 500	S010295	アジレント・テクノロジー(株)	(有)・無	✓
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)	

\* : 使用の有無 : 該当する方に○をする

## 使用する試薬に関する記録

試薬名	規格・純度等	製造業者	ロット番号	開封日	QC欄
ジメチルスルホキシド-D6(TMS 0.03%)	NMR 測定用	Acros Organics	A0303297	2013.7.16	✓

器具類に関する記録(以下に記載するものから使用し、使用したものには☑を記入する。記載の無い汎用器具を使用した場合、ワークシートに使用記録を記入する。)

器具名及び確認内容	確認	QC欄
☑スパーテル      ☑パスツールピペット	✓	✓
☑バイアル瓶      ☑ピンセット		
☑NMR 用測定チューブ((株)シゲミ: 外径 5mm, 長さ 180mm)		
☑ボルテックスミキサー		
☑プッシュボタン式液体用微量体積計 (名称: Finnpiptette F2, 機体番号: HJ01028)		

有限  
2013.7.16  
田中

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC欄
/	

試験実施	担当者氏名: 飯嶋 由佳	QC実施	担当者氏名: 石崎 尚昭
	日付: 2013.7.16 ~ 17		日付: 2013.7.22

## ワークシート(核磁気共鳴スペクトル 2/2)

## 試料溶液の調製に関する記録

操作	確認	QC欄
乾燥検体 10~50mg を DMSO-D <sub>6</sub> (TMS0.03%入り) 0.5~1.0mL に溶かす。NMR 測定用チューブに封入する。	秤量記録添付欄 2013-07-16 16:52:08 W6ANM-0週間 0.0104 g 飯嶋由位	✓ ✓

## 核磁気共鳴スペクトルの測定に関する記録

操作	確認	QC欄
指図：均一に溶解した試料溶液につき核磁気共鳴スペクトル測定装置でプロトン NMR を測定する。 測定条件：核磁気共鳴装置に装着した500MHz <sup>1</sup> H- <sup>19</sup> F/ <sup>15</sup> N- <sup>31</sup> P 5mm PFG Switchable P robeに検体溶液の入ったNMR測定管を挿入し、16 Hzで回転させる。測定温度は常温、45度パルスの3.5秒照射、ディレイ間隔4秒のパルスシーケンスで16回積算測定し、フーリエ変換を行う。	✓ ✓	✓ ✓
条件の確認（確認したものに☑を記入する） <input checked="" type="checkbox"/> 回転数 (16Hz) <input checked="" type="checkbox"/> 測定温度 (常温) (24.0 °C) <input checked="" type="checkbox"/> パルス角度 45度 <input checked="" type="checkbox"/> 照射時間 3.5 秒 <input checked="" type="checkbox"/> ディレイ間隔 4秒 <input checked="" type="checkbox"/> 積算回数 16 回 TMS 2013.7.21 飯嶋由位	✓ ✓	✓ ✓
指図：0ppm 付近の TSP シグナルを 0ppm に設定し、0ppm から 10ppm の観測範囲のシグナルについてマニピュレーションで積分曲線をつけ、バックグラウンド補正を行う。化学シフト、多重度、結合定数、シグナル面積強度比を求める。 n=1 で行い、経時的なスペクトルの変化の有無を確認する。 得られたスペクトルは別途添付する	✓	✓

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC欄
斜線	

試験実施	担当者氏名: 飯嶋由位	QC実施	担当者氏名: 宮崎新昭
	日付: 2013.7.16~17		日付: 2013.7.22

✓ 11448097-2  
 ✓ W6ANM-0w  
 ✓ DMSO-d6 /TMS 0.03%  
 ✓ SW  
 ✓ OP/Iijima

Sample Name:

Data Collected on:  
 Agilent-NMR-inova500  
 Archive directory:

Sample directory:

