

2013.7.16

試験番号 11448099-2

W6ANM-0週間のXRDパターン
ピーク位置と強度

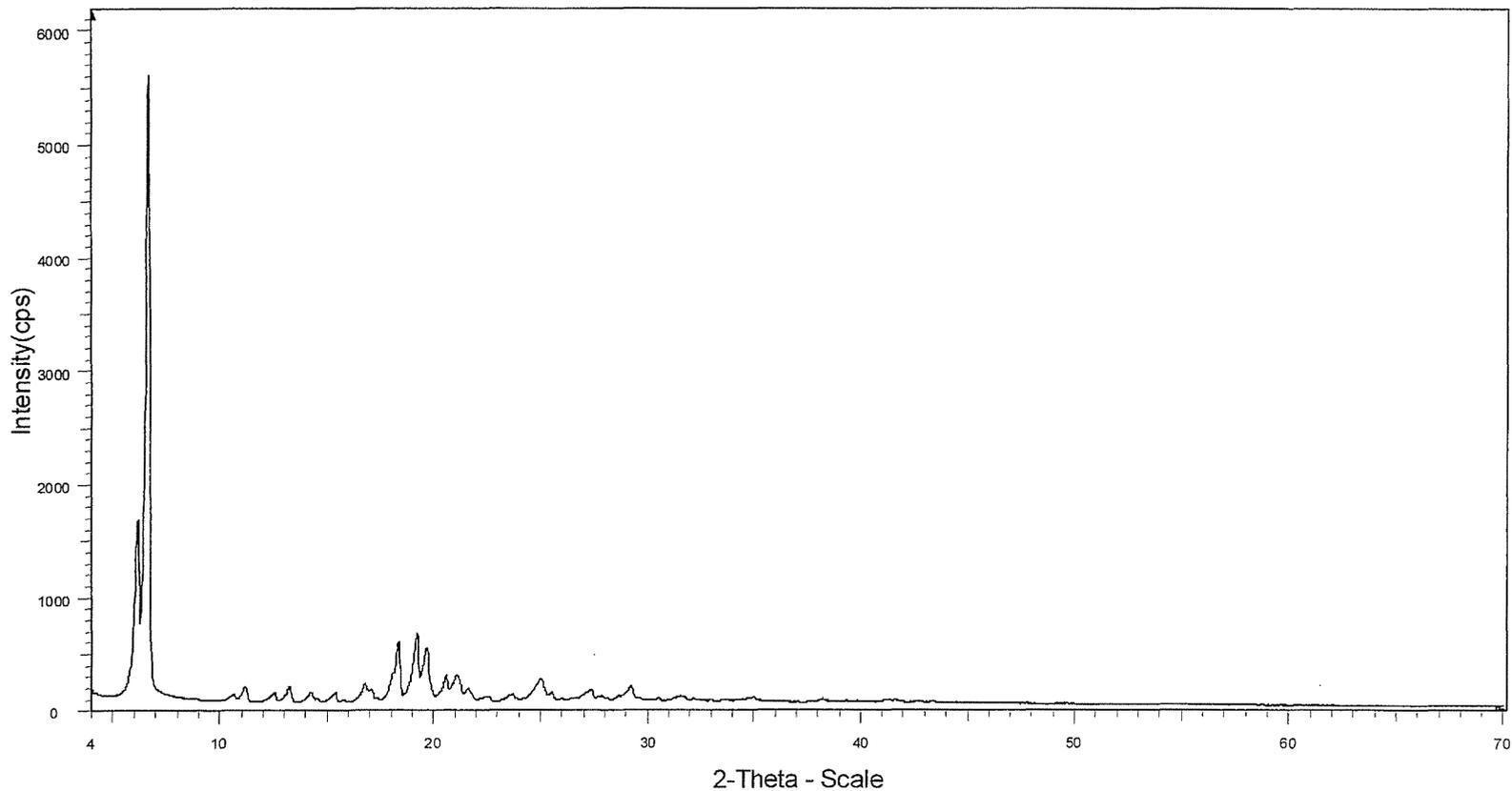
Angle 2-Theta °	Intensity Cps
6.1 ✓	1670.0 ✓
6.6 ✓	5621.0 ✓
10.6 ✓	129.0 ✓
11.1 ✓	190.0 ✓
12.5 ✓	142.0 ✓
13.2 ✓	198.0 ✓
14.2 ✓	143.0 ✓
15.3 ✓	137.0 ✓
16.7 ✓	223.0 ✓
17.0 ✓	168.0 ✓
18.3 ✓	593.0 ✓
19.2 ✓	662.0 ✓
19.6 ✓	533.0 ✓
20.6 ✓	298.0 ✓
21.1 ✓	294.0 ✓
21.6 ✓	181.0 ✓
23.7 ✓	124.0 ✓
25.0 ✓	266.0 ✓
25.5 ✓	141.0 ✓
27.3 ✓	166.0 ✓
29.2 ✓	196.0 ✓

