

P092-2マレイン酸塩 類縁物質試験結果

LotNo. KS14001

解析日 2014/12/16

HPLC条件 HPLC;LC-13システム

カラム;Inertsil ODS-2

5 μm, 250 × 4.6mmID No.4JS11072

移動相A;水1000mLにトリフルオロ酢酸 2mL加える

移動相B;アセトニトリル1000mLにトリフルオロ酢酸 2mL加える

移動相条件;移動相A:移動相Bを80:20から開始し、20分の直線グラジエント法で40:60にし、その後30分間保つ。

カラム温度;40°C 注入量;5 μL

検出器;UV254nm

流量;約1.0mL/min(P092の保持時間は14~17分)

測定範囲;約4分から50分(マレイン酸のピークは削除)

試料及び標準溶液の調製

試料

0.01g/10mL(試料溶解液)

標準溶液

試料溶液を1mL/100mLとしさらに1mL/10mLとし標準溶液とする。(希釈は試料溶解液)

検出の確認

標準溶液を2倍に希釈(希釈は試料溶解液)

試料溶解液;移動相A:移動相Bを1:1に混合する

LotNo.	採取量
KS14001	0.0099 g
標準品	0.0107 g
マレイン酸	0.0052 g

システム適合性

1)システムの再現性

標準溶液10 μLにつき6回繰り返すとき
ピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である
(標準溶液は試料溶液に対し0.1%相当)

結果

繰り返し	Rt	Area
1	15.568	13014
2	15.562	13014
3	15.568	13024
4	15.569	12948
5	15.572	13037
6	15.576	13145
平均	15.5692	13030
SD	0.0046	64.61
RSD(%)	0.02	0.49
7	15.594	13195
回収率(%)	100.2	101.3

≤5.0%

2)検出の確認

標準溶液5 μLから得た
ピーク面積が標準溶液の45~55%になること

結果: Area % 範囲

6695	51.3	45~55
------	------	-------

4)類縁物質結果

類縁物質最大	0.105 %
類縁物質合計	0.3 %

No. KS14001

	n=1			n=2			n=3			Area%平均	類縁物質合計
	Rt	Area	Area%	Rt	Area	Area%	Rt	Area	Area%		
	13.431	1205	0.0090	13.428	1263	0.0100	13.439	1304	0.0100	0.009	0.3
	14.374	11038	0.0890	14.370	10842	0.0870	14.381	10886	0.0880	0.088	
	15.017	540	0.0040			0.0000			0.0000	0.001	
P092	15.520	12346194	99.99	15.517	12308587	99.70	15.529	12320377	99.70	99.7	
	16.547	1927	0.0150	16.544	1932	0.0150	16.554	1910	0.0150	0.015	
	19.823	2079	0.0160	19.820	1966	0.0150	19.829	1989	0.0160	0.015	
	20.633	777	0.0080	20.617	782	0.0080	20.633	808	0.0080	0.006	
	23.459	13070	0.1050	23.457	13068	0.1050	23.466	12992	0.1050	0.105	
	25.455	5408	0.0430	25.449	5201	0.0420	25.462	5258	0.0420	0.042	
	26.392	1394	0.0110	26.384	1346	0.0100	26.399	1453	0.0110	0.010	
合計		12383632	100.0		12344967	100.0		12356977	100.0		

※類縁物質Area%は少数点以下6桁目切捨て、また類縁物質Area%平均は少数点以下4桁目切捨て
※P092のArea%は少数点以下3桁目切捨て、またArea%平均のは少数点以下2桁目を四捨五入
※類縁物質合計=100-P092Area%平均

類縁物質



15. Dec 2014 10:30

N std 0.0107 g
ID1 P092-2マレイン酸塩

N KS14001 0.0099 g
ID1

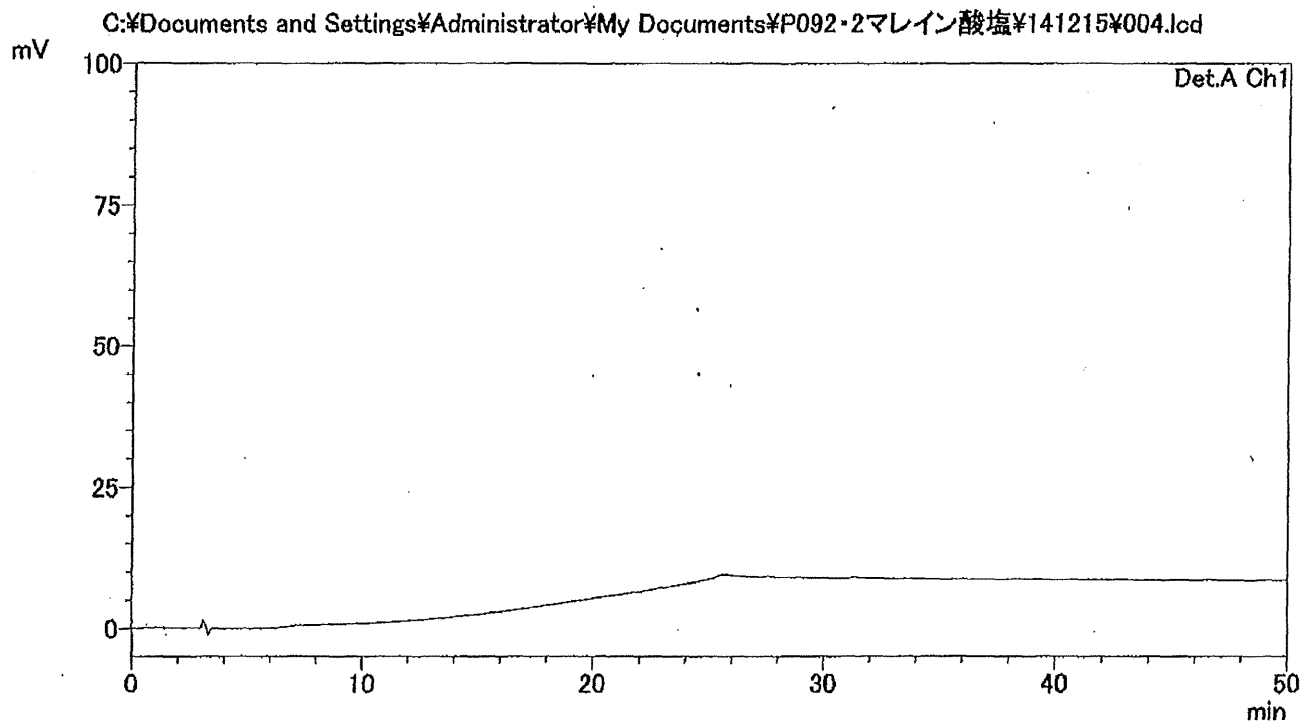
N MA 0.0052 g
ID1



==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
サンプルID : ブランク
バイアル番号: 4
注入量 : 5 uL
データファイル: 004.lcd
メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
コメント : 試料溶解液
分析日時 : 2014/12/15 14:23:48

