

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 2 週間 】

ワークシート(純度 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
2 週間	W6ANM - 2 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	✓
超音波洗浄器	RK510H	10321.00069719.001	BANDELIN	有(無)	
高速液体クロマト グラフィー	LC20A シリーズ	試験計画書に記載	(株)島津製作所	(有)・無	

*使用の有無：該当する方に○をする

使用した試薬に関する記録

試薬名	品質規格	製造業者	ロット番号	開封日	QC欄
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)			
精製水	日局	共栄製薬(株)			

器具類に関する記録 (記載が無い場合は斜線をする)

器具名	備考	確認	QC欄
カラム	Inertsil ODS-2 250×4.6 mmI.D. (株)ジーエルサイエンス	✓	✓
化学用体積計	メスシリンダー, 全量フラスコ, プッシュボタン式液体用微量体積計などの化学用体積計 (プッシュボタン式液体用微量体積計を使用した場合の名称: _____ 機体番号: _____)	✓	
汎用器具類	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)	✓	
	タッチミキサー	✓	
	除電器	✓	
	スパーテル	✓	
	パスツールピペット, 三角フラスコ, バイアル瓶などの汎用のガラス器具	✓	
計画書のある その他の器具		✓	
計画書に記載 が無い器具		✓	

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
移動相及び試料溶解液は試験番号11448097-1純度で調製したものを 使用したため、調製は行われなかった。詳細は同試験のワークシート参照(必要 箇所のコピーを別紙添付する)。	✓

試験実施	担当者氏名: 浦本きき	QC実施	担当者氏名: 松井ゆかり
	日付: 2013.7.24, 2013.7.25 193-		日付: 2013.7.26

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 2 週間 】

ワークシート(純度 2/3)

移動相 B の調製 (調製量は、必要に応じて、同じ比率で変更可)

操 作	QC欄
指図：蒸留水 1000 mL にトリフルオロ酢酸 2 mL 加え振り混ぜる。 記録：蒸留水 _____ mL にトリフルオロ酢酸 _____ mL 加え振り混ぜた。	✓

アセトニトリル及び移動相 B の脱気の記録

操 作	QC欄
超音波脱気時間 (アセトニトリル) _____ 月 _____ 日 _____ : _____ ~ _____ 月 _____ 日 _____ : _____ (移動相B) _____ 月 _____ 日 _____ : _____ ~ _____ 月 _____ 日 _____ : _____	✓

試料溶解液の調製

操 作	QC欄
指図：アセトニトリル 1 容量と精製水 1 容量を振り混ぜる。 記録：アセトニトリル _____ mL と精製水 _____ mL を振り混ぜた。	✓

試料溶液の調製 (n=3)

操 作	確認	QC欄																								
乾燥検体約 5 mg を量る。 <検体の秤量値> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 15%;">乾燥検体</td> <td style="width: 15%;">蒲本 まき</td> <td style="width: 15%;"></td> <td style="width: 15%;"></td> <td style="width: 15%;"></td> <td style="width: 15%;"></td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>24.27.2013</td> <td>13:59:35</td> <td>0.0029 g</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>24.27.2013</td> <td>14:03:19</td> <td>0.0028 g</td> <td style="text-align: center;">✓</td> <td style="text-align: center;">✓</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>24.27.2013</td> <td>14:09:12</td> <td>0.0027 g</td> <td style="text-align: center;">✓</td> <td></td> </tr> </table>	乾燥検体	蒲本 まき					1	24.27.2013	13:59:35	0.0029 g			2	24.27.2013	14:03:19	0.0028 g	✓	✓	3	24.27.2013	14:09:12	0.0027 g	✓			
乾燥検体	蒲本 まき																									
1	24.27.2013	13:59:35	0.0029 g																							
2	24.27.2013	14:03:19	0.0028 g	✓	✓																					
3	24.27.2013	14:09:12	0.0027 g	✓																						
試料溶解液に溶かし、20 mL にする。	✓	✓																								

試験実施	担当者氏名： 蒲本 まき	QC実施	担当者氏名： 松井 ゆかり
	日付：2013.7.24		日付：2013.7.26

ワークシート(純度 3/3)

システム適合性の確認

操 作	確認	QC 欄
試料溶液の 1 本について、下記の分析条件で 6 回繰り返して高速液体クロマトグラフィー（以下 HPLC と略す）に注入する（試料溶液- <u>1</u> を使用した）。	✓	✓

