



図 12: P092・2 マレイン酸塩 Lot002WCM(Lot15002)の小分け包装

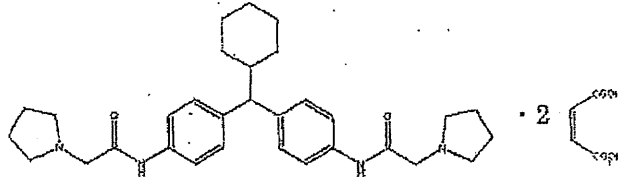
# 開示工法に製法試験案

## 製品試験(案)

製品名：P092 マレイン酸塩

1. 化学名：  
N,N'-((Cyclohexylmethylene)di-4,1-phenylene)bis(2-(1-pyrrolidine)acetamidé Dimaleate

2. 構造式：



3. 示性式：C<sub>31</sub>H<sub>42</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>
4. 試験方法：日本薬局方 (JP) に準じる。
5. 本品を乾燥したものを定量するとき、P092 マレイン酸塩 99%以上含む。
6. 性状：本品は白色の粉末である。本品はメタノールに溶けやすく水およびエタノールにやや溶けにくい。本品は吸湿性が強い。
7. 確認試験：本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の KBr 錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
8. 確認試験：本品 0.10g をメタノール 3mL に溶かし試料溶液とする。別にマレイン酸 105.3mg を水 10mL に溶かし標準溶液とする。これらの液について薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液および標準溶液 5μL ずつ薄層クロマトグラフィー用薄層板 (Silicagel 70F254) にスポットする。次にジエチルエーテル/メタノール/酢酸/水溶液 (70 : 20 : 7 : 3) を展開溶媒として約 12cm 展開したのち薄層板を風乾する。これに紫外線を照射するとき試料溶液から得た 2 個のスポットのうち 1 個のスポットは標準溶液から得たスポットと同じ程度の濃さでありそれらの R<sub>f</sub> 値は等しい。
9. 確認試験：本品 10~50mg を重ジメチルスルホキシド 0.5~1.0mL に溶かし、NMR 試験管に入れ核磁気共鳴スペクトル測定装置でプロトン及びカーボン NMR を測定する
10. pH：本品 1.0g を新たに煮沸して冷却した水 100mL に溶かした液の pH は 3.5~5.0 である。
11. 純度試験：溶状 本品 1.0g を熱水 20mL に溶かすとき、液は無色わずかな微濁である。
12. 純度試験：塩化物 本品 1.0g をネスラー管にとり、水に溶かし 40mL とする。これに希硝酸 6mL、0.1mol/L 硝酸銀溶液 1mL 及び水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、0.01mol/L 塩酸 0.28mL に希硝酸 6mL、0.1mol/L 硝酸銀溶液 1mL 及び水を加えて 50mL とする。
13. 純度試験：重金属 本品 1.0g をとり第 3 法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える(20ppm 以下)。
14. 純度試験：類縁物質  
本品を減圧デシケータ (シリカゲル) で 60℃、24 時間以上乾燥し、その約 10mg をアセトニトリル 1 容量と水 1 容量を混合した溶液 20mL に溶かし試料溶液とする。  
この液 1mL を正確に取りアセトニトリル 1 容量と水 1 容量を混合した溶液を加えて正確に 100mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10μL ずつを正確に取り、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき試料溶液の P092 以外のピークの合計面積は標準溶液の P092 のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、移動相および流量は P092 の試験条件を準用する。

面積測定範囲：P092の保持時間の2.5倍

システム適合性試験

システムの性能及びシステムの再現性はP092のシステム適合性を準用する。

15. 水分：10%以下 (0.1g、メタノール、容量滴定法)

16. 強熱残分：0.1%以下 (1.0g)

17. 定量法

本品及びP092標準品を減圧デシケータ（シリカゲル）で60℃、24時間以上乾燥し、その約40mgずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、アセトニトリル1容量と水1容量を混合した溶液、100mLに溶かし試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLにつき次の条件で高速液体クロマトグラフィーにより試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するP092のピーク面積の比QT及びQSを求める。

$$P092 \text{ の量 (mg) } = MS \times QT/QS$$

MS：P092標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液：パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル1容量と水1容量の混合溶液 (5→1000)