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

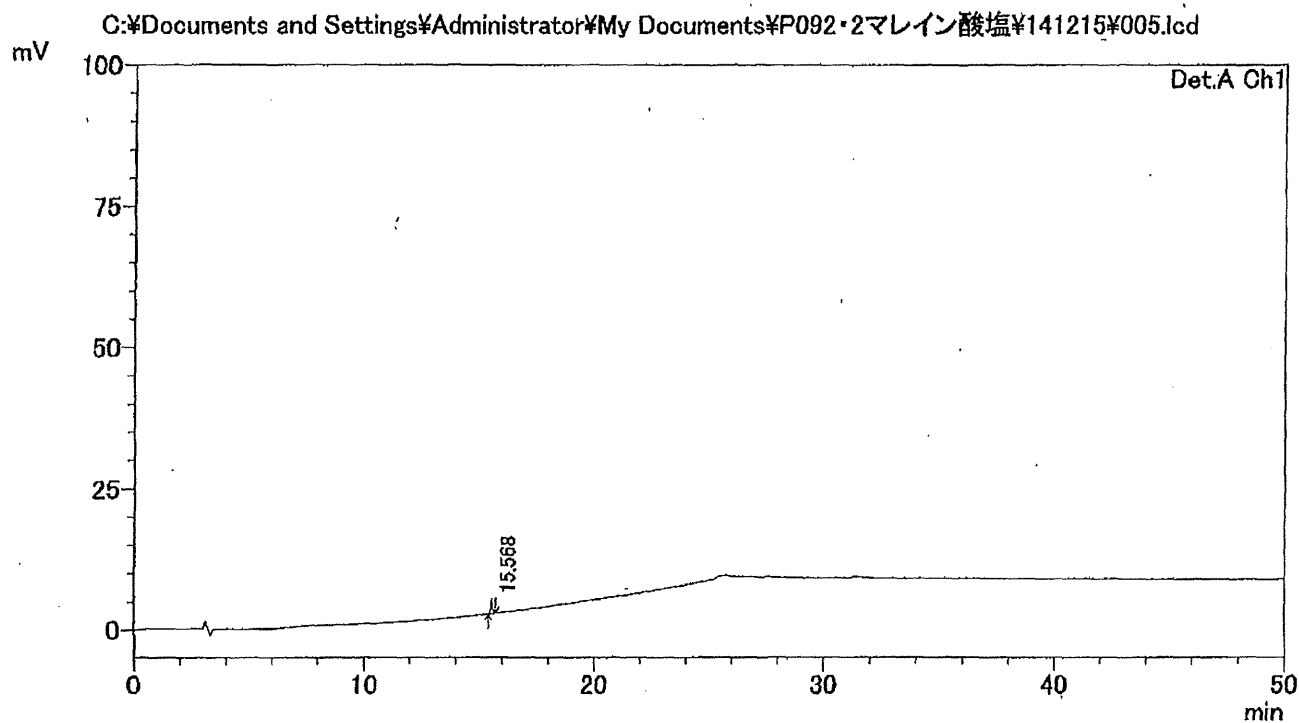
検出器A Ch1 254nm



==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=1
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 005.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=1
 分析日時 : 2014/12/15 15:22:24

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

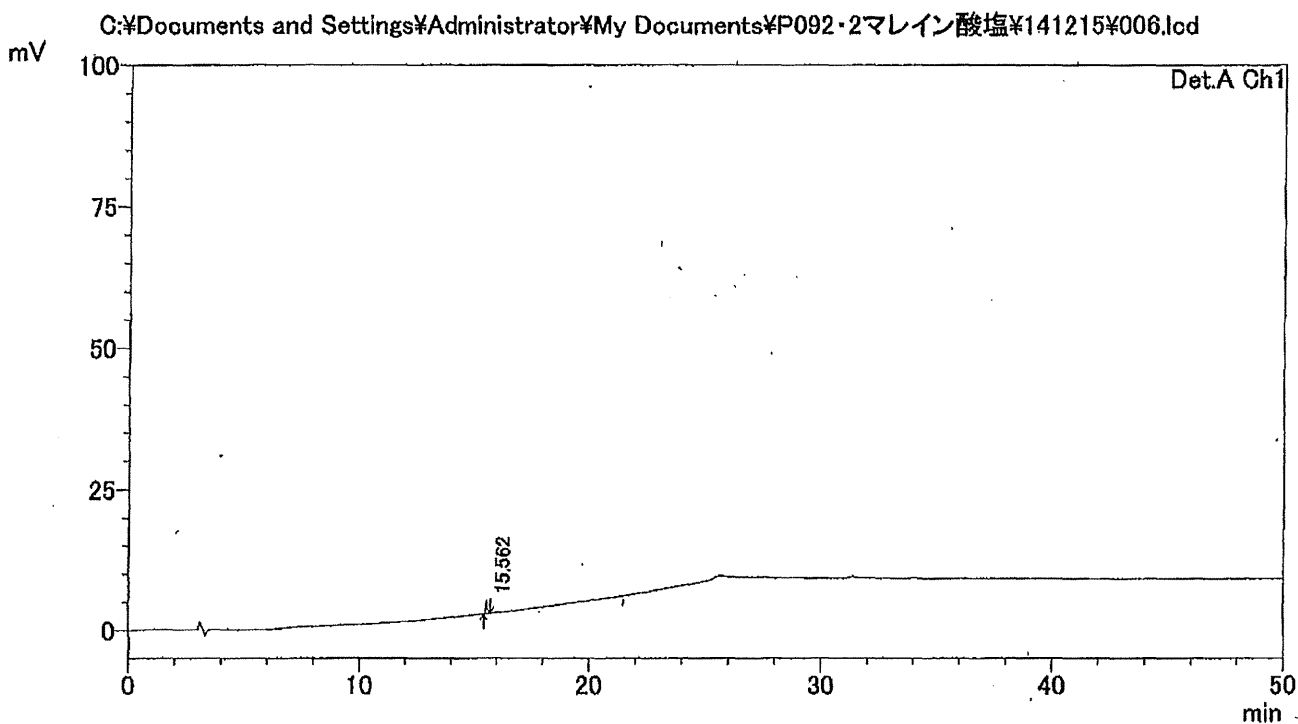
ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.568	13014	2343	100.000
合計		13014	2343	100.000

==== P092-2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092-2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=2
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 006.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=2