システム適合性の判定

操 作	判定*1	QC 欄
初めの 1 回について、P092 のピーク理論段数が 2000 段以上及びシンメトリー係数が 2.0 以下である。また、6 回繰り返して測定したときの P092 のピーク面積の相対標準偏差 (RSD) が 2.0 % 以下である。 <u>HPLC のブラウザレポートを参照し、確認する。</u>	○ 適合 . 不適合	✓

*1：判定：該当する方に○をする。

HPLC 分析

操 作		QC 欄	
試料溶液 5 μL に付き、以下の条件で液体クロマトグラフィーを行い、P092 のピーク面積を測定する。 【操作条件】		✓	
操作条件			確認
検出器	紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)		✓
カラム	オクタデシルシリル化シリカゲル充填カラム 製造業者：株式会社ジーエルサイエンス 名称：Inertsil ODS-2 サイズ：250×4.6 mmI.D. シリアル番号：2LS11106		✓
カラム温度	40℃ 付近の一定温度		✓
移動相条件	アセトニトリル：移動相Bを20：80から開始して、20分間の直線グラジェント法で60：40にし、その後30分間この条件を保つ。		✓
液量	1.0 mL/min		✓
試料溶液注入量	5 μL		✓
備考 (記載がない場合は斜線をする)	/		

純度の計算式及び規格合致の判定方法

純度の計算式及び規格合致の判定方法			QC 欄
$\text{本品の純度 (\%)} = (\text{P092 のピーク面積}) / (\text{保持時間 4 分から 35 分のピーク面積の合計}) \times 100$			✓
サンプル名	判定基準	判定*1	
試料溶液-1	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	○ 適合・不適合	
試料溶液-2		○ 適合・不適合	
試料溶液-3		○ 適合・不適合	
*1：判定：HPLC のブラウザレポートを参照し、該当する方に○をする。			

試験実施	担当者氏名： <u>浦本 まつき</u>	QC実施	担当者氏名： <u>松井 ゆかり</u>
	日付： <u>2013. 7. 24, 2013 7. 25 - 195 -</u>		日付： <u>2013. 7. 26</u>

試験番号【 11448097-1 】

保存期間【 2 週間 】

ワークシート(純度 1/3)

試験名	P092 コハク酸塩原葉の苛酷試験-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
2 週間	GEKHK - 2 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	✓
超音波洗浄器	RK510H	10321.00069719.001	BANDELIN	(有)・無 ✓	
高速液体クロマト グラフィー	LC20A シリーズ	試験計画書に記載	(株)島津製作所	(有)・無	

*使用の有無：該当する方に○をする

使用した試薬に関する記録

試薬名	品質規格	製造業者	ロット番号	開封日	QC欄
アセトニトリル	HPLC用	キシダ化学(株)	F98086C, C98413D	2013.5.30, 2013.7.24	✓
トリフルオロ酢酸	特級	東京化成工業(株)	YJM0J-AE, PFX01-KB	2013.5.30, 2013.7.24	
蒸留水	HPLC用	キシダ化学(株)	D98499D, F98730D	2013.7.9, 2013.7.24	
精製水	日局	共栄製薬(株)	181781	2013.4.25	

器具類に関する記録 (記載が無い場合は斜線をする)

器具名	備考	確認	QC欄
カラム	Inertsil ODS-2 250×4.6 mmI.D. (株)ジーエルサイエンス	✓	✓
化学用体積計	メスシリンダー, 全量フラスコ, プッシュボタン式液体用微量体積計などの化学用体積計 (プッシュボタン式液体用微量体積計を使用した場合の名称: eppendorf 機体番号: 041155)	✓	
汎用器具類	デシケータ (汎用のもの, 使用前にデシケータ内のシリカゲルが青色であることを確認する)	✓	
	タッチミキサー	✓	
	除電器	✓	
	スパーテル	✓	
計画書のある その他の器具	パスツールピペット, 三角フラスコ, バイアル瓶などの汎用のガラス器具	✓	
計画書に記載 が無い器具			

備考欄 (使用しない場合は斜線)	QC欄
	✓

QC: 2013. 7. 26 松井ゆかり

試験実施	担当者氏名: 浦本キツキ	QC実施	担当者氏名: 松井ゆかり
	日付: 2013. 7. 24, 2013. 7. 25 - 196 -		日付: 2013. 7. 26



試験番号【 11448097-1 】

保存期間【 2 週間 】

ワークシート(純度 2/3)

移動相 B の調製 (調製量は、必要に応じて、同じ比率で変更可)

操 作	QC欄
指図：蒸留水 1000 mL にトリフルオロ酢酸 2 mL 加え振り混ぜる。 記録：蒸留水 <u>2000</u> mL にトリフルオロ酢酸 <u>4</u> mL 加え振り混ぜた。	✓