試験条件

検出器：紫外可視吸光度計 (測定波長：254nm)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル充填カラム

(Inertsil ODS-2、4.6mmI.D.×250mm または同等のカラム)

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：アセトニトリル1000mLにトリフルオロ酢酸2.0mLを加え混ぜる。

移動相B：水1000mLにトリフルオロ酢酸2.0mLを加え混ぜる。

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分間の直線グラジエント法で60：40にし、その後30分間保つ。

流量：本品の保持時間が約15分になるように調整する。試料溶液注入量：5μL

分析時間：50分間

システム適合性

システムの適合性

標準溶液2μLにつき、上記の条件で操作するとき、P092、内標準物質の順に溶出しその分離度は6以上である。

システムの再現性

標準溶液5μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するP092のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

18. 非水滴定：本品を減圧デシケータ（シリカゲル）で60℃、24時間以上乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸25mLに溶かした後、アセトニトリル25mLを加えてよく混ぜる。0.1mol/L過塩素酸・酢酸溶液で電位差滴定を行う。同様の方法で空試験を行い、補正する。




0.1mol/L過塩素酸 1ml=36.742mg O31H42N4O2・2C4H4O4

20. 融点：USPに準拠 (USP<741>Apparatus II 相当)

# 試験成績書

**SEKISUI** 積水メディカル株式会社  
東京都中央区日本橋三丁目13番5号  
TEL: 03-3272-0671

品名	P092・2マレイン酸塩		
準拠規格	社内規格	試験成績書発行日	2015年01月05日
ロットNo.	KS14001	試験完了日	2014年12月24日
ロットの大きさ	300g	×	1PC

試験項目	規格値	試験結果
外観	白色から微黄色の結晶性粉末	わずかに黄色の結晶性粉末
確認試験		
(1) IR	標準品のスペクトルと同一波数のところに同様の強度の吸収を認める	IR: 適
(2) マレイン酸定性	試料溶液から得られたスポットのうち一つは標準溶液のスポットとRf値及び濃さが同等	(+)
pH	3.5 ~ 5.0	4.0
溶状	無色から微黄色澄明	微黄色澄明
塩化物	0.01% 以下	0.01% 以下
重金属	20ppm 以下	20ppm 以下
ヒ素	2ppm 以下	2ppm 以下
類縁物質	1% 以下 個々の不純物 0.15% 以下	合計 0.3% 最大 0.11%
残留溶媒		
エタノール	5000ppm 以下	2066ppm
THF	720ppm 以下	153ppm
トルエン	890ppm 以下	N.D.
ジクロロメタン	600ppm 以下	N.D.
C PME	5000ppm 以下	N.D.
酢酸エチル	5000ppm 以下	N.D.
1 P E	5000ppm 以下	N.D.
水分	10% 以下	0.3%
強熱残分	0.1% 以下	0.01%
定量	98 ~ 102%	99.6%
エンドトキシン	0.5EU/mg 以下	0.5EU/mg 未満
微生物試験		
(1) 細菌数	50 個/g 以下	50 個/g 以下
(2) 真菌数	10 個/g 以下	10 個/g 以下
(3) 大腸菌	陰性	陰性
判定	合格	
		出荷判定 責任者
		品質管理 責任者
		試験 担当者
		  

P092・2マレイン酸塩 残留溶媒測定

解析日 2014/12/12

P092・2マレイン酸塩

ロットNo. KS14001

システム適合性(暫定)