分析日時 : 2014/12/15 16:20:57

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

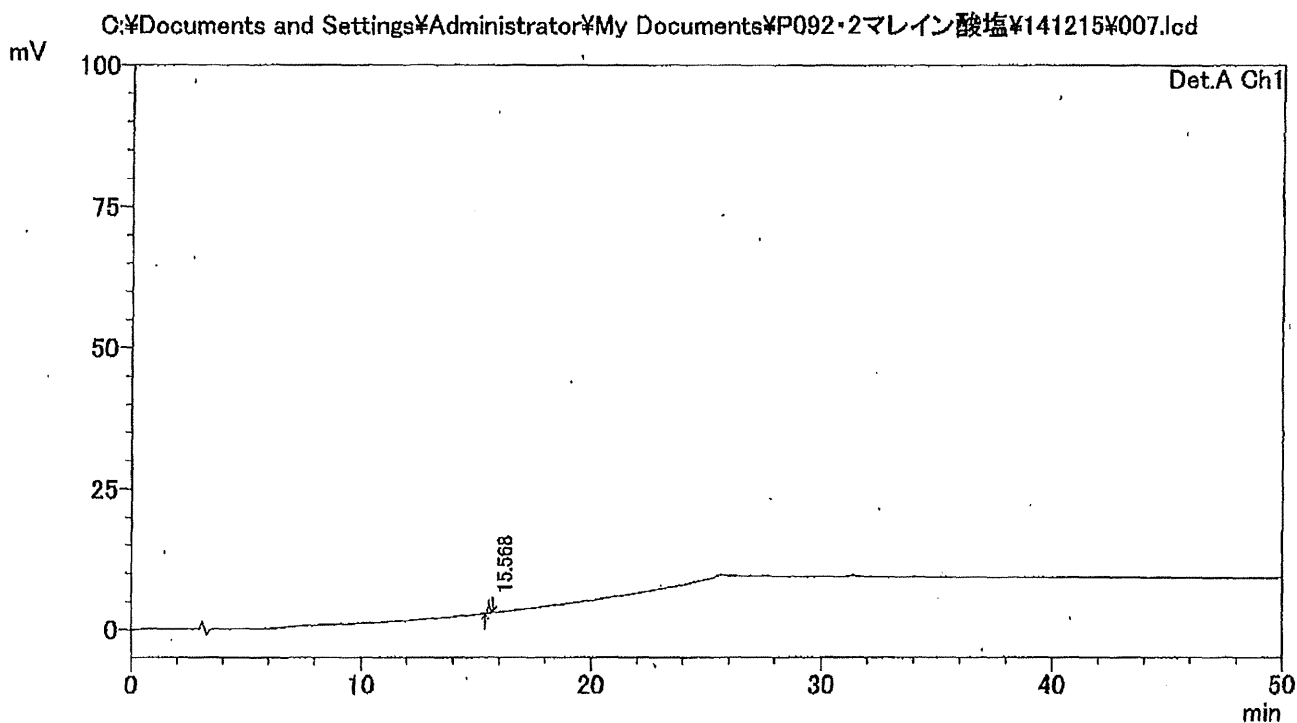
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	√15.562	√13014	2381	100.000
合計		13014	2381	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=3
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 007.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=3
 分析日時 : 2014/12/15 17:19:36

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

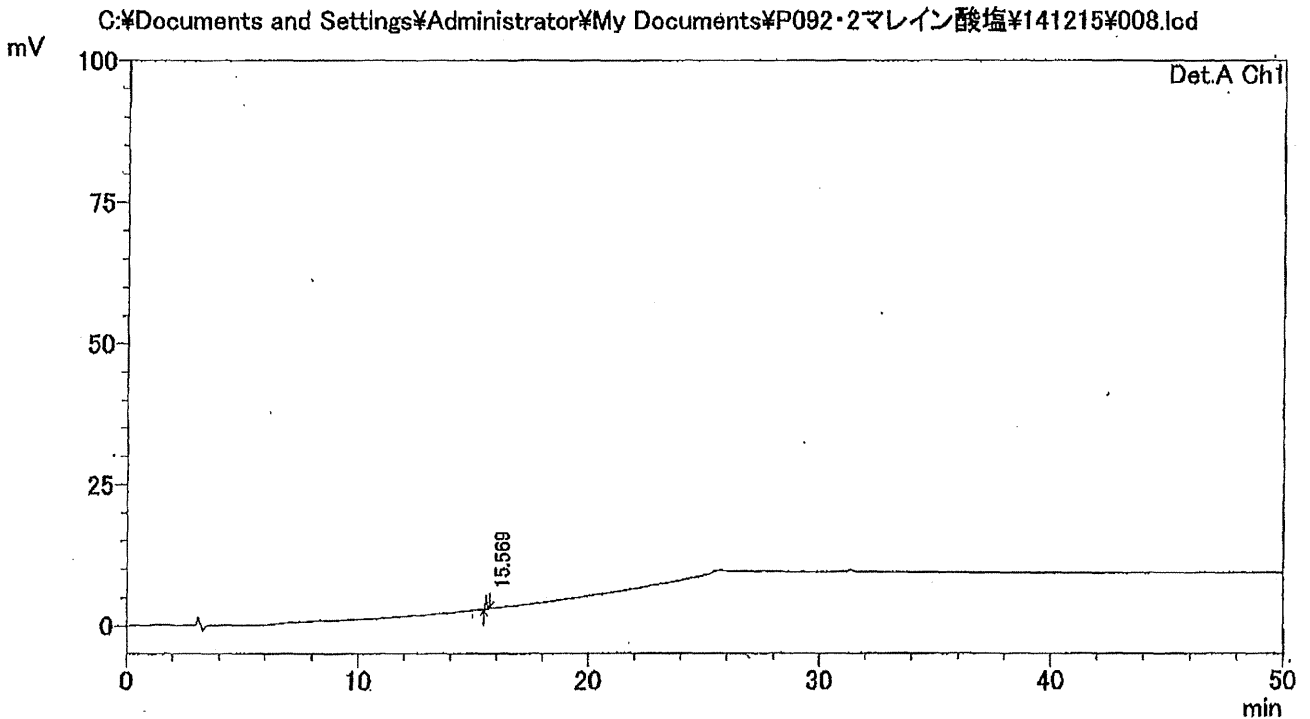
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.568	13024	2336	100.000
合計		13024	2336	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=4
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 008.lod
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=4
 分析日時 : 2014/12/15 18:18:09

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

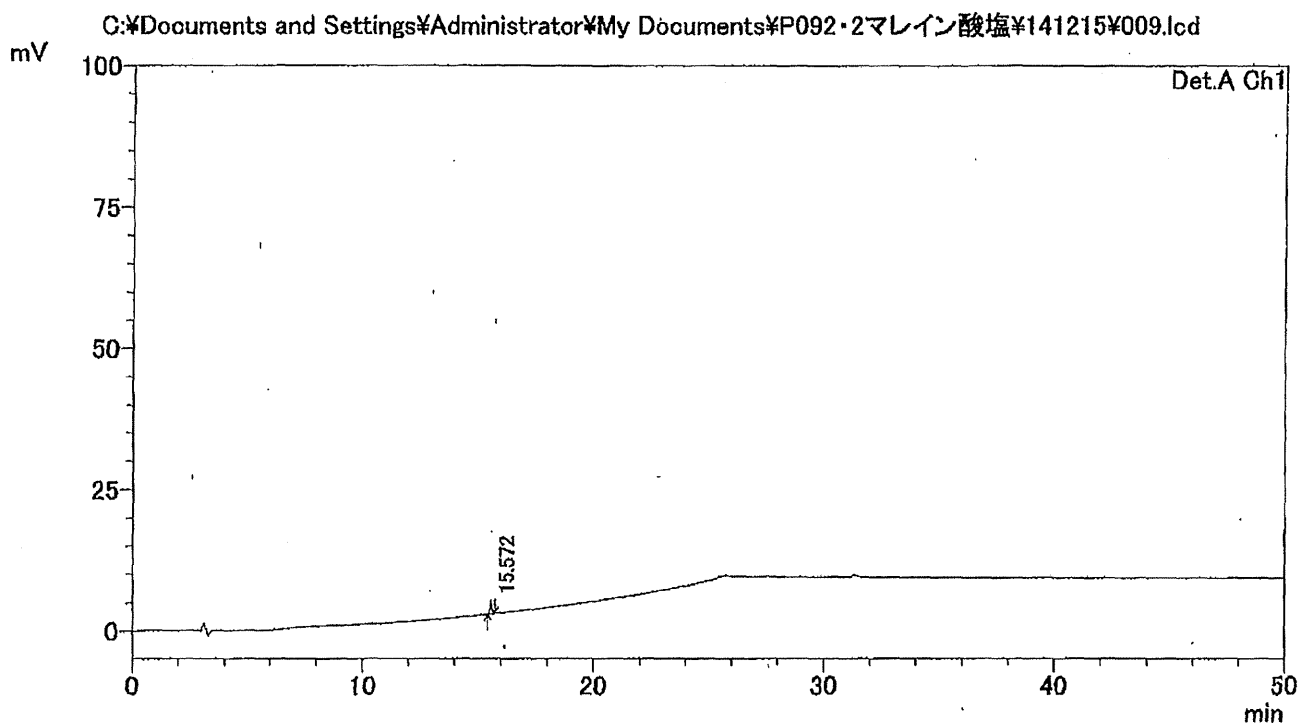
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.569	12946	2346	100.000
合計		12946	2346	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=5
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 009.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=5
 分析日時 : 2014/12/15 19:16:45