ピークは手動で検出した。✓

2013.9.12 石川 権人

2013.7.16 池田 裕元

試験番号: 11448097-2

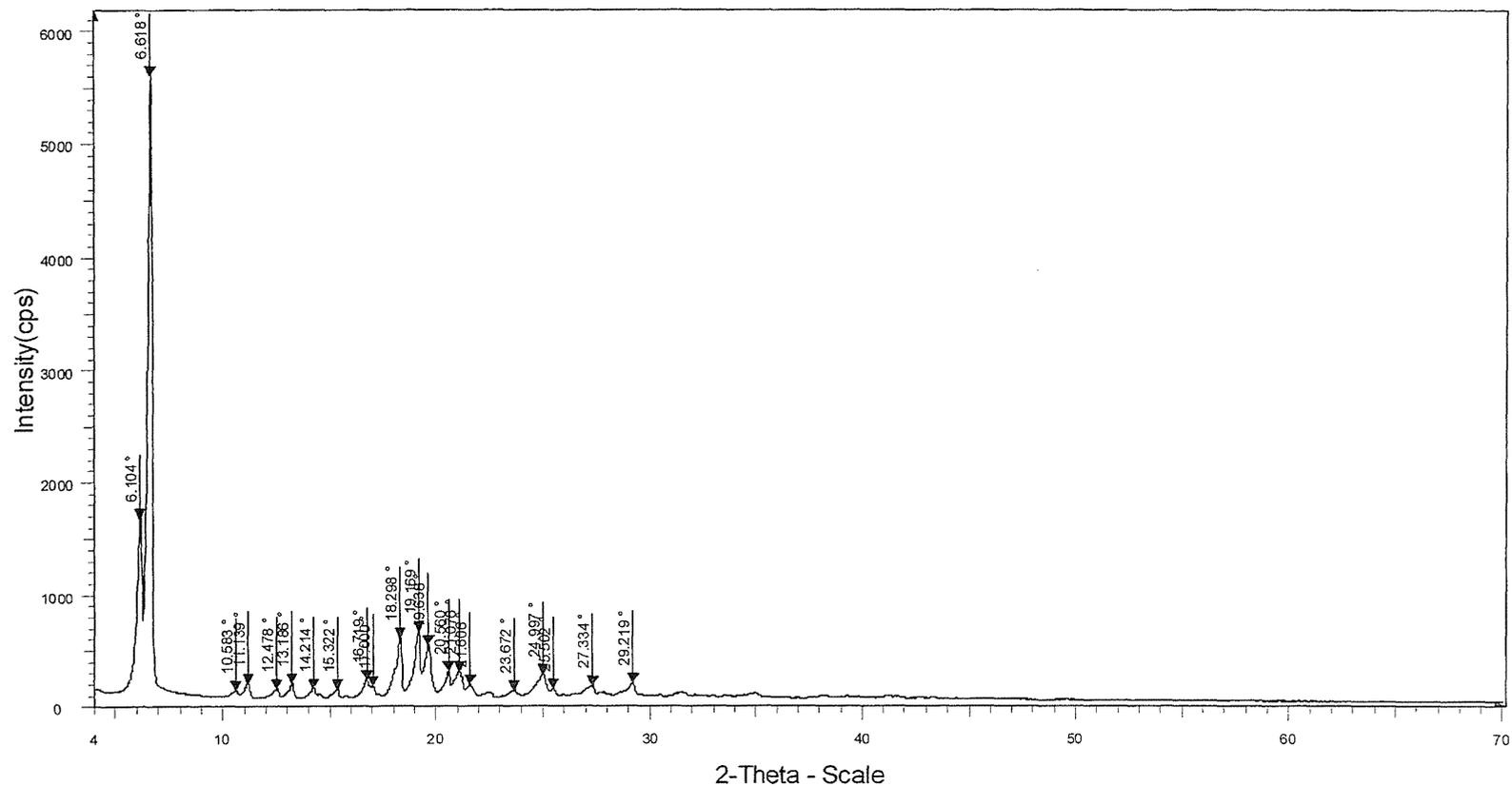


File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 13 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

W6ANM-0 週間

2013.7.12 石川 雄平

試験番号: 11448097-2



File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 13 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

W6ANM-0 週間

2013.7.12 石川 隆夫

試験番号 11448047-2

W6ANM-0週間のXRDパターン
ピーク位置と強度

Angle	Intensity
2-Theta °	Cps
6.1	1670.0
6.6	5621.0
10.6	129.0
11.1	190.0
12.5	142.0
13.2	198.0
14.2	143.0
15.3	137.0
16.7	223.0
17.0	168.0
18.3	593.0
19.2	662.0
19.6	533.0
20.6	298.0
21.1	294.0
21.6	181.0
23.7	124.0
25.0	266.0
25.5	141.0
27.3	166.0
29.2	196.0

ピークは手動で検出した。

2013.9.12 石川 雅人

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 2 週間】

ワークシート (粉末 X 線回折測定 1/1)

試験名	P092 マレイン酸塩原薬の苛酷試験	QC 欄
試験施設	(株) クレハ分析センター 分析提案本部 技術部 技術試験室	✓

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
X線回折装置	D8ADVANCE	202911	ブルカーAXS	(有)・無	✓
上皿電子天びん	AG204	1116441333	メトラー・トレド (株)	(有)・無	

* : 使用の有無 : 該当する方に○をする

器具類に関する記録

器具名及び確認内容	確認	QC 欄
試料ホルダ (素材 : PMMA)	✓	✓
アルミナ焼結板	✓	✓
スパチュラ, 葉さじ等の汎用器具	✓	✓
メノウ乳鉢・乳棒	✓	✓

X 線回折装置の校正に関する記録

操作	確認	QC 欄
指図 : 軸のインシャライズを行い, X線源と検出器の位置の調整をする.	✓	✓
指図 : その後アルミナ焼結板を測定して 35° 付近のピーク強度を確認し, 感度を確認する.	✓	✓