再現性	エタノール	ジクロロメタン	IPE	酢酸エチル	THF	CPME	トルエン
n=1	√122018	√81127	√1275445	√214832	√436658	√316090	√260777
n=2	√121871	√81686	√1296364	√216993	√442046	√318620	√259242
n=3	√121059	√80728	√1281632	√214647	√437319	√315450	√258251
n=4	√119994	√80391	√1272904	√213087	√435283	√312186	√255331
n=5	√117435	√78036	√1223599	√206416	√421124	√303531	√250351
n=6	√115771	√77168	√1216968	√204045	√419095	√298466	√244029
平均	119691.3	79856.0	1261152.0	211670.0	431920.8	310723.8	254663.5
SD	2552.9	1819.2	32754.1	5195.1	9449.6	7970	6377.2
RSD(%)	2.13	2.27	2.59	2.45	2.18	2.56	2.50
n=7	√119732	√79668	√1265092	√212069	√432354	√312221	√256736
回収率(%)	100.03	99.76	100.31	100.18	100.1	100.48	100.81

≤5%

検出の確認(暫定)

	エタノール	ジクロロメタン	IPE	酢酸エチル	THF	CPME	トルエン
100ppm相当	√11073	√8284	√120913	√20642	√41086	√30596	√26229
8~12%	9.2	10.3	9.5	9.7	9.5	9.7	10.2

	エタノール	ジクロロメタン	IPE	酢酸エチル	THF	CPME	トルエン
秤量値	√0.5036	√0.5099	√0.5051	√0.5033	√0.506	√0.5036	√0.5072
Rt	√6.68	√6.42	√9.78	√10.72	√11.08	√13.99	√14.24
mR(g/mL)	0.00010072	0.00010198	0.00010102	0.00010066	0.00010120	0.00010072	0.00010144
PAR n=1	122018	81127	1275445	214832	436658	316090	260777
PAR n=2	121871	81686	1296364	216993	442046	318620	259242
PAR n=3	121059	80728	1281632	214647	437319	315450	258251
PAR Ave	121649.33	81180.333	1284480.3	215490.67	438674.33	316720	259423.33

試料No. KS14001	秤量g n=1	√0.5047	秤量g n=2	√0.494			
	エタノール	ジクロロメタン	IPE	酢酸エチル	THF	CPME	トルエン
mT(g/mL)	0.10094						
PAT n=1	√245221	0	0	0	√65050	0	0
C(ppm)	2011.4	0	0	0	148.6	0	0
mT(g/mL)	0.0988						
PAT n=2	√253154	0	0	0	√67429	0	0
C(ppm)	2121.4	0.0	0.0	0.0	157.4	0.0	0.0
Ave	2066	0	0	0	153	0	0

試料No. KS14001 +比較液	秤量g n=1	√0.5028					
	エタノール	ジクロロメタン	IPE	酢酸エチル	THF	CPME	トルエン
mT(g/mL)	0.10056						
PAT n=1	√393753	√82886	√1384607	√227312	√517940	√332857	√273478
C(ppm)	3242	1035	1083	1056	1188	1053	1063
回収率(%)	118	104	108	106	104	105	106

回収率 = (添加溶媒含量 - 試料溶媒含量) / 1000 × 100

計算式 C(ppm) = PAT × mR × F / PAR / mT

PAT = 試料溶液液中の残留溶媒のピークエリア

mR = 参照溶液中の残留溶媒の質量(g/mL)

F = 変換係数 μg/g(ppm) : 10<sup>6</sup>

PAR = 参照溶液中の残留溶媒のピークエリア

mT = 試料溶液液中の質量(g/mL)