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

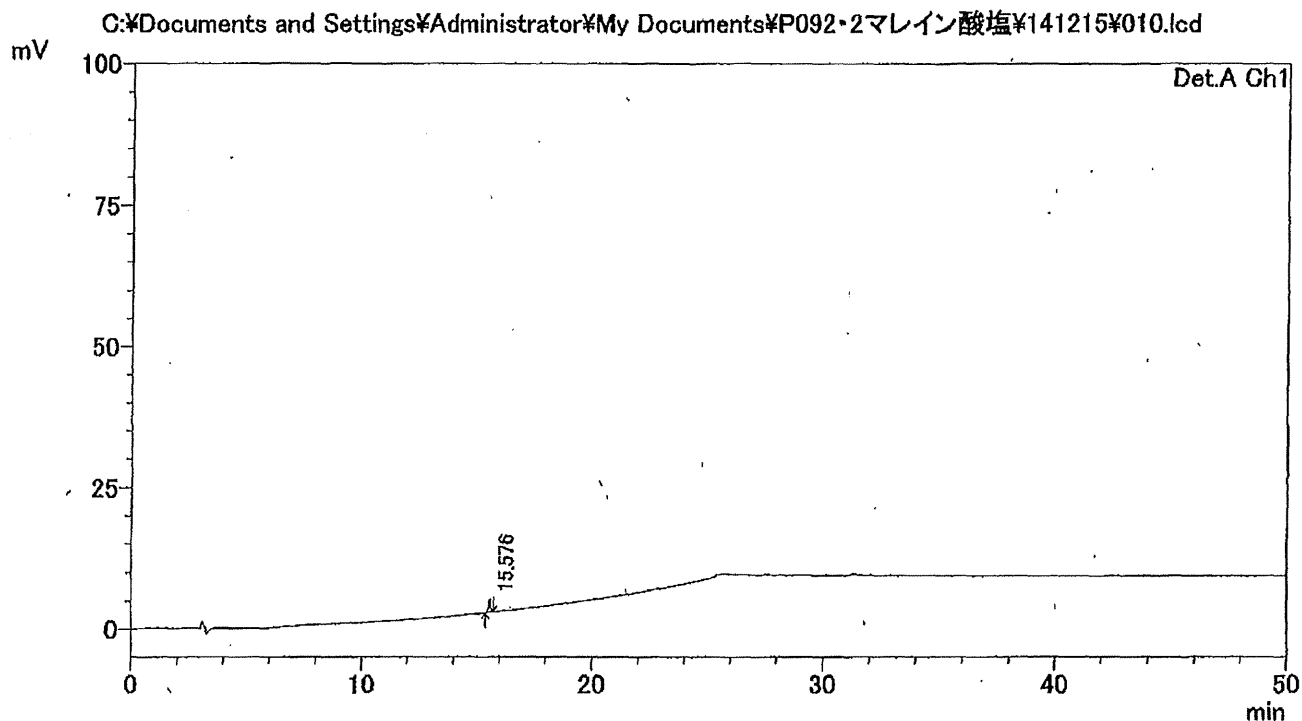
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓15.572	✓13037	2381	100.000
合計		13037	2381	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 杉澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=6
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 010.lcd
 メソッドファイル:141215類縁物質.lcm
 コメント :再現性の確認 n=6
 分析日時 : 2014/12/15 20:15:21

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

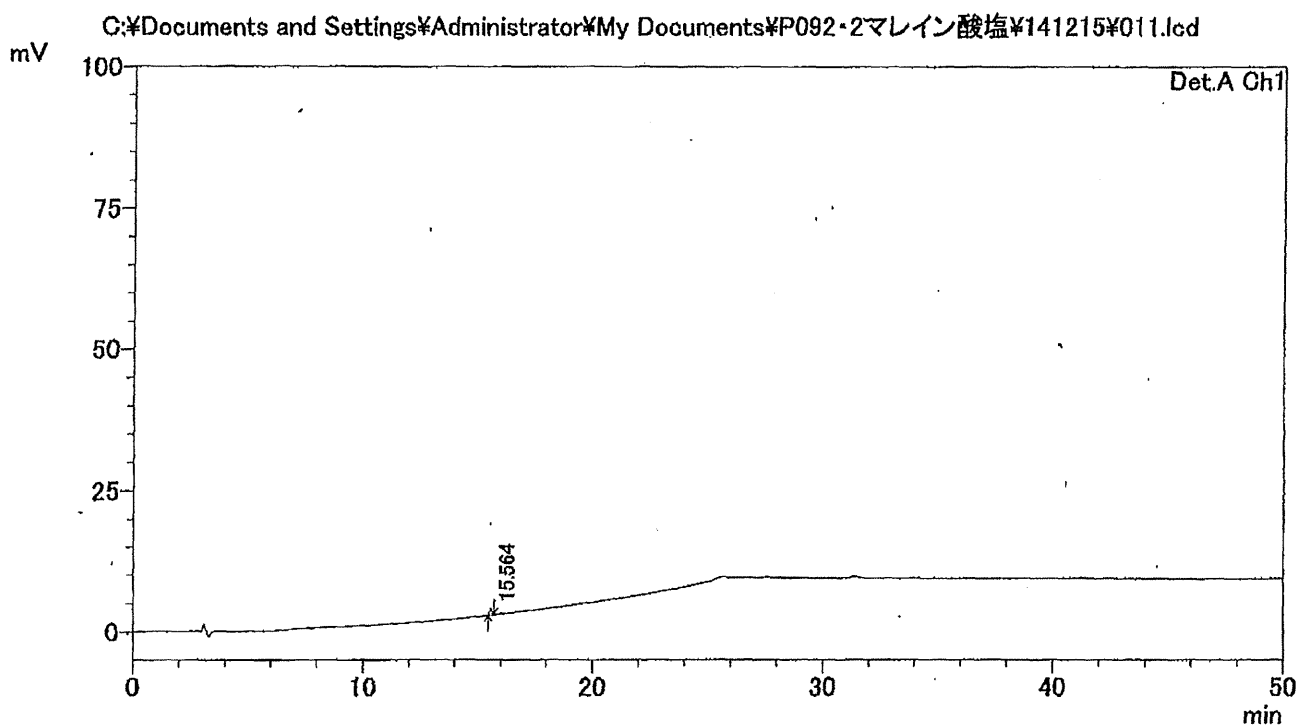
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.576	13145	2407	100.000
合計		13145	2407	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 杉澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : 検出の確認
 バイアル番号: 6
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 011.fcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 検出の確認 (0.05%相当)
 分析日時 : 2014/12/15 21:13:58