粉末 X 線回折測定用試料の調製

操作	確認	QC 欄
指図 : 乳鉢に採り, すり潰して測定試料を調製する.	✓	✓

粉末 X 線回折パターンの測定

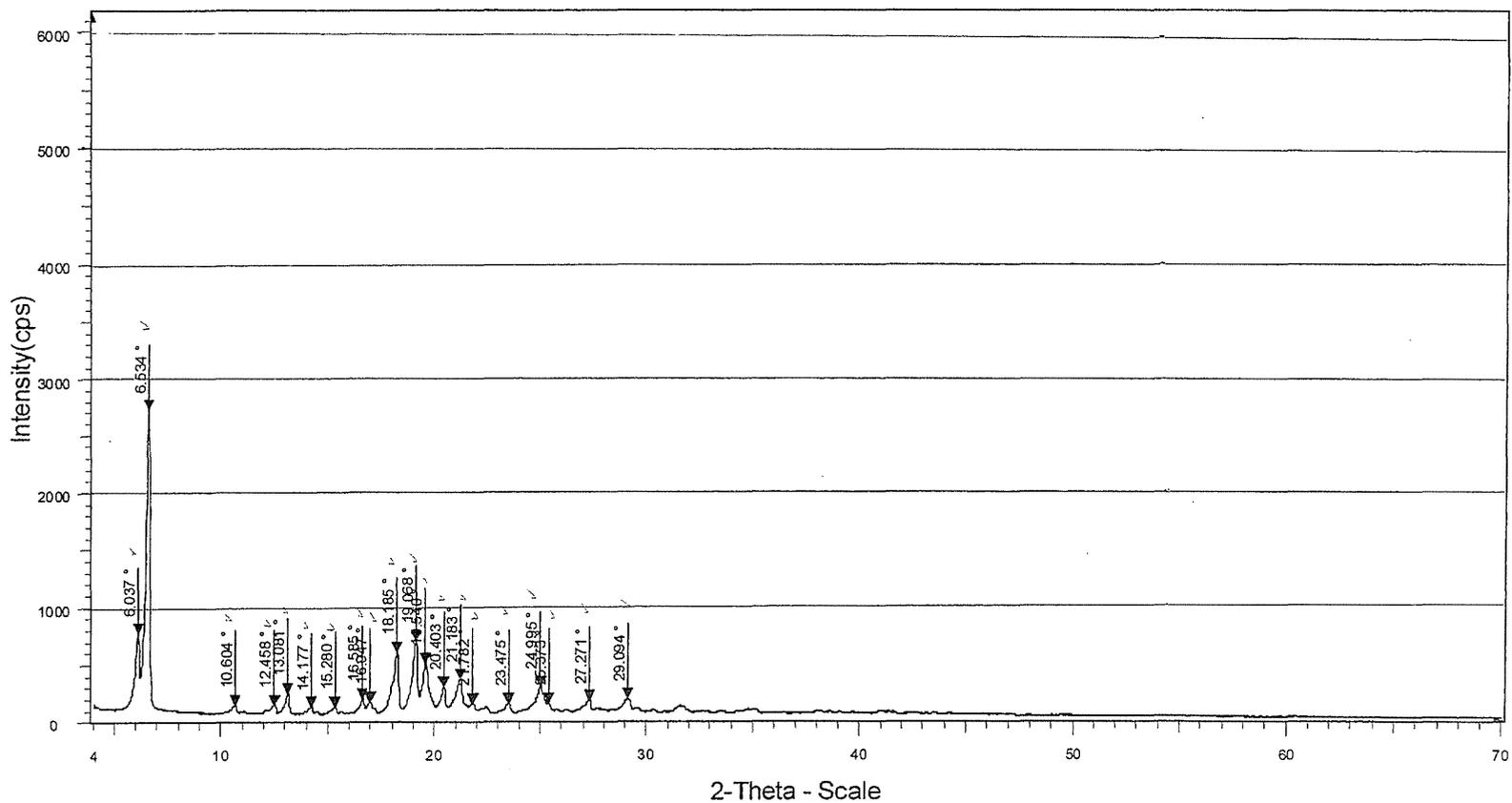
指図	確認	QC 欄
測定試料を試料ホルダに詰め, X線回折装置にて測定する.	✓	✓

粉末 X 線回折パターンの評価方法

評価方法	確認	QC 欄
開始時の粉末 X 線回折パターンと所定時間経過時の粉末 X 線回折パターンの回折ピークの位置を比較する.	✓	✓

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC 欄
測定に試料を 0.2664g 用いた.	✓

試験実施	担当者氏名: 石川 雄大	QC実施	担当者氏名: 池田 勝彦
	日付: 2013年7月25.26日		日付: 2013年7月29日



File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 14 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

W6ANM-2 週間 ✓

2013.7.26 石川 雄太

BCT-97 2013.7.29 池田 勝次

試験番号：11448097-2 ✓

W6ANM-2週間のXRDパターン ✓
ピーク位置と強度

Angle 2-Theta °	Intensity Cps
6.0 ✓	769.0 ✓
6.5 ✓	2736.0 ✓
10.6 ✓	137.0 ✓
12.5 ✓	145.0 ✓
13.1 ✓	241.0 ✓
14.2 ✓	120.0 ✓
15.3 ✓	125.0 ✓
16.6 ✓	187.0 ✓
16.9 ✓	159.0 ✓
18.2 ✓	599.0 ✓
19.1 ✓	700.0 ✓
19.5 ✓	512.0 ✓
20.4 ✓	295.0 ✓
21.2 ✓	369.0 ✓
21.8 ✓	149.0 ✓
23.5 ✓	147.0 ✓
25.0 ✓	303.0 ✓
25.4 ✓	152.0 ✓
27.3 ✓	173.0 ✓
29.1 ✓	190.0 ✓

ピークは手動で検出した。✓

2013. 7. 26 石川 雄下

QC727 2013. 7. 29 池田 裕志

参考資料

W6ANM-0週間のXRDパターン
ピーク位置と強度

試験番号: 11448097-2 ✓

Angle 2-Theta °	Intensity Cps
6.1 ✓	1670.0
6.6 ✓	5621.0
10.6 ✓	129.0
11.1 ✓	190.0
12.5	142.0
13.2	198.0
14.2	143.0
15.3	137.0
16.7	223.0
17.0	168.0
18.3	593.0
19.2	662.0
19.6	533.0
20.6	298.0
21.1	294.0
21.6	181.0
23.7	124.0
25.0	266.0
25.5	141.0
27.3	166.0
29.2	196.0