装置: HSGi No. CG-6

カラム: DB-624(J&W) No. US9261812H

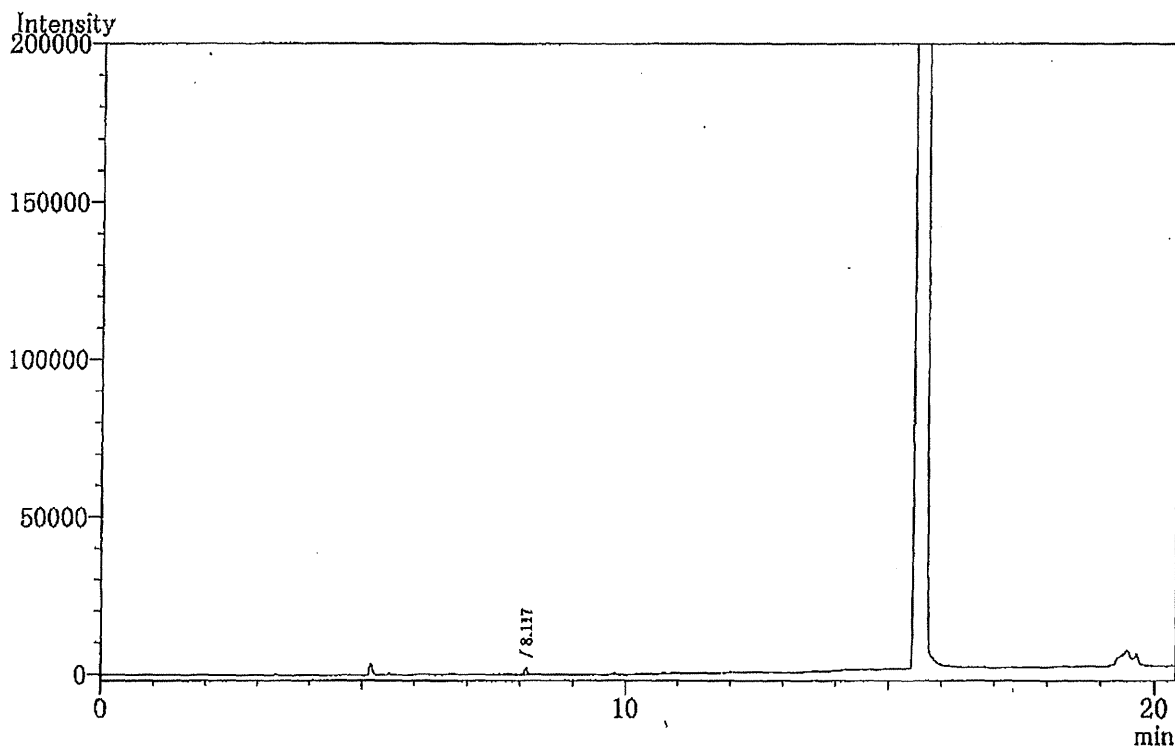
(Fused Silica, φ0.32 × 60m, 6% cyanopropylphenyl and 94% methylpolysiloxane)



P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 18:03:45  
 分析者 : somazawa  
 サンプル番号 : 1  
 サンプル名 : ブランク  
 サンプルID : ブランク n=1  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥001  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141



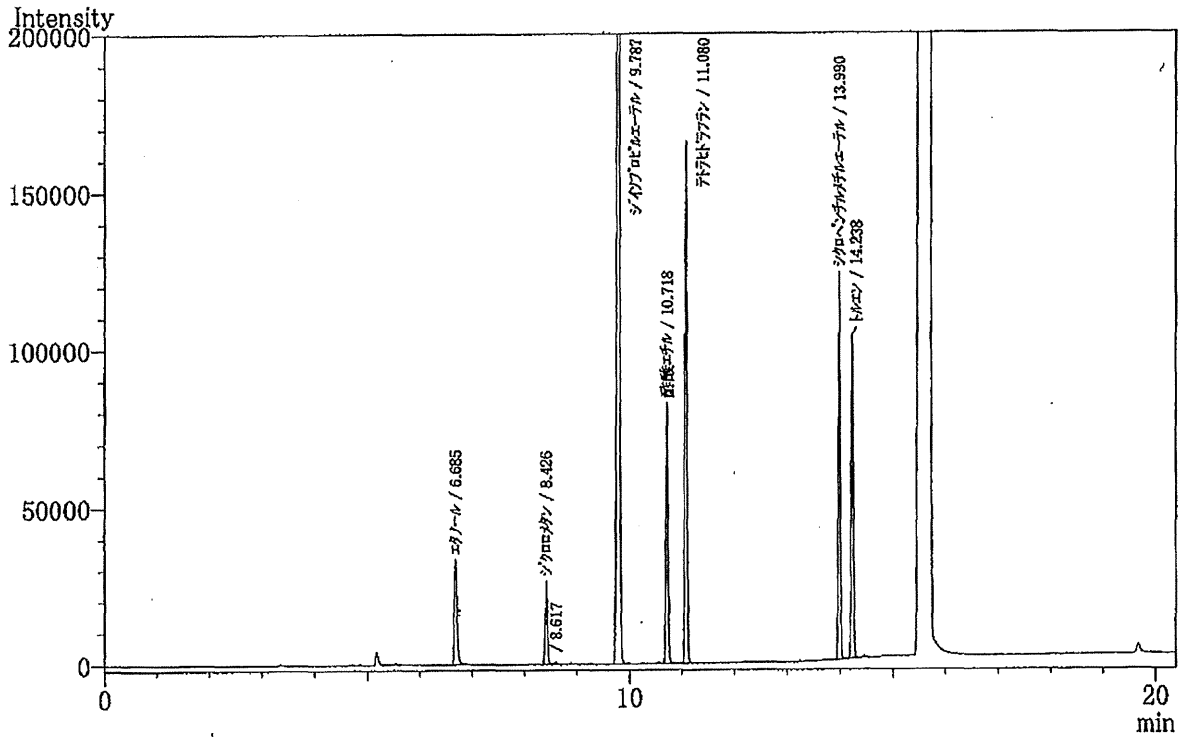
ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	8.117	6594	1906		
合計		6594	1906		