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

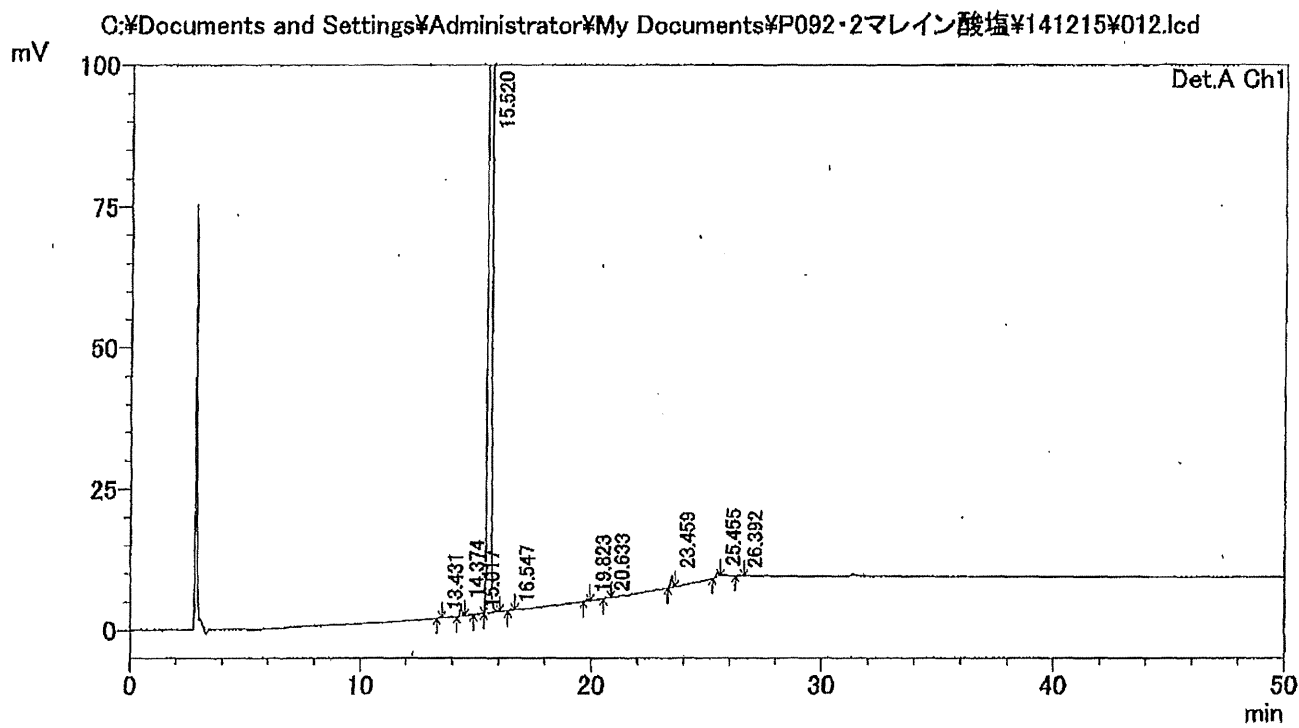
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.564	✓ 6695	1205	100.000
合計		6695	1205	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.KS14001n=1
 バイアル番号: 7
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 012.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : SMD品
 分析日時 : 2014/12/15 22:12:33

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

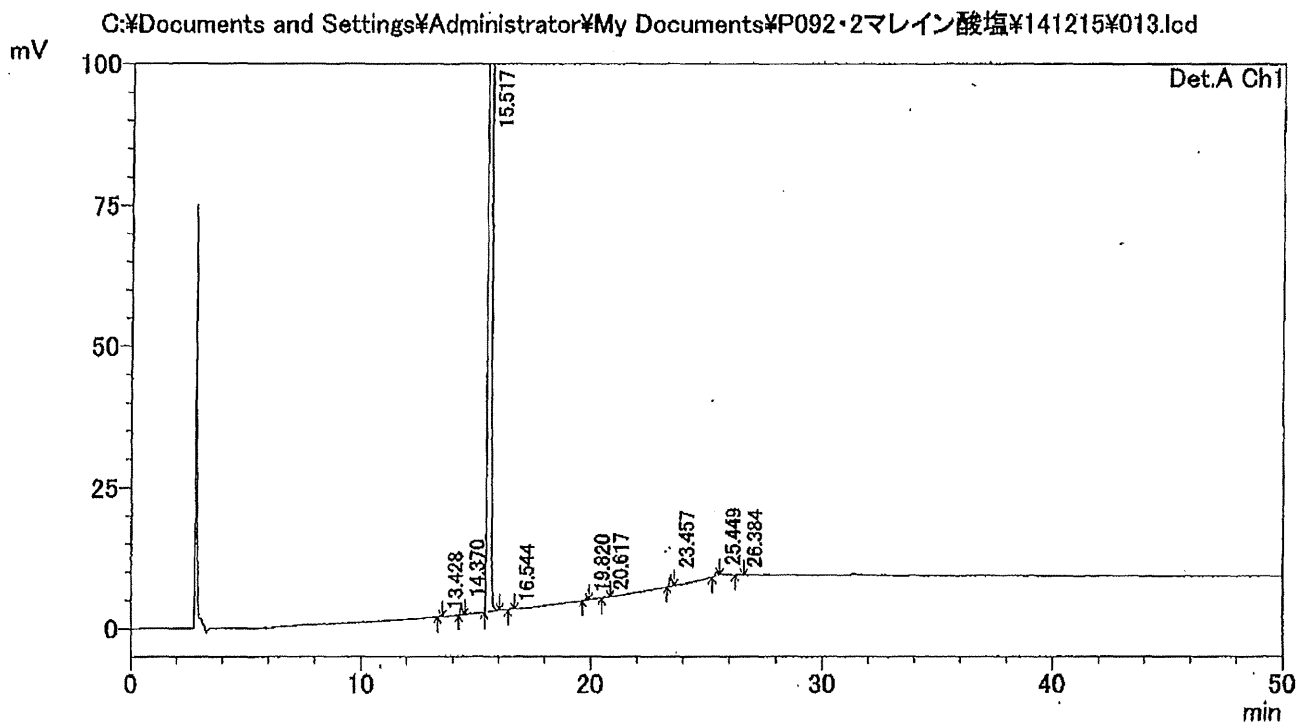
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓ 13.431	✓ 1205	227	✓ 0.010
2	✓ 14.374	✓ 11038	2024	✓ 0.089
3	✓ 15.017	✓ 540	59	✓ 0.004
4	✓ 15.520	✓ 12346194	2023870	✓ 99.698
5	✓ 16.547	✓ 1927	268	✓ 0.016
6	✓ 19.823	✓ 2079	339	✓ 0.017
7	✓ 20.633	✓ 777	118	✓ 0.006
8	✓ 23.459	✓ 13070	2055	✓ 0.106
9	✓ 25.455	✓ 5408	711	✓ 0.044
10	✓ 26.392	✓ 1394	147	✓ 0.011
合計		12383630	2029819	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.KS14001n=2
 バイアル番号: 7
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 013.lcd
 メソッドファイル:141215類縁物質.lcm
 コメント :SMD品
 分析日時 : 2014/12/15 23:11:08