ピークは手動で検出した。 ✓

2013. 7. 26 石川 雄大

BCT₂₀₇ 2013. 7. 29. 池田 裕志

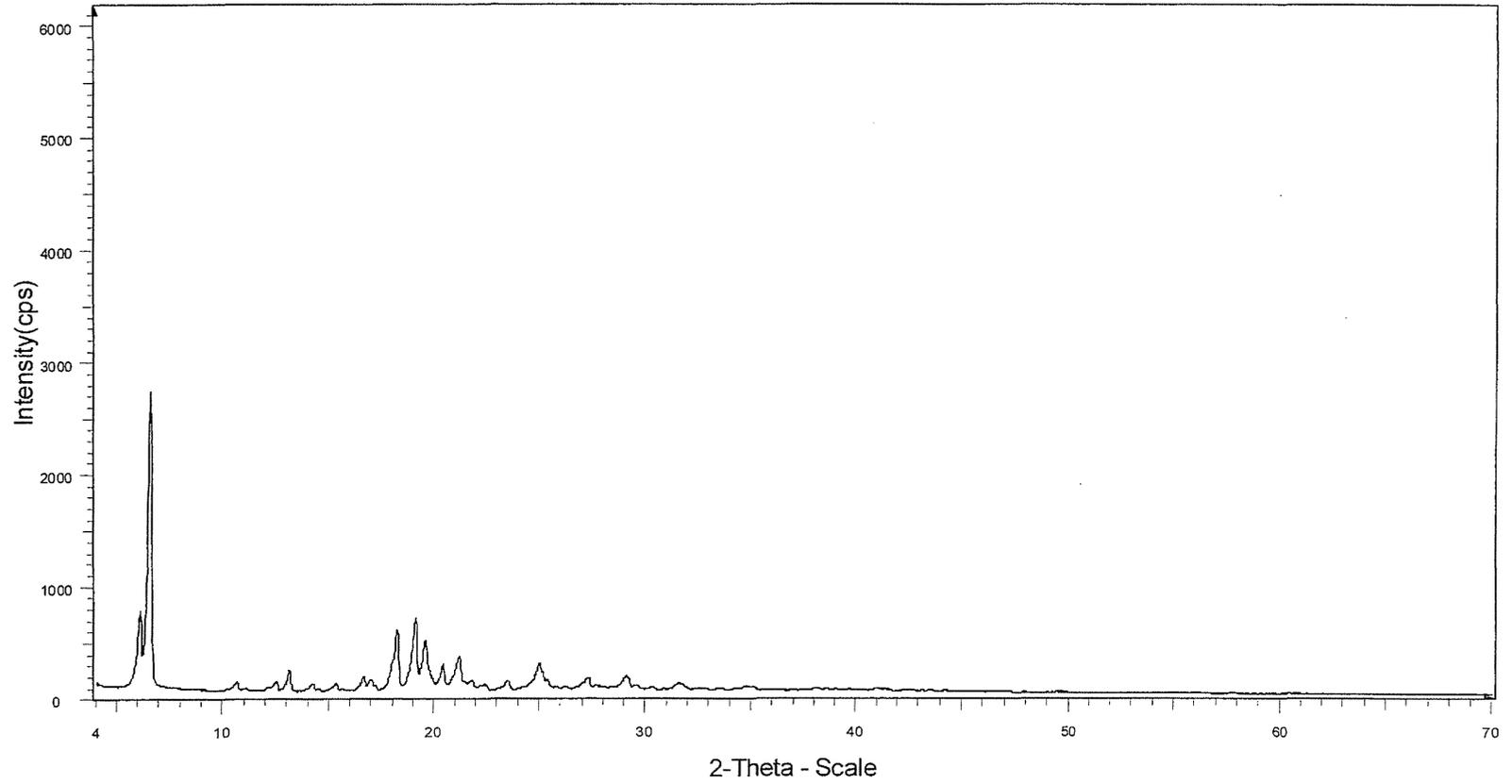
W6ANMの回折ピーク位置の比較

開始時	2週間	差
6.1	6.0	0.1
6.6	6.5	0.1
10.6	10.6	0.0
11.1	—	—
12.5	12.5	0.0
13.2	13.1	0.1
14.2	14.2	0.0
15.3	15.3	0.0
16.7	16.6	0.1
17.0	16.9	0.1
18.3	18.2	0.1
19.2	19.1	0.1
19.6	19.5	0.1
20.6	20.4	0.2
21.1	21.2	-0.1
21.6	21.8	-0.2
23.7	23.5	0.2
25.0	25.0	0.0
25.5	25.4	0.1
27.3	27.3	0.0
29.2	29.1	0.1