P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 18:39:48  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 2  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認(1000ppm相当) n=1  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\¥Documents and Settings¥Administrator¥My Documents¥P092・2マレイン酸塩¥141211¥002  
 メソッドファイル : C:\¥Documents and Settings¥Administrator¥My Documents¥P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

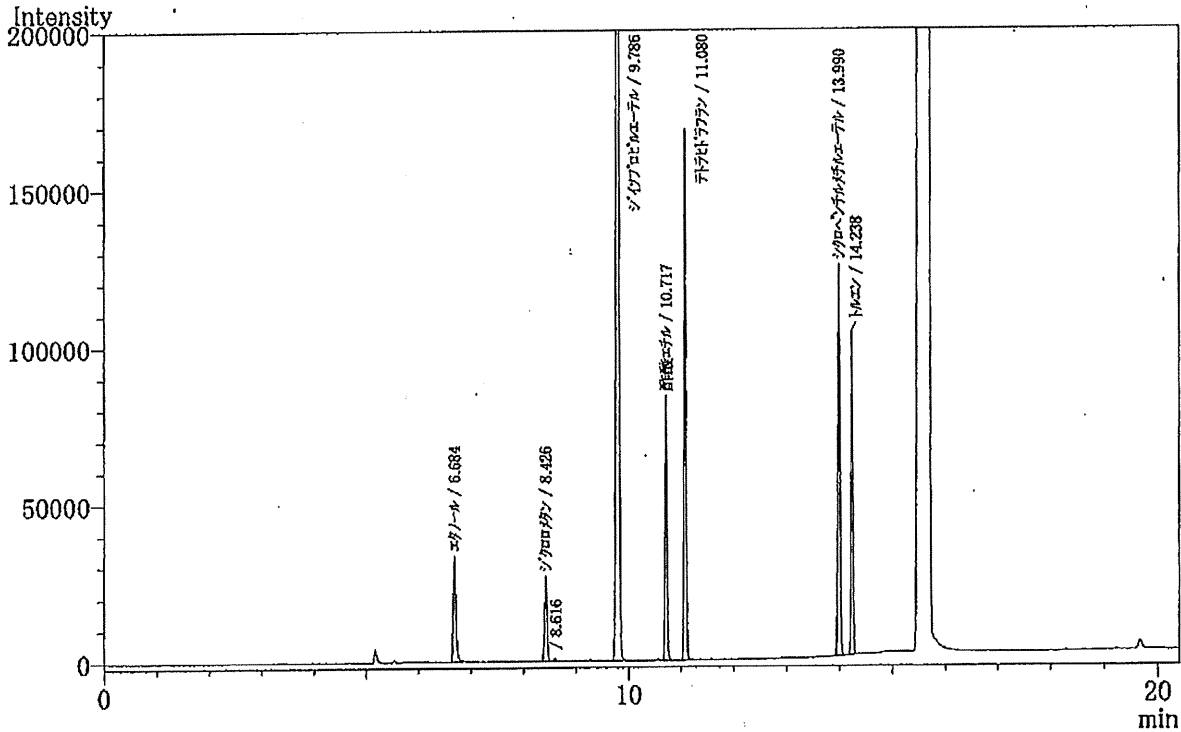


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.685	✓ 122018	33301		1	エタノール
2	8.426	/ 81127	26131		4	シクロメタン
3	8.617	2601	508	V		
4	9.787	✓ 1275445	369835		7	シイソプロピルエーテル
5	10.718	✓ 214832	81989		6	酢酸エチル
6	11.080	✓ 436658	161175		2	テトラヒドロフラン
7	13.990	✓ 316090	121696		5	シクロヘンチルメチルエーテ