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

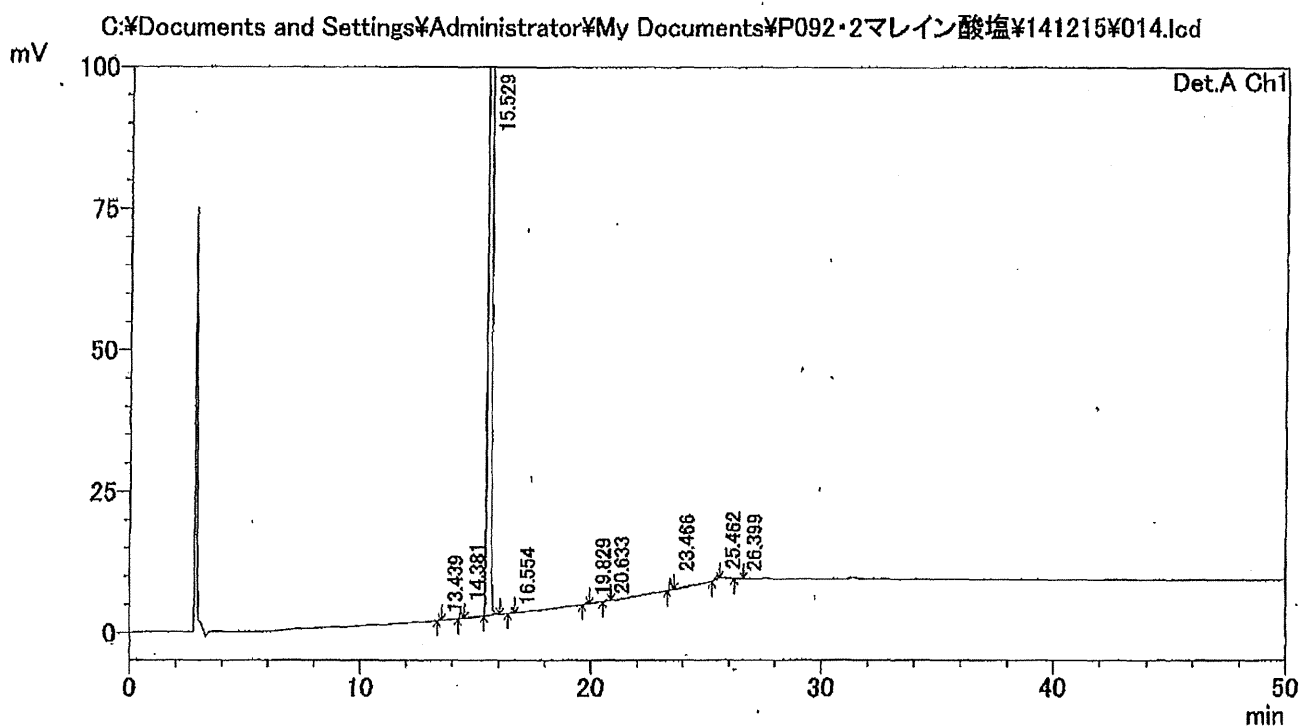
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓13.428	✓1263	238	✓0.010
2	✓14.370	✓10842	1985	✓0.088
3	✓15.517	✓12308587	1994563	✓99.705
4	✓16.544	✓1932	273	✓0.016
5	✓19.820	✓1966	323	✓0.016
6	✓20.617	✓762	110	✓0.006
7	✓23.457	✓13068	2050	✓0.106
8	✓25.449	✓5201	692	✓0.042
9	✓26.384	✓1346	143	✓0.011
合計		12344968	2000378	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.KS14001n=3
 バイアル番号: 7
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 014.lcd
 メソッドファイル:141215類縁物質.lcm
 コメント :SMD品
 分析日時 : 2014/12/16 0:09:45

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

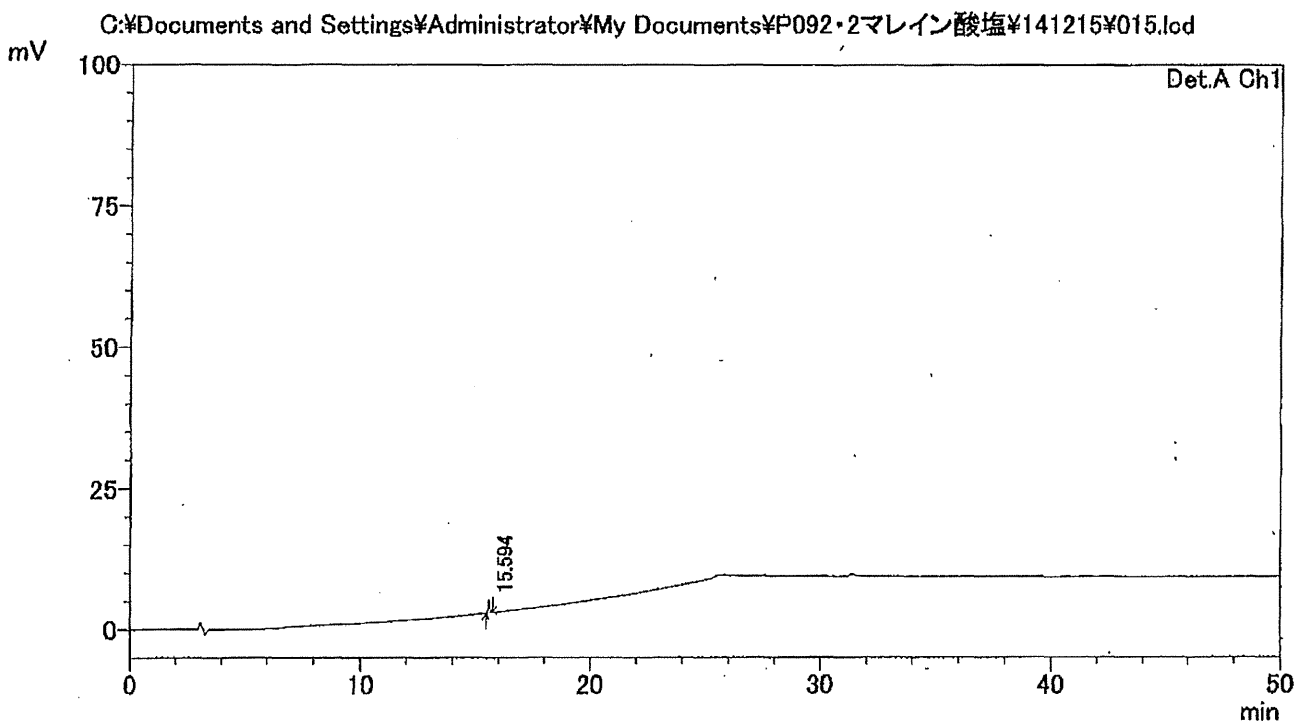
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓13.439	✓1304	247	✓0.011
2	✓14.381	✓10886	1975	✓0.088
3	✓15.529	✓12320377	2033919	✓99.704
4	✓16.554	✓1910	273	✓0.015
5	✓19.829	✓1989	323	✓0.016
6	✓20.633	✓808	119	✓0.007
7	✓23.466	✓12992	2015	✓0.105
8	✓25.462	✓5258	696	✓0.043
9	✓26.399	✓1453	148	✓0.012
合計		12356977	2039715	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=7
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 015.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : システム適合性(回収)
 分析日時 : 2014/12/16 1:08:20