Fidfile: 11448097-2\_0w\_0717

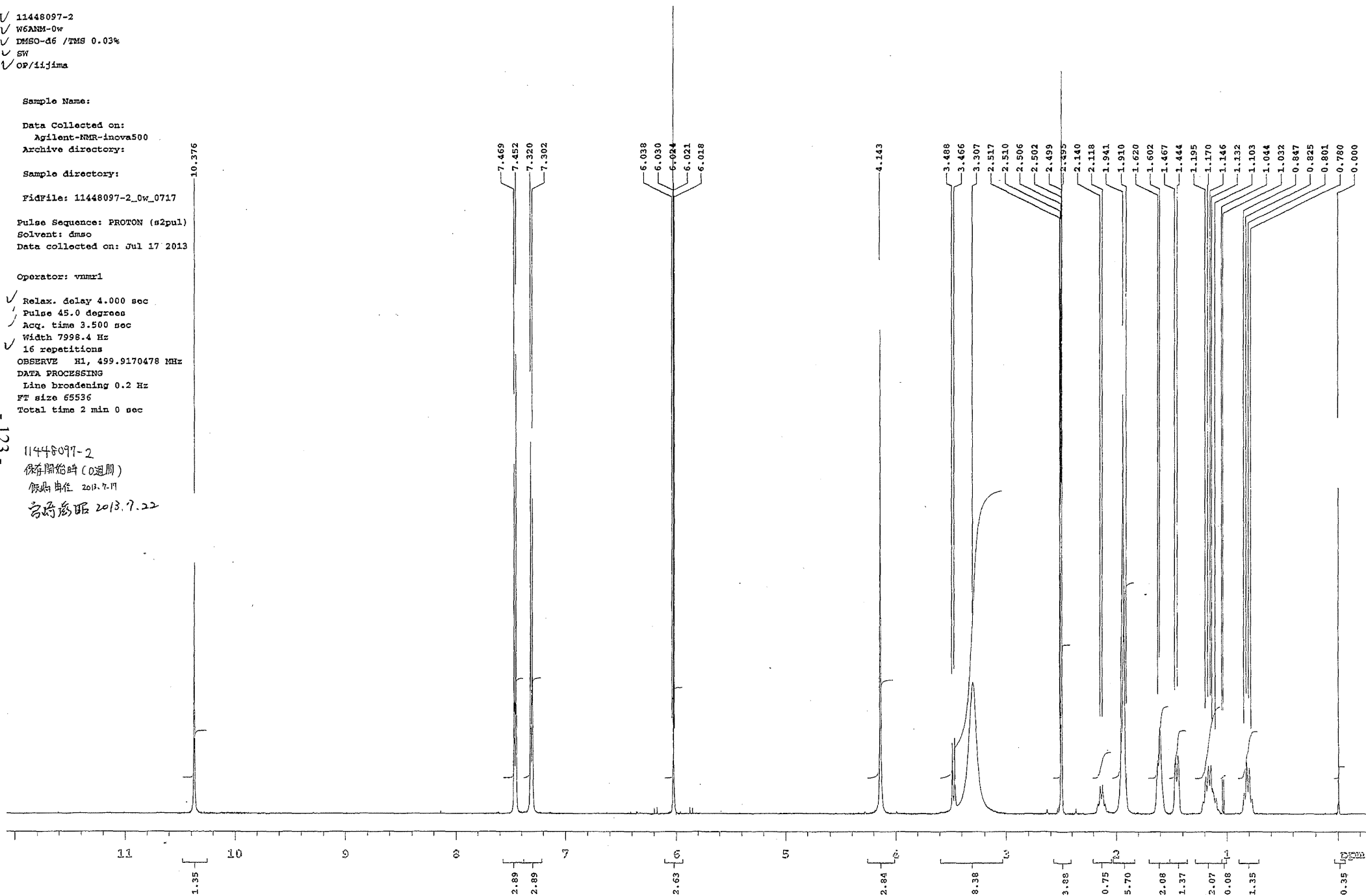
Pulse Sequence: PROTON (s2pul)  
 Solvent: dmsc  
 Data collected on: Jul 17 2013

Operator: vmmr1

✓ Relax. delay 4.000 sec  
 ✓ Pulse 45.0 degrees  
 ✓ Acq. time 3.500 sec  
 ✓ Width 7998.4 Hz  
 ✓ 16 repetitions  
 OBSERVE H1, 499.9170478 MHz  
 DATA PROCESSING  
 Line broadening 0.2 Hz  
 FT size 65536  
 Total time 2 min 0 sec