8	14.238	✓ 260777	101414	V	3	トルエン
合計		2709548	896049			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 19:15:48  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 3  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認(1000ppm相当) n=2  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥003  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141



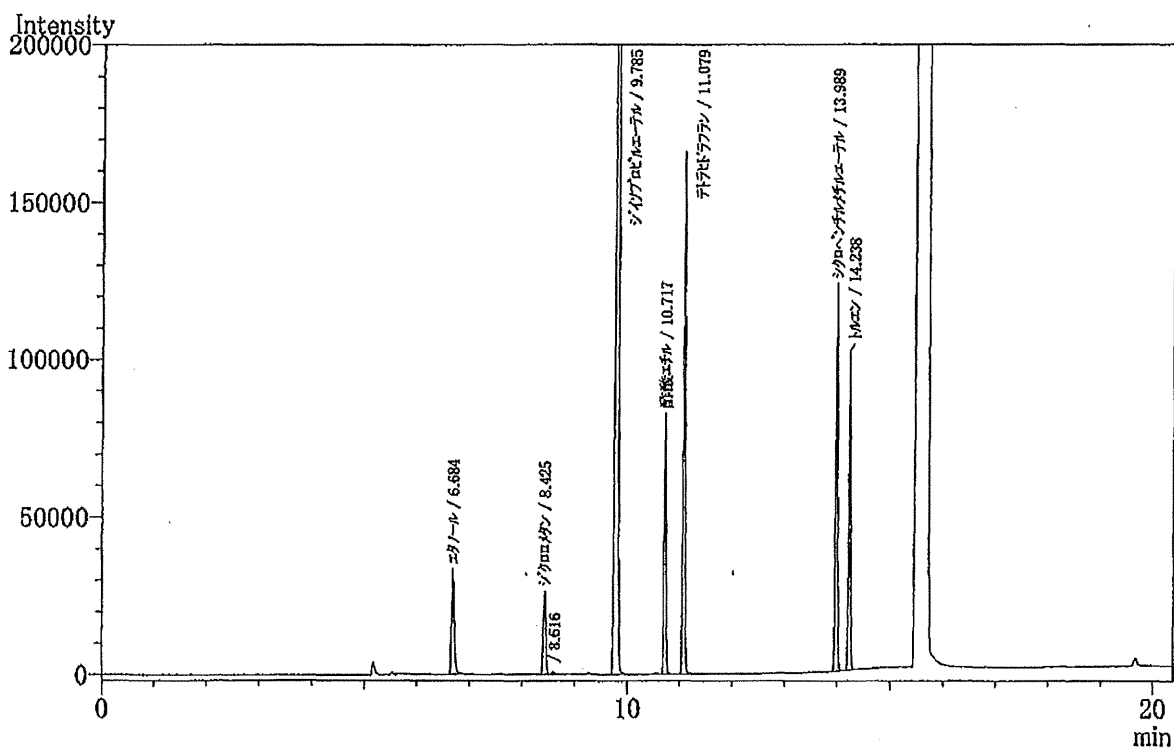
ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.684	✓121871	33351		1	エタノール
2	8.426	✓ 81686	26358		4	シクロメタン
3	8.616	2632	495	V		
4	9.786	✓1296364	376124		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.717	✓216993	83090		6	酢酸エチル
6	11.080	✓ 442046	164117		2	テトラヒドロフラン
7	13.990	✓ 318620	122537		5	シクロヘンチルメチルエーテ
8	14.238	✓259242	101112	V	3	トルエン
合計		2739454	907184			