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓15.594	✓13194	2417	100.000
合計		13194	2417	100.000

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

ファイル名: C:\...Administrator\My Documents\F092-2マレイン酸塩¥141215¥141215類縁物質.lcm

<<コメント>>

Inertsil ODS-2 4.6 × 250mm
S/N 4JS11072

<<システムコントローラ>>

型名 : CBM-20A
電源オン : ON
イベント1 : OFF
イベント2 : OFF
イベント3 : OFF
イベント4 : OFF

<<データ採取時間>>

LC終了時間 : 58.00 min
--検出器A--
名称 : 検出器A
サンプリング : 500 msec
開始時間 : 0.00 min
終了時間 : 50.00 min

<<ポンプ>>

モード : Low pressure gradient
PumpA 型名 : LC-20AD
Total Flow : 1.0000 mL/min
B.Conc : 20.0 %
C.Conc : 0.0 %
D.Conc : 0.0 %
B.Curve : 0
C.Curve : 0
D.Curve : 0
圧力の限界(P.Max) : 20.0 MPa
圧力の限界(P.Min) : 0.5 MPa
LPGE Mode : 自動

<<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 : 冷却ラック 1.5mL
リンス量 : 200 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 : 25 °C

<<オーブン>>

型名 : CTO-20A
オーブンの使用 : 使用する
オーブン温度 : 40 °C
上限温度 : 70 °C

<<検出器A>>

型名 : SPD-20A
ランプタイプ : D2
ホリテイ : +
レスポンス : 1.0 sec
セル部温度調温度を使用 : 使用しない
波長 Ch1 : 254 nm
強度単位 : Volt



AUXレンジ : 1.0 AU/V
 レコーダ出力レンジ : 1.0000
 AUXレンジと同期させる : OFF
 レコーダモード : Ch1 吸光度出力
 レソレンジ : 10
 しきい値 : 0.0001 AU

<<LCプログラム>>

時間	ユニット	処理命令	数値	コメント
20.00	ポンプ	B.Conc	60	
50.00	ポンプ	B.Conc	60	
50.10	ポンプ	B.Conc	20	
58.00	ポンプ	B.Conc	20	
58.00	コントローラ	Stop		

<<波形処理>>

<検出器A>
 チャンネル名 : Ch1 254nm
 Width : 10 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 : 0 カウント
 使用データ : 面積

<<波形処理タイムプログラム>>

<検出器A> チャンネル No. 有効	: Ch1 254nm 時間(min)	処理命令	値
1 [Yes]	0.000	Integration Off	
2 [Yes]	4.000	Integration On	
3 [Yes]	27.353	Integration Off	
4 [Yes]	27.941	Integration On	
5 [Yes]	31.103	Integration Off	
6 [Yes]	31.765	Integration On	

<<波形処理タイムプログラム(データ)>>

<検出器A>
 チャンネル : Ch1 254nm
 なし

<<同定処理>>

<検出器A>
 同定法 : ウインドウ
 ウインドウ : 1.00 %
 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>>

<検出器A>
 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

グルーピング : 使用しない

<<化合物テーブル>>

<検出器A>

-- ID# 1 --

化合物名 : Fumarate
 タイプ : ターゲット
 解析チャンネル : Ch1 254nm
 保持時間 : 3.881 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)
 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)
 ウィントウ/バンド : デフォルト(ウィントウ)
 添加量 : 0.000
 感度係数 : 1.000000
 標準濃度係数 : 1.000000

-- ID# 2 --

化合物名 : Clemastine
 タイプ : ターゲット
 解析チャンネル : Ch1 254nm
 保持時間 : 19.200 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)
 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)
 ウィントウ/バンド : デフォルト(ウィントウ)
 添加量 : 0.000
 感度係数 : 1.000000
 標準濃度係数 : 1.000000

-- ID# 3 --

化合物名 : Impurity A
 タイプ : ターゲット
 解析チャンネル : Ch1 254nm
 保持時間 : 20.150 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)
 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)
 ウィントウ/バンド : デフォルト(ウィントウ)
 添加量 : 0.000
 感度係数 : 1.000000
 標準濃度係数 : 1.000000

-- ID# 4 --

化合物名 : Impurity C
 タイプ : ターゲット
 解析チャンネル : Ch1 254nm
 保持時間 : 25.773 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)
 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)
 ウィントウ/バンド : デフォルト(ウィントウ)
 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>>

<検出器A>

<<カラムパフォーマンス>>

<検出器A>

計算方法

: USP

デッドタイム

: 最初のピークの保持時間

カラム長さ

: 250 mm

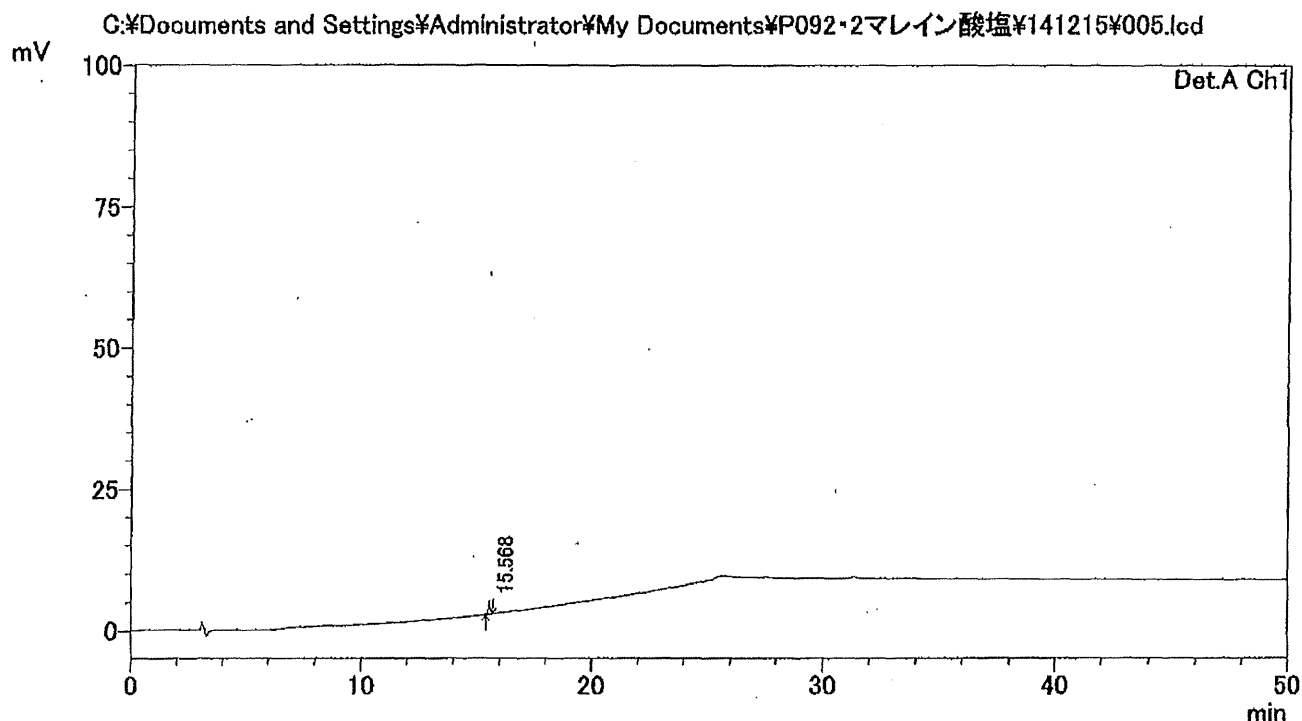
同定ピークのみ計算

: OFF

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : システム適合性n=1
 バイアル番号: 5
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 005.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=1
 分析日時 : 2014/12/15 15:22:24