アセトニトリル及び移動相 B の脱気の記録

操 作	QC欄
超音波脱気時間 (アセトニトリル) <u>7 月 24 日 9:47 ~ 7 月 24 日 9:57</u> (移動相B) <u>7 月 24 日 9:58 ~ 7 月 24 日 10:08</u>	✓

試料溶解液の調製

操 作	QC欄
指図：アセトニトリル 1 容量と精製水 1 容量を振り混ぜる。 記録：アセトニトリル <u>100</u> mL と精製水 <u>100</u> mL を振り混ぜた。	✓

試料溶液の調製 (n=3)

操 作	確認	QC欄																																																		
乾燥検体約 5 mg を量る。 <検体の秤量値> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20%;">乾燥検体</td> <td style="width: 20%;"></td> <td style="width: 20%;">浦本さつき</td> <td style="width: 20%;"></td> <td style="width: 20%;"></td> </tr> <tr> <td>24.27.2013</td> <td></td> <td>13:45:11</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>0.9958 g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>24.27.2013</td> <td></td> <td>13:49:06</td> <td></td> <td style="text-align: center;">✓</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>0.9918 g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>24.27.2013</td> <td></td> <td>13:54:54</td> <td></td> <td style="text-align: center;">✓</td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>0.9810 g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>印字=入 2013.7.24 浦本さつき</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>24.27.2013</td> <td></td> <td>13:55:23</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>0.9872 g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>	乾燥検体		浦本さつき			24.27.2013		13:45:11			1	0.9958 g				24.27.2013		13:49:06		✓	2	0.9918 g				24.27.2013		13:54:54		✓	1	0.9810 g				印字=入 2013.7.24 浦本さつき					24.27.2013		13:55:23			3	0.9872 g				✓	✓
乾燥検体		浦本さつき																																																		
24.27.2013		13:45:11																																																		
1	0.9958 g																																																			
24.27.2013		13:49:06		✓																																																
2	0.9918 g																																																			
24.27.2013		13:54:54		✓																																																
1	0.9810 g																																																			
印字=入 2013.7.24 浦本さつき																																																				
24.27.2013		13:55:23																																																		
3	0.9872 g																																																			
試料溶解液に溶かし、20 mL にする。	✓	✓																																																		

QC: 2013 7.26 松井ゆかり

試験実施	担当者氏名: <u>浦本さつき</u>	QC実施	担当者氏名: <u>松井ゆかり</u>
	日付: <u>2013.7.24</u>		日付: <u>2013.7.26</u>

==== Shimadzu LCsolution ブラウザレポート ====

<< PDA >>

ID#1 化合物名: P092

タイトル	サンプル名	サンプルID	注入量	保持時間	面積	高さ	理論段数	シメトリ係数(テーリング)	面積%
分析バッチ 20130725 1.lcd	wash	wash	5	0.000	0	0	0.0	0.000	0.000
分析バッチ 20130725 2.lcd	システム適合性-1	試料溶液-1	5	15.223	2971508	536253	✓174798.7	✓1.230	99.716
分析バッチ 20130725 3.lcd	システム適合性-2	試料溶液-1	5	15.221	2970168	533096	172801.2	1.234	99.691
分析バッチ 20130725 4.lcd	システム適合性-3	試料溶液-1	5	15.217	2965336	537318	175066.6	1.227	99.687
分析バッチ 20130725 5.lcd	システム適合性-4	試料溶液-1	5	15.217	2966314	538391	175681.0	1.228	99.684
分析バッチ 20130725 6.lcd	システム適合性-5	試料溶液-1	5	15.223	2967373	534517	174048.6	1.231	99.676
分析バッチ 20130725 7.lcd	システム適合性-6	試料溶液-1	5	15.205	2973111	539768	175693.8	1.227	99.647
平均				15.218	2968968	536557	174681.6	1.229	99.683
%RSD				0.043	✓0.104	0.460	0.633	0.220	0.022
最大				15.223	2973111	539768	175693.8	1.234	99.716
最小				15.205	2965336	533096	172801.2	1.227	99.647
標準偏差				0.007	3093	2469	1106.5	0.003	0.022

QC:2013.7.26
後井ゆかり



==== Shimadzu LCsolution メソッドファイル ====

ファイル名: C:\LabSolutions\Data\KSL\11448097-2\2週間\解析メソッド(システム適合性).lcm

<<システムコントローラ>>

型名 : CBM-20Alite
 イベント1 : OFF
 イベント2 : OFF

<<データ採取時間>>

LC終了時間 : 60.00 min
 --PDA 検出器--
 名称 : PDA
 サンプリング(周期) : 640 msec
 開始時間 : 0.00 min
 終了時間 : 60.00 min
 時定数 : 0.640 sec