ピーク位置の差が0.2以下であるため、
11.1° のピークが確認されなかったこと以外は大きな変化はみられなかった。

2013. 7. 26 石川 雄大
 2013. 7. 29 池田 裕志

試験番号: 1148097-2

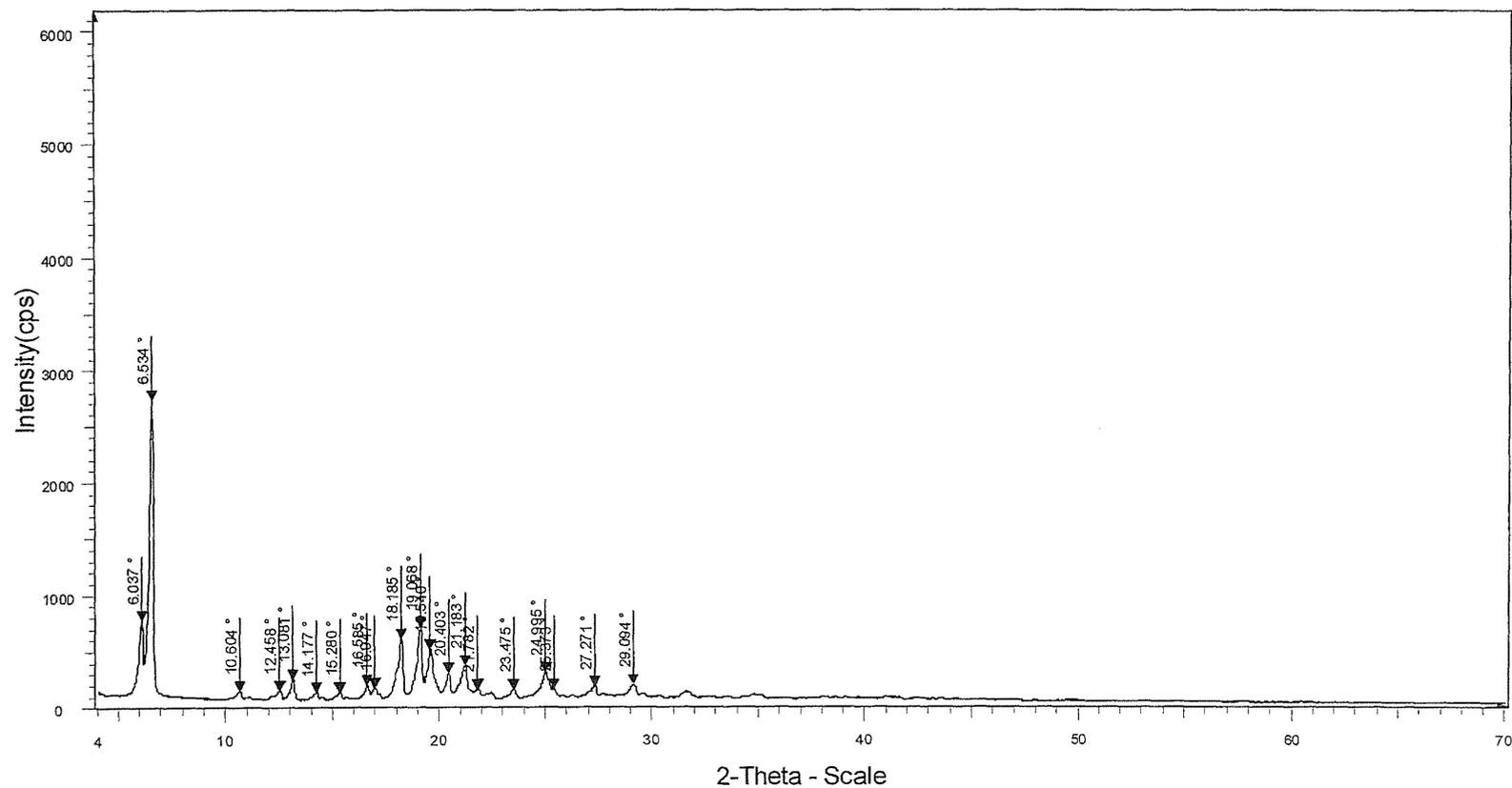


File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 14 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

W6ANM-2 週間

2013. 7. 26 石川 雄次

試験番号: 11448097-2



File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 14 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

試験番号：11448097-2

W6ANM-2週間のXRDパターン
ピーク位置と強度

Angle 2-Theta °	Intensity Cps
6.0	769.0
6.5	2736.0
10.6	137.0
12.5	145.0
13.1	241.0
14.2	120.0
15.3	125.0
16.6	187.0
16.9	159.0
18.2	599.0
19.1	700.0
19.5	512.0
20.4	295.0
21.2	369.0
21.8	149.0
23.5	147.0
25.0	303.0
25.4	152.0
27.3	173.0
29.1	190.0

ピークは手動で検出した。

2013. 7. 26 石川 雄次

W6ANMの回折ピーク位置の比較

開始時	2週間	差
6.1	6.0	0.1
6.6	6.5	0.1
10.6	10.6	0.0
11.1	—	—
12.5	12.5	0.0
13.2	13.1	0.1
14.2	14.2	0.0
15.3	15.3	0.0
16.7	16.6	0.1
17.0	16.9	0.1
18.3	18.2	0.1
19.2	19.1	0.1
19.6	19.5	0.1
20.6	20.4	0.2
21.1	21.2	-0.1
21.6	21.8	-0.2
23.7	23.5	0.2
25.0	25.0	0.0
25.5	25.4	0.1
27.3	27.3	0.0
29.2	29.1	0.1

ピーク位置の差が0.2以下であるため、
11.1° のピークが確認されなかったこと以外は大きな変化はみられなかった。

れ

記訂正

2013.8.20
千葉忠彦

2013.7.26 石川 雄大

試験番号【 11448097-2 】

保存期間【 4 週間】

ワークシート (粉末 X 線回折測定 1/1)

試験名	P092 マレイン酸塩原薬の苛酷試験	QC 欄
試験施設	(株) クレハ分析センター 分析提案本部 技術部 技術試験室	✓

保存検体に関する記録

保存期間	管理番号	QC 欄
4 週間	WBANM-4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
X線回折装置	D8ADVANCE	202911	ブルカー-AXS	○有・無	✓
上皿電子天びん	AG204	1116441333	メトラー・トレド (株)	○有・無	