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

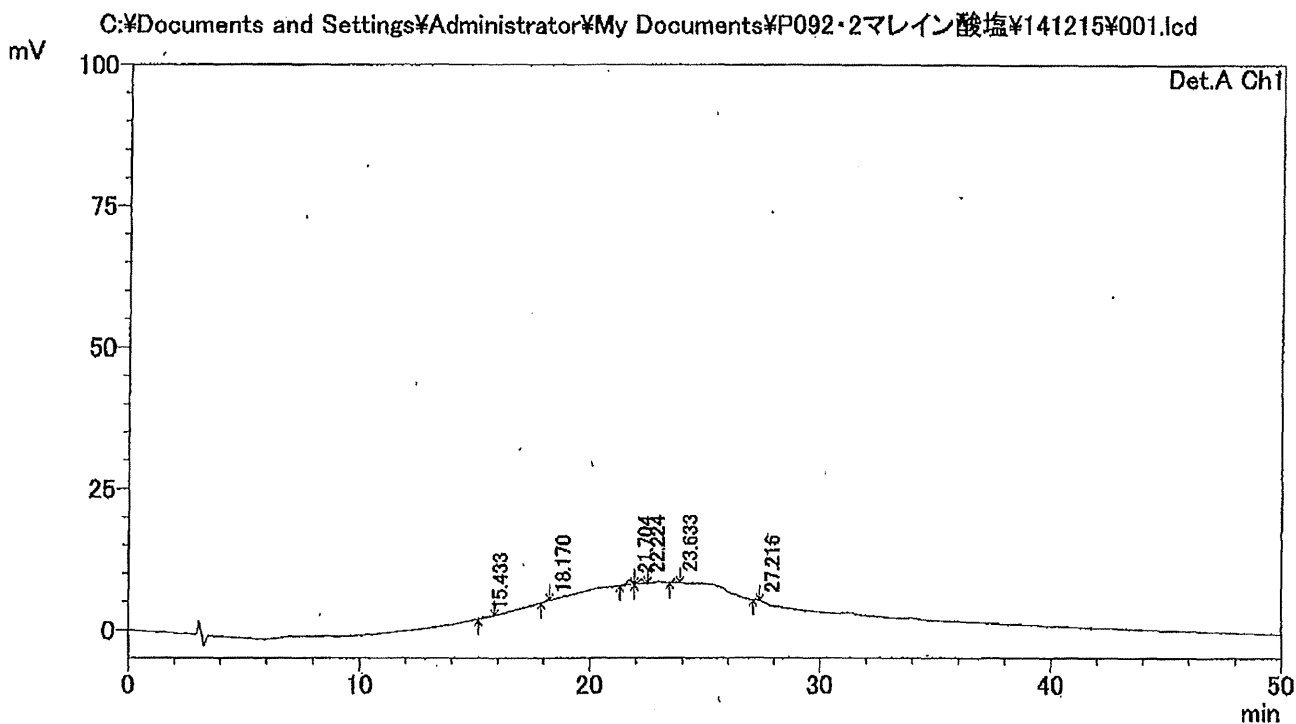
ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%	理論段数	リ係数(テー)
1	15.568	13014	2343	100.000	157185.3	1.13
合計		13014	2343	100.000		

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : ブランク
 バイアル番号: 1
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 001.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lcm
 コメント : 試料溶解液

分析日時 : 2014/12/15 11:28:00

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

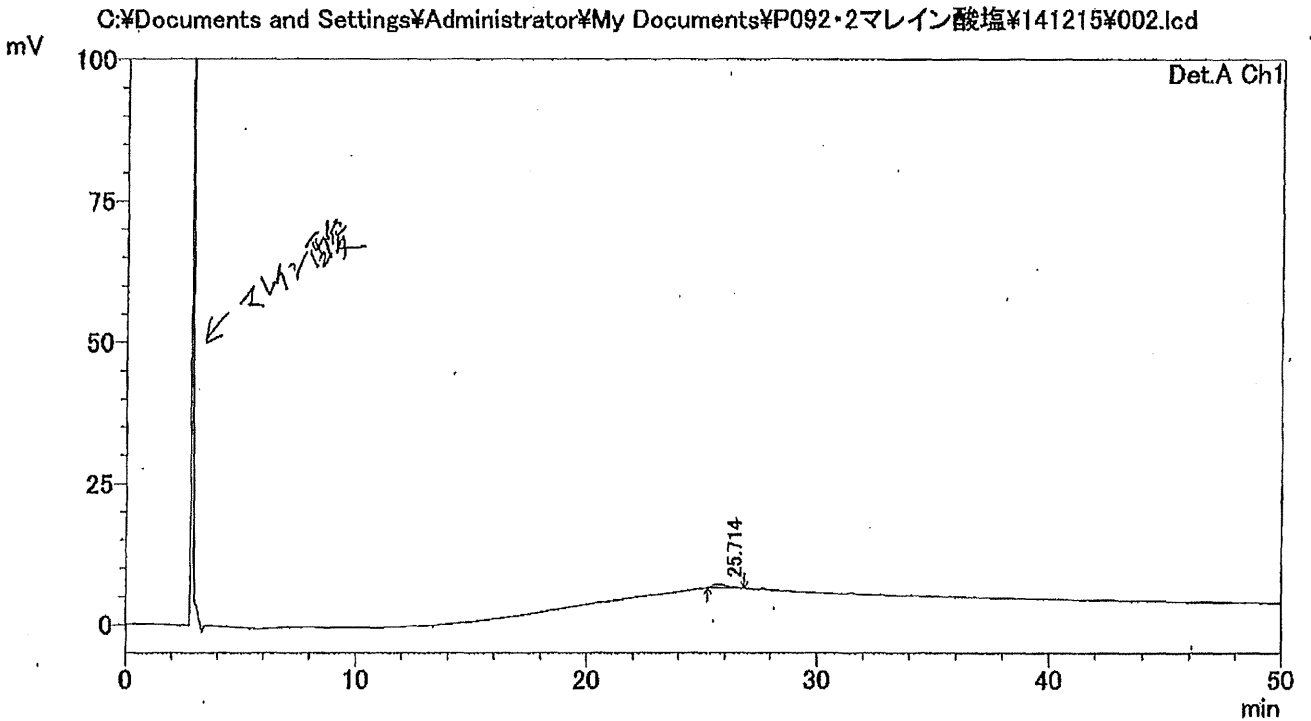
ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.433	2086	196	5.543
2	18.170	2447	303	6.503
3	21.704	13126	867	34.887
4	22.224	12130	772	32.238
5	23.633	5906	820	15.697
6	27.216	1931	207	5.132
合計		37626	3166	100.000

==== P092・2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

分析者 : 柚澤 巧
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : マレイン酸
 バイアル番号: 2
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 002.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lom
 コメント : マレイン酸 位置確認

分析日時 : 2014/12/15 12:26:38

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	25.714	24952	569	100.000
合計		24952	569	100.000