<<ポンプ>>

モード : Binary gradient /
 PumpA 型名 : LC-20AD
 PumpB 型名 : LC-20AD
 Total Flow : 1.0000 mL/min /
 B.Conc : 80.0 % /
 B.Curve : 0
 圧力の限界(P.Max) : 20.0 MPa
 圧力の限界(P.Min) : 0.0 MPa

<<オートサンプラ>>

型名 : SIL-20AC
 オートサンプラの使用 : 使用する
 サンプルラック : 1.5mL-70本ラック
 リンス量 : 500 uL
 ニードルストローク : 52 mm
 コントロールバイアル ニードルストローク : 52 mm
 洗浄液吸引速度 : 35 uL/sec
 サンプル吸引速度 : 15 uL/sec
 パージ時間 : 25.0 min
 リンスモード : 前後
 ニードル浸せき時間 : 0 sec
 サンプルクーラの温度 : 4 °C

<<オーブン>>

型名 : CTO-20AC
 オーブンの使用 : 使用する
 オーブン温度 : 40 °C ✓
 上限温度 : 85 °C

<<PDA>>

型名 : SPD-M20A
 ランプタイプ : D2
 開始波長 : 190 nm
 終了波長 : 300 nm
 セル部温調温度を使用 : 使用する
 セル部温調温度 : 40 °C
 スリット幅 : 1.2 nm
 Ref. 補正 : 使用しない
 アナログ出力1 波長 : 250 nm
 アナログ出力1 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力1 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力1 極性 : +
 アナログ出力2 波長 : 250 nm
 アナログ出力2 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力2 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力2 極性 : +
 アナログ出力3 波長 : 250 nm

QC: 2013.7.26
 松井ゆかり



アナログ出力3 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力3 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力3 ポラリティ : +
 アナログ出力4 波長 : 250 nm
 アナログ出力4 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力4 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力4 ポラリティ : +

<<LCプログラム>>

時間	ユニット	処理命令	数値	コメント
0.01 /	ポンプ	B.Conc	80 /	
20.00 /	ポンプ	B.Conc	40 /	
50.00 /	ポンプ	B.Conc	40 /	
50.01 /	ポンプ	B.Conc	80 /	
60.00 /	コントローラ	Stop		

<<波形処理>>

<PDA>

チャンネル名 : Ch1 254nm
 Width : 5 sec
 Slope : 1000 uV/min
 Drift : 0 uV/min
 T.DBL : 1000 min
 最大スライス数 : 0
 ピーク頂点検出モード : 標準
 RT補正モード : 標準
 最小面積/高さ : 1000 カウント
 使用データ : 面積
 検出ピークのスペクトルをテーブルに登録する : OFF

<<波形処理タイムプログラム>>

<PDA>

チャンネル	時間(min)	処理命令	値
No. 有効			
1 [Yes]	0.000 /	Integration Off /	
2 [Yes]	3.999 /	Integration On /	
3 [Yes]	35.001 /	Integration Off /	
4 [Yes]	60.000 /	Integration On /	

<<波形処理タイムプログラム(データ)>>

<PDA>

チャンネル : Ch1 254nm
 なし

<<同定処理>>

<PDA>

同定法 : ウィンドウ
 ウィンドウ : 5.00 %
 同定ピーク選択 : 最接近ピーク
 同定されないピークの表示 : しない
 保持時間補正 : 変更なし

<<定量処理>>

<PDA>

定量法 : 外部標準法
 使用データ : 面積
 最大レベル数 : 5
 検量線の種類 : 直線
 原点通過 : 通さない
 重み付け : なし
 検量線表示のX軸 : 面積/高さ
 濃度単位 : mg/L
 濃度値のフォーマットモード : 小数点以下桁数
 桁 : 5

QC : 2013.7.26
 松井ゆかり



グルーピング : 使用しない

<<化合物テーブル>>

<PDA>

-- ID# 1 --
 化合物名 : P092 ✓
 タイプ : ターゲット
 解析チャンネル : Ch1 254nm ✓
 保持時間 : 15.223 min
 濃度 : [1]=1 [2]=1 [3]=1 [4]=1 [5]=1
 同定ピーク選択 : デフォルト(最接近ピーク)
 標準スペクトル : なし
 類似度 : 0.9000
 波長範囲 : 190 - 800
 使用データ : デフォルト(面積)
 検量線 : デフォルト(直線)
 原点通過 : デフォルト(通さない)
 重み付け : デフォルト(なし)
 ウィンドウ/バンド : デフォルト(ウィンドウ)
 添加量 : 0.000
 感度係数 : 1.000000
 標準濃度係数 : 1.000000