- 123 -

11448097-2  
 保存開始時(0週間)  
 飯島 尚佳 2013.7.17  
 高橋 尚昭 2013.7.22



egral	start (ppm)	end	value
1	10.4797	10.2566	1.354
2	7.57088	7.38174	2.885
3	7.38174	7.21883	2.891
4	6.10879	5.94534	2.628
5	4.26137	4.01974	2.842
6	3.59663	3.04067	8.382
7	2.57858	2.41622	3.877
8	2.21025	2.04515	0.748
9	2.03258	1.83851	5.695
0	1.70717	1.52349	2.082
1	1.52349	1.36386	1.371
2	1.29345	1.0562	2.074
3	1.0562	1.01246	0.080
4	0.900944	0.71945	1.353
5	0.0440537	-0.0543468	0.347

11448097-2 保存開始時 (02週間)

飯島由佳 2013.7.17

宮崎海昭 2013.7.22

11448097-2  
W6ANM-0w  
DMSO-d6 /TMS 0.03%  
SW  
OP/Iijima

Sample Name:

Data Collected on:  
Agilent-NMR-inova500  
Archive directory:

Sample directory:

FidFile: 11448097-2\_0w\_0717

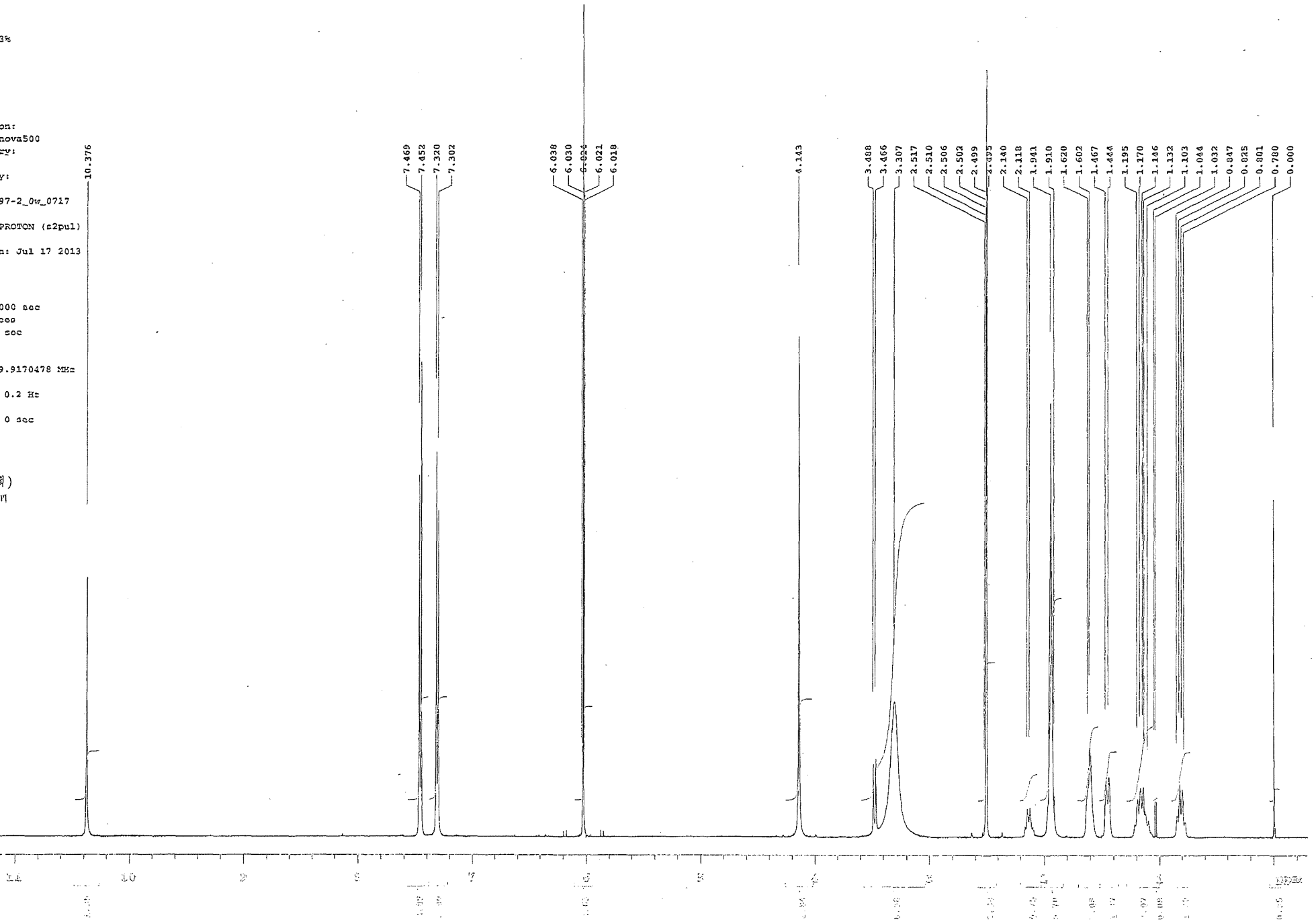
Pulse Sequence: PROTON (s2pul)  
Solvent: dmsc  
Date collected on: Jul 17 2013