*: 使用の有無: 該当する方に○をする

器具類に関する記録

器具名及び確認内容	確認	QC 欄
試料ホルダ (素材: PMMA)	✓	✓
アルミナ焼結板	✓	✓
スパチュラ, 薬さじ等の汎用器具	✓	✓
メノウ乳鉢・乳棒	✓	✓

X 線回折装置の校正に関する記録

操作	確認	QC 欄
指図: 軸のイニシャライズを行い, X線源と検出器の位置の調整をする.	✓	✓
指図: その後アルミナ焼結板を測定して 35° 付近のピーク強度を確認し, 感度を確認する.	✓	✓

粉末 X 線回折測定用試料の調製

操作	確認	QC 欄
指図: 乳鉢に採り, すり潰して測定試料を調製する.	✓	✓

粉末 X 線回折パターンの測定

指図	確認	QC 欄
測定試料を試料ホルダに詰め, X線回折装置にて測定する.	✓	✓

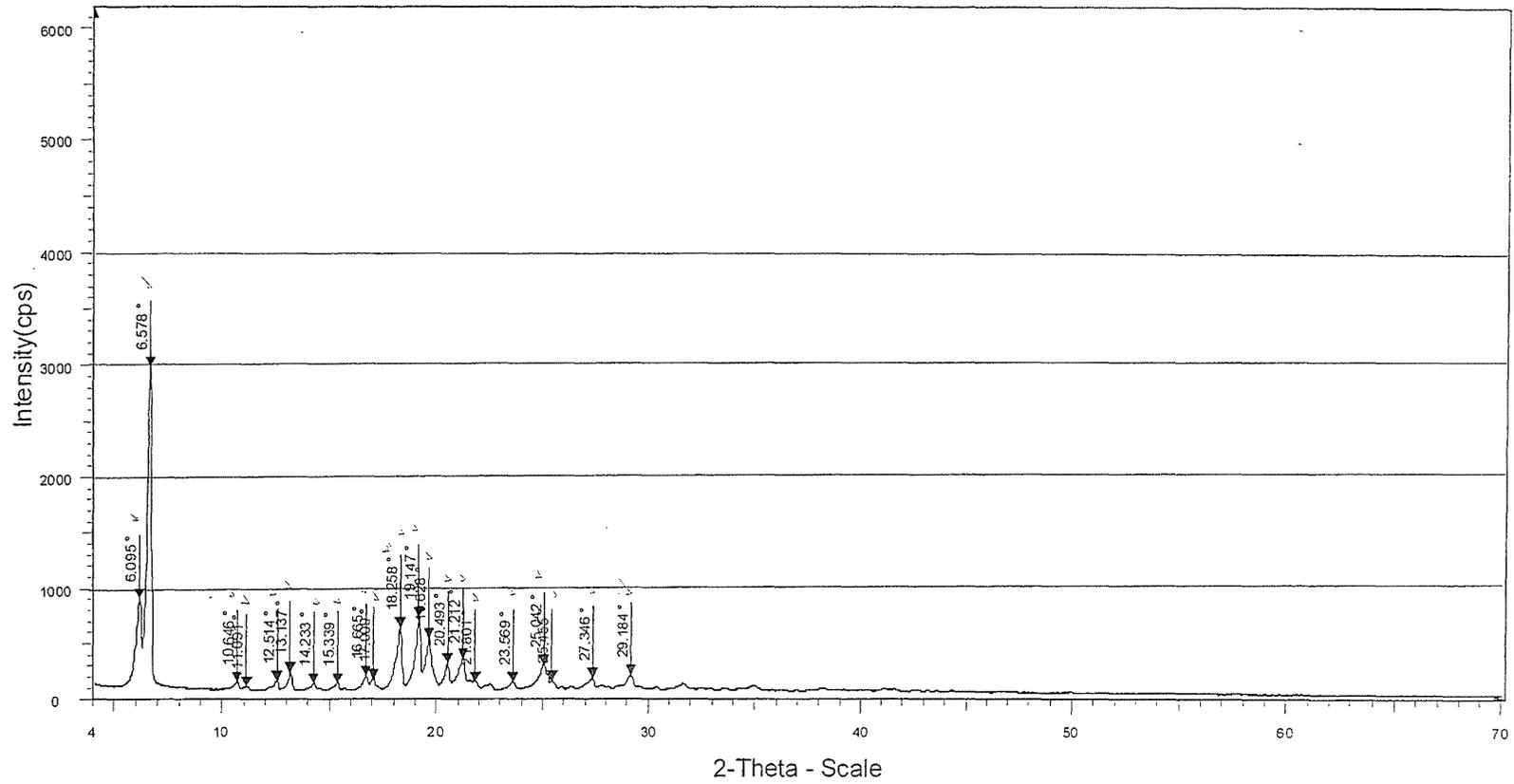
粉末 X 線回折パターンの評価方法

評価方法	確認	QC 欄
開始時の粉末 X 線回折パターンと所定時間経過時の粉末 X 線回折パターンの回折ピークの位置を比較する.	✓	✓

備考欄(記載が無い場合は斜線)	QC 欄
測定には 0.3754 g を用いた.	✓

試験実施	担当者氏名: 石川 雄大	QC実施	担当者氏名: 池田 勝心
	日付: 2013年8月8, 9, 12日		日付: 2013年8月12日

試料番号: 11448097-2



File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 11 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