<<グルーピングテーブル>>

<PDA>

<<カラムパフォーマンス>>

<PDA>

計算方法 : JP ✓
 テットタイム : 最初のピークの保持時間
 カラム長さ : 250 mm ✓
 同定ピークのみ計算 : OFF

<<マルチクロマトグラム>>

-- ID# 1 --
 波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示する
 表示倍率 : 1.00
 -- ID# 2 --
 波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00
 -- ID# 3 --
 波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00
 -- ID# 4 --
 波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00
 -- ID# 5 --
 波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00
 -- ID# 6 --
 波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00
 -- ID# 7 --

QC: 2013.7.26
 松井ゆかり



波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 8 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 9 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 10 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 11 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 12 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 13 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 14 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 15 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 16 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
Ref. 補正	: 使用しない
切出しクロマトグラムの表示	: OFF

<<UVスペクトル>>

スペクトルフィルタータイプ	: なし
スペクトルの補間	: OFF
スペクトルのバックグラウンド補正	: OFF
スムージングポイント数	: 0
λ min/max 計算開始波長	: 190 nm
λ min/max 計算終了波長	: 800 nm
λ min/max 小数点以下	: 0
類似度計算開始波長	: 190 nm
類似度計算終了波長	: 800 nm
類似度小数点以下	: 4

<<ライブラリ検索>>

検索パラメータ開始波長	: 190 nm
検索パラメータ終了波長	: 800 nm
検索パラメータ最大ヒット数	: 1

Qc: 2013.7.26
松井ゆかり



プレフィルター ON : OFF
 プレフィルター : 有効

インデックス

パラメータ

<<ピュリティ>>

ノイズスペクトル1 開始時間 : 0.2 min
 ノイズスペクトル1 終了時間 : 1 min
 カレントデータからノイズスペクトルを計算 : OFF
 開始波長 : 210 nm
 終了波長 : 800 nm
 ステップ : 1 nm
 補正係数 : 0
 バックグラウンド補正 : ON
 ピュリティ計算オプション : 計算しない

QC: 2013.7.26
 松井 ゆかり



==== Shimadzu LCsolution ブラウザレポート ====

<< PDA >>

ID#1 化合物名: P092

タイトル	サンプル名	サンプルID	注入量	保持時間	面積	高さ	理論段数	シムトリ係数(テーリング)	面積%
分析バッチ 20130725 8.lcd	wash	wash	5	0.000	0	0	0.0	0.000	0.000
分析バッチ 20130725 9.lcd	試料溶液-1	試料溶液-1	5	15.215	2970848	538635	175771.9	1.227	99.684 ✓
分析バッチ 20130725 10.lcd	試料溶液-2	試料溶液-2	5	15.213	2914191	526236	174768.0	1.228	99.716 ✓
分析バッチ 20130725 11.lcd	試料溶液-3	試料溶液-3	5	15.224	3041749	549772	175307.4	1.230	99.711 ✓

QC : 2013.7.26
FG 井中 あり



==== Shimadzu LCsolution メソッドファイル =====

ファイル名: C:\LabSolutions\Data\KSL\11448097-2\2週間\解析メソッド.lcm ✓

<<システムコントローラ>>

型名 : CBM-20Alite
 イベント1 : OFF
 イベント2 : OFF

<<データ採取時間>>

LC終了時間 : 60.00 min
 --PDA 検出器--
 名称 : PDA
 サンプルング(周期) : 640 msec
 開始時間 : 0.00 min
 終了時間 : 60.00 min
 時定数 : 0.640 sec

<<ポンプ>>

モード : Binary gradient ✓
 PumpA 型名 : LC-20AD
 PumpB 型名 : LC-20AD
 Total Flow : 1.0000 mL/min ✓
 B.Conc : 80.0 % ✓
 B.Curve : 0
 圧力の限界(P.Max) : 20.0 MPa
 圧力の限界(P.Min) : 0.0 MPa

<<オートサンプラ>>

型名 : SIL-20AC
 オートサンプラの使用 : 使用する
 サンプルラック : 1.5mL-70本ラック
 リンス量 : 500 uL
 ニードルストローク : 52 mm
 コントロールパイアル ニードルストローク : 52 mm
 洗浄液吸引速度 : 35 uL/sec
 サンプル吸引速度 : 15 uL/sec
 パージ時間 : 25.0 min
 リンスモード : 前後
 ニードル浸せき時間 : 0 sec
 サンプルクーラの温度 : 4 °C