Operator: vnmr1

Relax. delay 4.000 sec  
Pulse 45.0 degrees  
Acq. time 3.500 sec  
Width 7998.4 Hz  
16 repetitions  
OBSERVE H1, 459.9170478 MHz  
DATA PROCESSING  
Line broadening 0.2 Hz  
FT size 65536  
Total time 2 min 0 sec

- 125 -

11448097-2  
保存開始時(0通関)  
観測自在 2013.7.17



Integral	start (ppm)	end	value
.	10.4797	10.2566	1.354
2	7.57088	7.38174	2.885
3	7.38174	7.21883	2.891
4	6.10879	5.94534	2.628
5	4.26137	4.01974	2.842
5	3.59663	3.04067	8.382
7	2.57858	2.41622	3.877
3	2.21025	2.04515	0.748
9	2.03258	1.83851	5.695
0	1.70717	1.52349	2.082
1	1.52349	1.36386	1.371
2	1.29345	1.0562	2.074
3	1.0562	1.01246	0.080
4	0.900944	0.71945	1.353
5	0.0440537	-0.0543468	0.347

## ワークシート(核磁気共鳴スペクトル 1/2)

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-	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
保存開始時(0週間)	W6ANM - 0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
核磁気共鳴装置	UNITY INOVA 500	S010295	アジレント・テクノロジー(株)	有・無	
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	

\*：使用の有無：該当する方に○をする

## 使用する試薬に関する記録

試薬名	規格・純度等	製造業者	ロット番号	開封日	QC欄
重水	NMR 測定用	メルク(株)	S500266 811	2013.7.8	
トリメチルシリルプロパン酸(TSP)	-	ISOTEC	TV0139	2007.7.20	

器具類に関する記録(以下に記載するものから使用し、使用したものには☑を記入する。記載の無い汎用器具を使用した場合、ワークシートに使用記録を記入する。)

器具名及び確認内容	確認	QC欄
☑スパーテル	✓	
☑パスツールピペット		
☑バイアル瓶		
☑ピンセット		
☑NMR用測定チューブ((株)シゲミ：外径5mm,長さ180mm)		
☑ボルテックスミキサー		
☑プッシュボタン式液体用微量体積計 (名称：Finnpipette F2, 機体番号：HJ01028)		

## 備考欄(記載が無い場合は斜線)

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC欄
本データを試験データとして持用し、 理由：DMSO-D <sub>6</sub> を溶媒として「シゲミ」が「ピーク」が得られることから 2013.7.19 SD千葉忠彦(変更発行済)	

試験実施	担当者氏名： 飯島 由佳	QC実施	担当者氏名：
	日付： 2013.7.11		日付：

ワークシート(核磁気共鳴スペクトル 2/2)