W6ANM-4 週間 ✓

2013.8.12 石川 雄大
2013.8.12 池田 勝久

W6ANM-4週間のXRDパターン ✓
ピーク位置と強度

試験番号: 11448097-2 ✓

Angle 2-Theta °	Intensity Cps
6.1 ✓	902.0 ✓
6.6 ✓	2990.0 ✓
10.6 ✓	138.0 ✓
11.1 ✓	101.0 ✓
12.5 ✓	148.0 ✓
13.1 ✓	226.0 ✓
14.2 ✓	126.0 ✓
15.3 ✓	129.0 ✓
16.7 ✓	193.0 ✓
17.0 ✓	161.0 ✓
18.3 ✓	635.0 ✓
19.1 ✓	725.0 ✓
19.6 ✓	528.0 ✓
20.5 ✓	314.0 ✓
21.2 ✓	343.0 ✓
21.8 ✓	145.0 ✓
23.6 ✓	139.0 ✓
25.0 ✓	293.0 ✓
25.5 ✓	148.0 ✓
27.3 ✓	177.0 ✓
29.2 ✓	201.0 ✓

ピークは手動で検出した。 ✓

2013.8.12 石川 雄次

QCF:77 2013.8.12 池田 裕志

参考資料

W6ANM-0週間のXRDパターン
ピーク位置と強度

試験番号: 11448097-2

Angle 2-Theta °	Intensity Cps
6.1	✓ 1670.0
6.6	✓ 5621.0
10.6	✓ 129.0
11.1	✓ 190.0
12.5	✓ 142.0
13.2	✓ 198.0
14.2	✓ 143.0
15.3	✓ 137.0
16.7	✓ 223.0
17.0	✓ 168.0
18.3	✓ 593.0
19.2	✓ 662.0
19.6	✓ 533.0
20.6	✓ 298.0
21.1	✓ 294.0
21.6	✓ 181.0
23.7	✓ 124.0
25.0	✓ 266.0
25.5	✓ 141.0
27.3	✓ 166.0
29.2	✓ 196.0

ピークは手動で検出した。

ACT-77 2013.8.12 池田 裕久

W6ANMの回折ピーク位置の比較

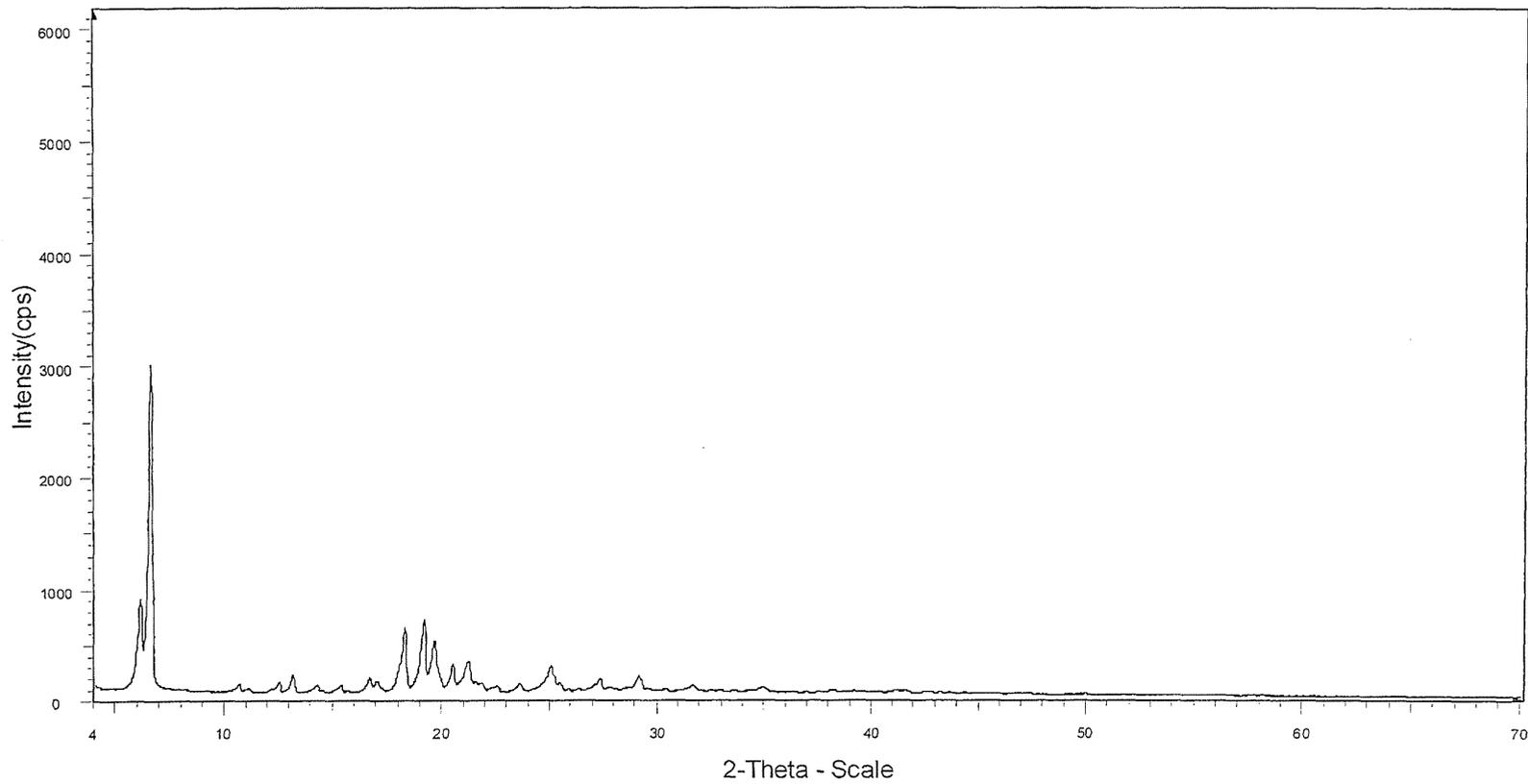
開始時		4週間		差	
6.1	✓	6.1	✓	0.0	✓
6.6	✓	6.6	✓	0.0	✓
10.6	✓	10.6	✓	0.0	✓
11.1	✓	11.1	✓	0.0	✓
12.5	✓	12.5	✓	0.0	✓
13.2	✓	13.1	✓	0.1	✓
14.2	✓	14.2	✓	0.0	✓
15.3	✓	15.3	✓	0.0	✓
16.7	✓	16.7	✓	0.0	✓
17.0	✓	17.0	✓	0.0	✓
18.3	✓	18.3	✓	0.0	✓
19.2	✓	19.1	✓	0.1	✓
19.6	✓	19.6	✓	0.0	✓
20.6	✓	20.5	✓	0.1	✓
21.1	✓	21.2	✓	-0.1	✓
21.6	✓	21.8	✓	-0.2	✓
23.7	✓	23.6	✓	0.1	✓
25.0	✓	25.0	✓	0.0	✓
25.5	✓	25.5	✓	0.0	✓
27.3	✓	27.3	✓	0.0	✓
29.2	✓	29.2	✓	0.0	✓