<<オープン>>

型名 : CTO-20AC
 オープンの使用 : 使用する
 オープン温度 : 40 °C ✓
 上限温度 : 85 °C

<<PDA>>

型名 : SPD-M20A
 ランプタイプ : D2
 開始波長 : 190 nm
 終了波長 : 300 nm
 セル部温調温度を使用 : 使用する
 セル部温調温度 : 40 °C
 スリット幅 : 1.2 nm
 Ref. 補正 : 使用しない
 アナログ出力1 波長 : 250 nm
 アナログ出力1 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力1 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力1 極性 : +
 アナログ出力2 波長 : 250 nm
 アナログ出力2 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力2 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力2 極性 : +
 アナログ出力3 波長 : 250 nm

@C:2013.7.26
 松井ゆかり



アナログ出力3 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力3 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力3 極性 : +
 アナログ出力4 波長 : 250 nm
 アナログ出力4 バンド幅 : 4 nm
 アナログ出力4 出力レンジ : 1.0 AU/V
 アナログ出力4 極性 : +

<<LCプログラム>>

時間	ユニット	処理命令	数値	コメント
0.01/	ポンプ	B.Conc	80 ✓	
20.00/	ポンプ	B.Conc	40 ✓	
50.00/	ポンプ	B.Conc	40 ✓	
50.01 ✓	ポンプ	B.Conc	80 ✓	
60.00 ✓	コントローラ	Stop		

<<波形処理>>

<PDA>

チャンネル名 : Ch1 254nm
 Width : 5 sec
 Slope : 1000 uV/min
 Drift : 0 uV/min
 T.DBL : 1000 min
 最大スライス数 : 0
 ピーク頂点検出モード : 標準
 RT補正モード : 標準
 最小面積/高さ : 1000 カウント
 使用データ : 面積
 検出ピークのスペクトルをテーブルに登録する : OFF

<<波形処理タイムプログラム>>

<PDA>

チャンネル No. 有効	時間(min)	処理命令	値
1 [Yes]	0.000 ✓	Integration Off ✓	
2 [Yes]	3.999 ✓	Integration On ✓	
3 [Yes]	35.001 ✓	Integration Off ✓	
4 [Yes]	60.000 ✓	Integration On ✓	

<<波形処理タイムプログラム(データ)>>

<PDA>

チャンネル : Ch1 254nm
 なし

<<同定処理>>

<PDA>

同定法 : ウィンドウ
 ウィンドウ : 5.00 %
 同定ピーク選択 : 最接近ピーク
 同定されないピークの表示 : しない
 保持時間補正 : 変更なし

<<定量処理>>

<PDA>

定量法 : 外部標準法
 使用データ : 面積
 最大レベル数 : 5
 検量線の種類 : 直線
 原点通過 : 通さない
 重み付け : なし
 検量線表示のX軸 : 面積/高さ
 濃度単位 : mg/L
 濃度値のフォーマットモード : 小数点以下桁数
 桁 : 5

QC: 2013.7.26
 松井 ゆかり



グルーピング : 使用しない

<<化合物テーブル>>

<PDA>

-- ID# 1 --

化合物名 : P092✓
 タイプ : ターゲット
 解析チャンネル : Ch1 254nm✓
 保持時間 : 15.215 min
 濃度 : [1]=1 [2]=1 [3]=1 [4]=1 [5]=1
 同定ピーク選択 : デフォルト(最接近ピーク)
 標準スペクトル : なし
 類似度 : 0.9000
 波長範囲 : 190 - 800
 使用データ : デフォルト(面積)
 検量線 : デフォルト(直線)
 原点通過 : デフォルト(通さない)
 重み付け : デフォルト(なし)
 ウィンドウ/バンド : デフォルト(ウィンドウ)
 添加量 : 0.000
 感度係数 : 1.000000
 標準濃度係数 : 1.000000

<<グルーピングテーブル>>

<PDA>

<<カラムパフォーマンス>>

<PDA>

計算方法 : JP✓
 テットタイム : 最初のピークの保持時間
 カラム長さ : 250 mm✓
 同定ピークのみ計算 : OFF

<<マルチクロマトグラム>>

-- ID# 1 --

波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示する
 表示倍率 : 1.00

-- ID# 2 --

波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00

-- ID# 3 --

波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00

-- ID# 4 --

波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00

-- ID# 5 --

波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00

-- ID# 6 --

波長 : 254 nm
 バンド幅 : 4 nm
 表示 : 表示しない
 表示倍率 : 1.00

-- ID# 7 --

QC: 2013. 7. 26
 桜井ゆかり



波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 8 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 9 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 10 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 11 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 12 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 13 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 14 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 15 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
-- ID# 16 --	
波長	: 254 nm
バンド幅	: 4 nm
表示	: 表示しない
表示倍率	: 1.00
Ref. 補正	: 使用しない
切出しクロマトグラム の表示	: OFF