試料溶液の調製に関する記録

操作 (秤量記録は空欄に添付する)		確認	QC欄
指図: 内部標準物質である TSP を重水に溶解し, 0.05%TSP 入り重水を作製する.	0.05%TSP 入り重水は試験番号 11448097-1 保存期間 0 週間の測定において調製したものを使用した. 本ワークシートには該当ワークシートのコピーを添付する. コピーの添付の確認: ✓	✓	/
乾燥した検体 10~50mg を重水及び 0.05%TSP 入り重水 0.5~1.0mL に溶かす. このとき, TSP が 0.01% になるよう調製する. NMR 測定用チューブに封入する.	11448097-2 W6ANM - 0週間 操作記録 0.05%TSP 入り重水 <u>0.15 mL</u> と 重水 <u>0.6 mL</u> に溶かした.	✓	

核磁気共鳴スペクトルの測定に関する記録

操作	確認	QC欄
指図: 均一に溶解した試料溶液につき核磁気共鳴スペクトル測定装置でプロトン NMR を測定する. 測定条件: 核磁気共鳴装置に装着した 500MHz <sup>1</sup> H- <sup>19</sup> F/ <sup>15</sup> N- <sup>31</sup> P 5mm PFG Switchable P robe に検体溶液の入った NMR 測定管を挿入し, 16 Hz で回転させる. 測定温度は常温, 45度パルスの 3.5秒照射, ディレイ間隔 4秒のパルスシーケンスで 16回積算測定し, フーリエ変換を行う.	✓	/
条件の確認 (確認したものに☑を記入する)	✓	
☑回転数 (16Hz)                      ☑測定温度 (常温) ( <u>22.0</u> °C) ☑パルス角度 45度                      ☑照射時間 3.5 秒 ☑ディレイ間隔 4 秒                      ☑積算回数 16 回		
指図: 0ppm 付近の TSP シグナルを 0ppm に設定し, 0ppm から 10ppm の観測範囲のシグナルについてマニピュレーションで積分曲線をつけ, バックグラウンド補正を行う. 化学シフト, 多重度, 結合定数, シグナル面積強度比を求める. n=1 で行い, 経時的なスペクトルの変化の有無を確認する. <u>得られたスペクトルは別途添付する</u>	✓	

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC欄
/	/

試験実施	担当者氏名: <u>飯嶋由佳</u>	QC実施	担当者氏名:
	日付: <u>2013. 7. 11</u>		日付:



ワークシート(核磁気共鳴スペクトル 2/2)

試料溶液の調製に関する記録

操作 (秤量記録は空欄に添付する)		確認	QC欄
指図：内部標準物質である TSP を重水に溶解し、0.05%TSP 入り重水を作製する。	08.07.13 16:01:13 TSP 0.0054 g  08.07.13 16:03:39 重水 10.0114 g	✓	/
乾燥した検体 10~50mg を重水及び0.05%TSP 入り重水 0.5~1.0mL に溶かす。このとき、TSP が 0.01% になるよう調製する。NMR 測定用チューブに封入する。	2017.7.8 核磁気共鳴 11448097-1 核磁気共鳴 GPRKHK-0 週間 37/11/2013 10:43:21 0.0190 g 操作記録 0.05%TSP 入り重水 0.15 mL と 重水 0.6 mL に溶かした。	✓	

核磁気共鳴スペクトルの測定に関する記録

操作	確認	QC欄
指図：均一に溶解した試料溶液につき核磁気共鳴スペクトル測定装置でプロトン NMR を測定する。 測定条件：核磁気共鳴装置に装着した500MHz <sup>1</sup> H- <sup>19</sup> F/ <sup>15</sup> N- <sup>31</sup> P 5mm PFG Switchable P probeに検体溶液の入ったNMR測定管を挿入し、16 Hzで回転させる。測定温度は常温、45度パルスの3.5秒照射、ディレイ間隔4秒のパルスシーケンスで16回積算測定し、フーリエ変換を行う。	✓	/
条件の確認 (確認したものに☑を記入する)		
☑回転数 (16Hz)                      ☑測定温度 (常温) ( <u>22.0</u> °C) ☑パルス角度 45 度                      ☑照射時間 3.5 秒 ☑ディレイ間隔 4 秒                      ☑積算回数 16 回	✓	
指図：0ppm 付近の TSP シグナルを 0ppm に設定し、0ppm から 10ppm の観測範囲のシグナルについてマニピュレーションで積分曲線をつけ、バックグラウンド補正を行う。化学シフト、多重度、結合定数、シグナル面積強度比を求める。n=1 で行い、経時的なスペクトルの変化の有無を確認する。 <u>得られたスペクトルは別途添付する</u>	✓	