ピーク位置の差が0.2以下であるため、構造的には変化はないものと思われる。 ✓

2週間、4週間とで違いはあまり見れないが、11.1° のピークが今回は確認されたが、ピークが小さいため、測定の誤差でピークとして検出されたのだと思われる。 ✓

2013.8.12 石川 隆平
 QCT207 2013.8.12 池田 勝彦

試験番号: 11448097-2



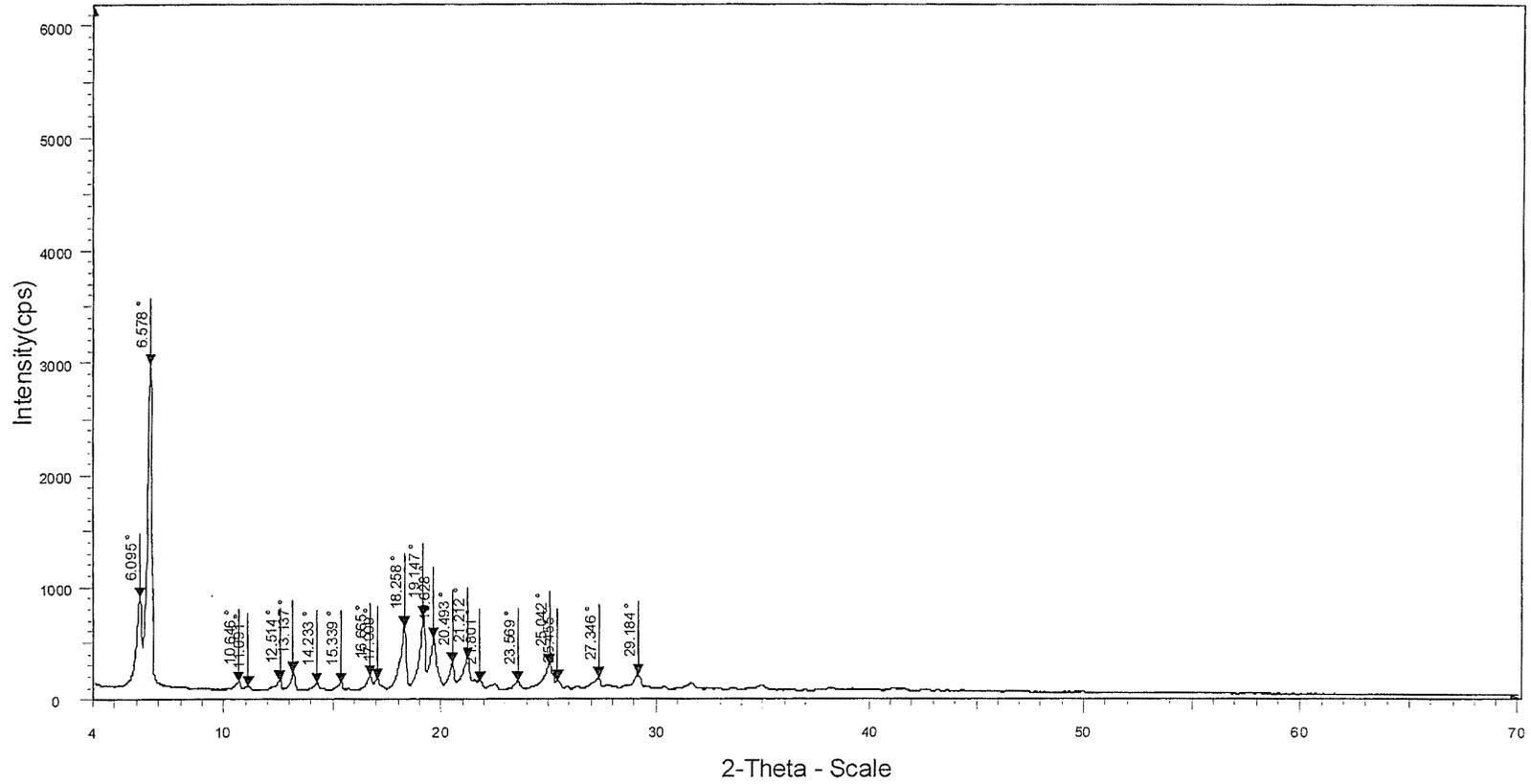
File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 11 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

- 311 -

W6ANM-4 週間

2015.8.12 石川 権太

試料番号: 11448097-2



File: Malenic.raw - Type: Locked Coupled - Start: 4.000 ° - End: 70.134 ° - Step: 0.021 ° - Step time: 115.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 11 s - 2-Theta: 4.000 ° - Theta: 2.000 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.

W6ANM-4 週間

2013.8.12 石川 雄大