<<UVスペクトル>>

スペクトルフィルター タイプ	: なし
スペクトルの補間	: OFF
スペクトルのバックグラウンド補正	: OFF
スムージングポイント数	: 0
λ min/max 計算開始波長	: 190 nm
λ min/max 計算終了波長	: 800 nm
λ min/max 小数点以下	: 0
類似度計算開始波長	: 190 nm
類似度計算終了波長	: 800 nm
類似度小数点以下	: 4

<<ライブラリ検索>>

検索パラメータ開始波長	: 190 nm
検索パラメータ終了波長	: 800 nm
検索パラメータ最大ヒット数	: 1

QC: 2013.7.26
 伊藤 ゆかり



プレフィルタ ON : OFF
 プレフィルタ : 有効

インテックス

パラメータ

<<ピュリティ>>

ノイススペクトル1 開始時間 : 0.2 min
 ノイススペクトル1 終了時間 : 1 min
 カレントデータからノイススペクトルを計算 : OFF
 開始波長 : 210 nm
 終了波長 : 800 nm
 ステップ : 1 nm
 補正係数 : 0
 バックグラウンド補正 : ON
 ピュリティ計算オプション : 計算しない

QC: 2013. 7. 26
 松井ゆかり



==== Shimadzu LCsolution システムチェック レポート ====

<<装置>> PDA

チェック日時: 2013/07/24 11:25
 作業者: System Administrator
 システムチェック総合判定: 合格

装置名	機体番号	管理番号	バージョン	
LC-20AD	L20104922297	LC-20AD	V1.11	5
LC-20AD	L20104922301	LC-20AD	V1.11	2
GTO-20AC	L20214908006	GTO-20AC	V1.07	3
SIL-20AC	L20174905463	SIL-20AC	V1.25	1
CBM-20Alite	L20224911552	CBM-20Alite	V2.30	
SPD-M20A	L20154907825	SPD-M20A	V1.10	
装置名	LC-20AD			
リンクアドレス	5			
機体番号	L20104922297			
管理番号	LC-20AD			
ROMバージョン	V1.11			
ROMチェック				合
RAMチェック				合
光リンク/Fチェック				合
リークセンサチェック	2011/08/03 14:20			合
トータル使用時間(h)	897			
Lシール総送液量(L)	11	90	(12%)	合
Rシール総送液量(L)	11	90	(12%)	合
流量正確さチェック(%)	T000000(hr)			合
	0.00			
脈動チェック(MPa)	2012/10/10 15:18			合
	0.03	0.20		
装置名	LC-20AD			
リンクアドレス	2			
機体番号	L20104922301			
管理番号	LC-20AD			
ROMバージョン	V1.11			
ROMチェック				合
RAMチェック				合
光リンク/Fチェック				合
リークセンサチェック	2011/08/03 14:21			合
トータル使用時間(h)	832			
Lシール総送液量(L)	7	90	(7%)	合
Rシール総送液量(L)	7	90	(7%)	合
流量正確さチェック(%)	T000000(hr)			合
	0.00			
脈動チェック(MPa)	2012/10/10 15:20			合
	0.03	0.20		
装置名	GTO-20AC			
リンクアドレス	3			
機体番号	L20214908006			
管理番号	GTO-20AC			
ROMバージョン	V1.07			
ROMチェック				合
RAMチェック				合
光リンク/Fチェック				合
リークセンサチェック	2011/08/03 14:24			合
トータル使用時間(h)	840			
流路切り替えバルブ(L)	NONE			
流路切り替えバルブ(R)	NONE			
カラムマネジメントデバイス	NONE			
温調正確さチェック	2011/08/03 14:23			合
温調安定性チェック	2011/08/03 14:23			合
装置名	SIL-20AC			
リンクアドレス	1			
機体番号	L20174905463			
管理番号	SIL-20AC			
ROMバージョン	V1.25			
ROMチェック				合
RAMチェック				合
光リンク/Fチェック				合
リークセンサチェック	2011/08/03 14:17			合
トータル使用時間(h)	977			
注入量上限値	100			
総注入回数	526	40000	(1%)	合
高圧バルブ総回転数(ロータ)	581	100000	(0%)	合
低圧バルブ総回転数	10705	60000	(17%)	合
洗浄ポンプ使用時間(sec)	0	700000	(0%)	合
ポジションセンサチェック	2011/08/03 13:54			合
装置名	CBM-20Alite			
機体番号	L20224911552			
管理番号	CBM-20Alite			