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC欄
/	

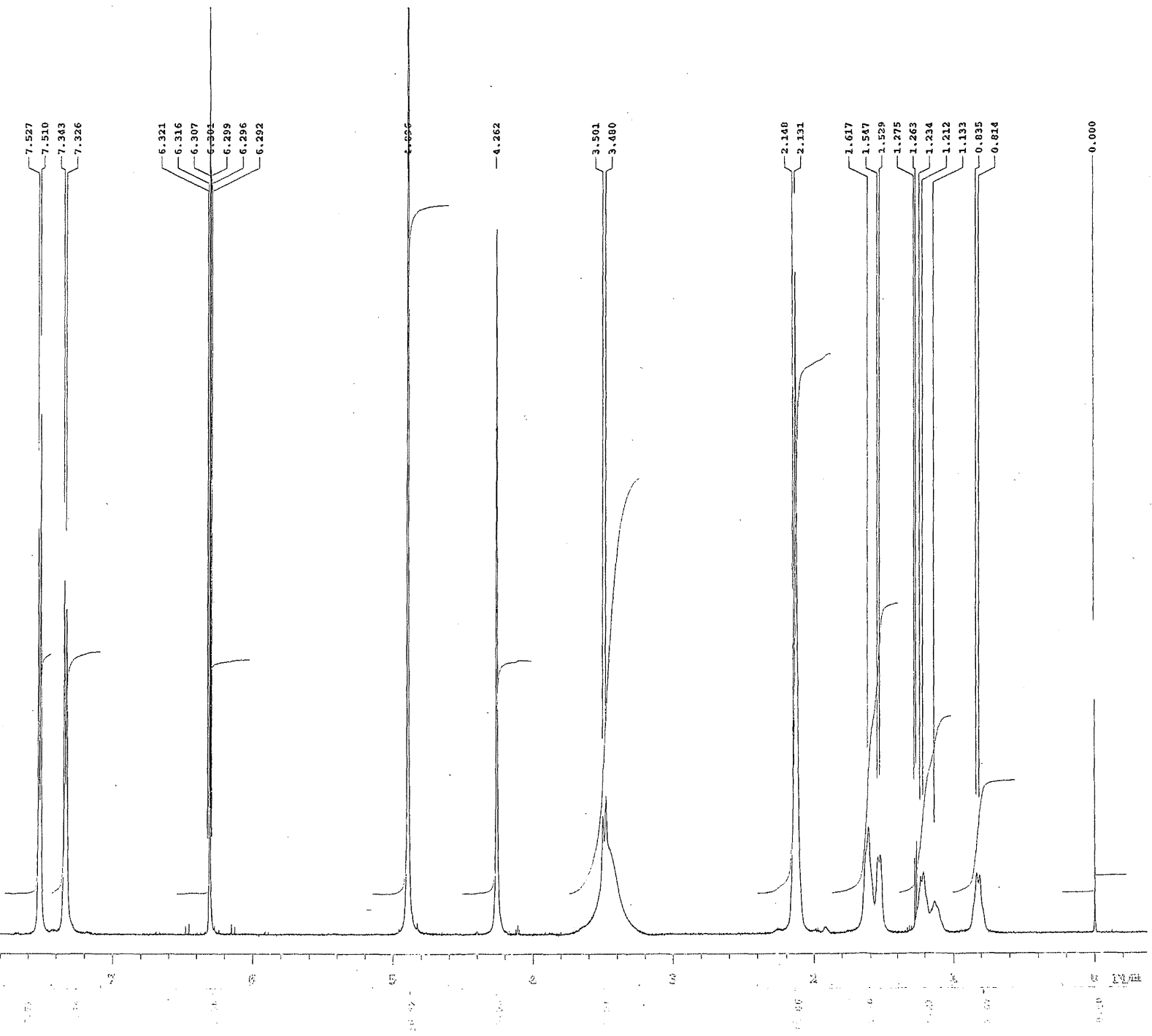
試験実施	担当者氏名:	QC実施	担当者氏名:
	日付:		日付:

11448097-2  
GERM-0w  
D2O/TSP0.001%  
SW  
CP/iiijima

Sample Name:  
Data Collected on:  
Agilent-NMR-inova500  
Archive directory:  
Sample directory:  
FidFile: 11448097-2-0w  
Pulse Sequence: PROTON (s2pul)  
Solvent: d2o  
Data collected on: Jul 12 2013

Operator: vnmr1  
Relax. delay 4.000 sec  
Pulse 45.0 degrees  
Acq. time 3.500 sec  
Width 7998.4 Hz  
16 repetitions  
OBSERVE H1, 499.9158442 MHz  
DATA PROCESSING  
Line broadening 0.2 Hz  
FT size 65536  
Total time 2 min 0 sec

11448097-2 保存開始時  
(0時間)  
解凍曲線  
2013-7-11



Integral	start (ppm)	end	value
.	7.76665	7.42806	5.710
2	7.42806	7.08159	5.741
3	6.54546	6.01811	5.559
1	5.14604	4.60552	16.416
5	4.51079	4.00786	5.525
5	3.74273	3.24468	9.912
7	2.39995	1.87163	12.858
3	1.87115	1.38921	6.901
9	1.38872	1.01372	4.215
9	1.01372	0.558647	2.668
L	0.230034	-0.232856	0.401

11448097-2 保存開始時 (0週目)

飯島 由佳 2013.7.11

試料溶液の調製に関する記録

操作	確認	QC欄
乾燥検体 10~50mg を DMSO-D <sub>6</sub> (TMS0.03%入り) 0.5~1.0mL に溶かす。NMR 測定用チューブに封入する。  秤量記録添付欄  飯嶋由佳  2013-07-25 10:11:30 w6ANM-2週間 0.0109 g	✓	✓

核磁気共鳴スペクトルの測定に関する記録

操作	確認	QC欄
指図：均一に溶解した試料溶液につき核磁気共鳴スペクトル測定装置でプロトン NMR を測定する。  測定条件：核磁気共鳴装置に装着した500MHz <sup>1</sup> H- <sup>19</sup> F/ <sup>15</sup> N- <sup>31</sup> P 5mm PFG Switchable Probeに検体溶液の入ったNMR測定管を挿入し、16 Hzで回転させる。測定温度は常温、45度パルスの3.5秒照射、ディレイ間隔4秒のパルスシーケンスで16回積算測定し、フーリエ変換を行う。	✓	✓
条件の確認 (確認したものに☑を記入する)		
☑回転数 (16Hz)                      ☑測定温度 (常温) (24.1 °C) ☑パルス角度 45度                      ☑照射時間 3.5 秒 ☑ディレイ間隔 4 秒                      ☑積算回数 16 回  TMS <small>誤記訂正 2013.8.29 飯嶋由佳</small>	✓	✓
指図：0ppm 付近の TSP シグナルを 0ppm に設定し、0ppm から 10ppm の観測範囲のシグナルについてマニピュレーションで積分曲線をつけ、バックグラウンド補正を行う。化学シフト、多重度、結合定数、シグナル面積強度比を求める。n=1 で行い、経時的なスペクトルの変化の有無を確認する。 得られたスペクトルは別途添付する	✓	✓

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC欄
保存開始時の1.033及び1.044付近に検出されていたシグナル強度が保存期間 2週間に おいて消失した。 2013.7.25 飯嶋由佳	✓

試験実施	担当者氏名: 飯嶋 由佳	QC実施	担当者氏名: 宮崎 秀昭
	日付: 2013. 7. 25		日付: 2013. 7. 29