ROMバージョン	V2.30			
IPアドレス	192.168.200.99			
サブネットマスク	255.255.255.0			
デフォルトゲートウェイ				
MACアドレス	00:E0:96:02:D5:15			
ROMチェック				合
RAMチェック				合
トータル使用時間(h)	919			
装置名	SPD-M20A			
機体番号	L20154907825			
管理番号	SPD-M20A			
ROMバージョン	V1.10			
IPアドレス	192.168.200.98			
サブネットマスク	255.255.255.0			
デフォルトゲートウェイ				
MACアドレス	00:E0:96:02:E2:79			
ROMチェック				合
RAMチェック				合
リークセンサチェック	2011/08/03 16:35			合
トータル使用時間(h)	857			
D2ランプ点灯時間(h)	271	2000	(13%)	合
D2ランプエネルギー(NAR)	2013/07/24 11:25			
	5047	3500		合
D2ランプエネルギー(WID)	2013/07/24 11:25			
	5561	3500		合
ランプ点灯時間(h)	28	2000	(1%)	合
ランプエネルギー(NAR)	2013/07/24 11:25			
	8478	2500		合
ランプエネルギー(WID)	2013/07/24 11:25			
	8390	2500		合
スリットチェック	2013/07/24 11:24			合
波長正確さチェック	2013/07/24 11:24			合
波長正確さ 656nm NAR	2013/07/24 11:24	656.0(nm)	-0.1(nm)	(合)
波長正確さ 486nm NAR	2013/07/24 11:24	485.9(nm)	-0.1(nm)	(合)
波長正確さ 288nm NAR	2013/07/24 11:24	287.5(nm)	-0.1(nm)	(合)
波長正確さ 361nm NAR	2013/07/24 11:24	360.7(nm)	-0.1(nm)	(合)
波長正確さ 656nm WID	2013/07/24 11:24	655.9(nm)	-0.2(nm)	(合)
波長正確さ確認データ	(mV)			
652.1(nm)	89	***		
653.1(nm)	87	***		
654.1(nm)	114	***		
655.1(nm)	1106	*****		
656.1(nm)	2620	*****		
657.1(nm)	789	*****		
658.1(nm)	0	***		
659.1(nm)	85	***		
660.1(nm)	13	***		
	(mV)			
482.0(nm)	479	***		
483.0(nm)	479	***		
484.0(nm)	497	****		
485.0(nm)	975	*****		
486.0(nm)	1287	*****		
487.0(nm)	848	*****		
488.0(nm)	472	***		
489.0(nm)	409	***		
490.0(nm)	421	***		
	(mAbs)			
283.6(nm)	0	***		
284.6(nm)	0	***		
285.6(nm)	0	***		
286.6(nm)	40	*****		
287.6(nm)	128	*****		
288.6(nm)	56	*****		
289.6(nm)	48	*****		
290.6(nm)	29	*****		
291.6(nm)	0	***		
	(mAbs)			
356.8(nm)	0	***		
357.8(nm)	0	***		
358.8(nm)	79	****		
359.8(nm)	377	*****		
360.8(nm)	578	*****		
361.8(nm)	411	*****		
362.8(nm)	196	*****		
363.8(nm)	88	****		
364.8(nm)	29	***		



==== Shimadzu LCsolution バッチテーブル情報 ====

C:\LabSolutions\Data\KSL\11448097-2\2週間\分析バッチ.lcb

[フォルダ]

現在のフォルダを使用する

ハイアル番号	サンプル名	サンプルID	サンプルタイプ	メソッド名	注入量	データ名	レポートフォーマット名
11	wash	wash	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_1.lcd	分析レポート.lcr
12	システム適合性-1	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_2.lcd	分析レポート.lcr
13	システム適合性-2	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_3.lcd	分析レポート.lcr
14	システム適合性-3	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_4.lcd	分析レポート.lcr
15	システム適合性-4	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_5.lcd	分析レポート.lcr
16	システム適合性-5	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_6.lcd	分析レポート.lcr
17	システム適合性-6	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_7.lcd	分析レポート.lcr
18	wash	wash	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_8.lcd	分析レポート.lcr
19	試料溶液-1	試料溶液-1	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_9.lcd	分析レポート.lcr
20	試料溶液-2	試料溶液-2	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_10.lcd	分析レポート.lcr
21	試料溶液-3	試料溶液-3	0:未知	分析メソッド.lcm	5	分析バッチ_20130725_11.lcd	分析レポート.lcr