P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 19:51:49  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 4  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認(1000ppm相当) n=3  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥004  
 ソフトファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

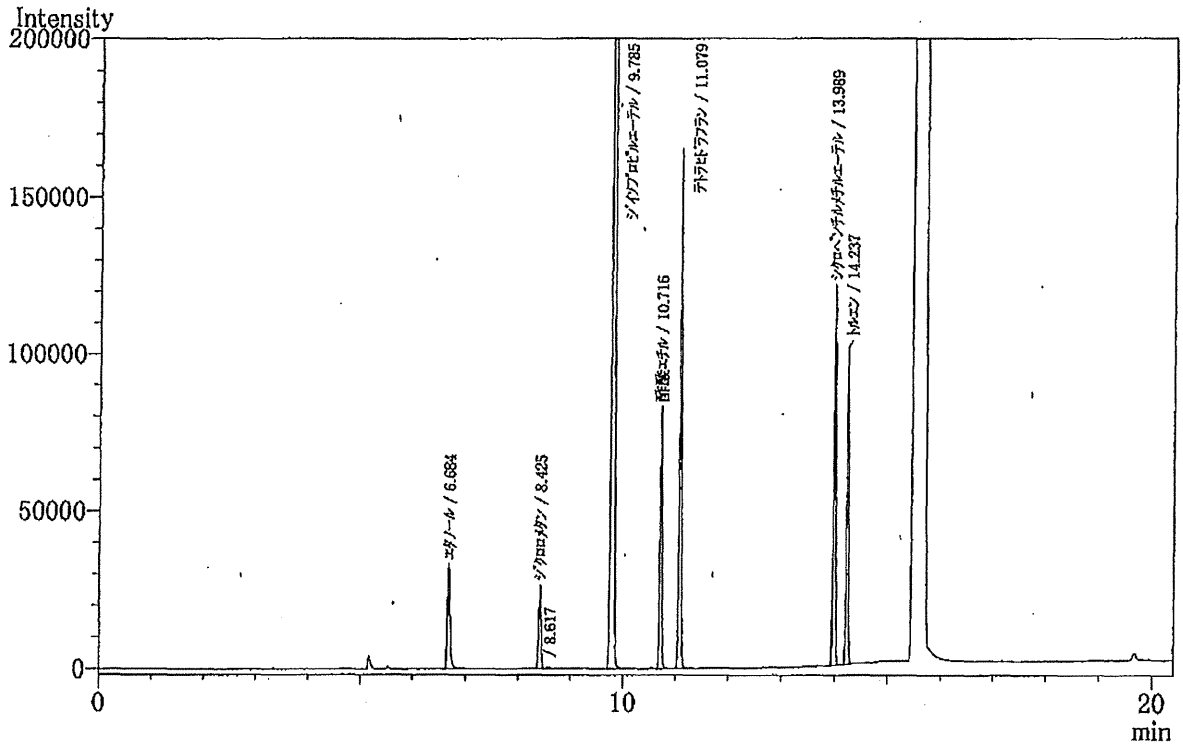


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.684	✓ 121059	33256		1	エタノール
2	8.425	✓ 80728	25854		4	シクロメタン
3	8.616	2681	492	V		
4	9.785	✓ 1281632	367196		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.717	✓ 214647	82027		6	酢酸エチル
6	11.079	✓ 437319	162475		2	テトラヒドロフラン
7	13.989	✓ 315450	122070		5	シクロペンチルメチルエーラ
8	14.238	✓ 258251	99897		3	トルエン
合計		2711767	893267			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 20:27:49  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 5  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認 (1000ppm相当) n=4  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥005  
 ソフトファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

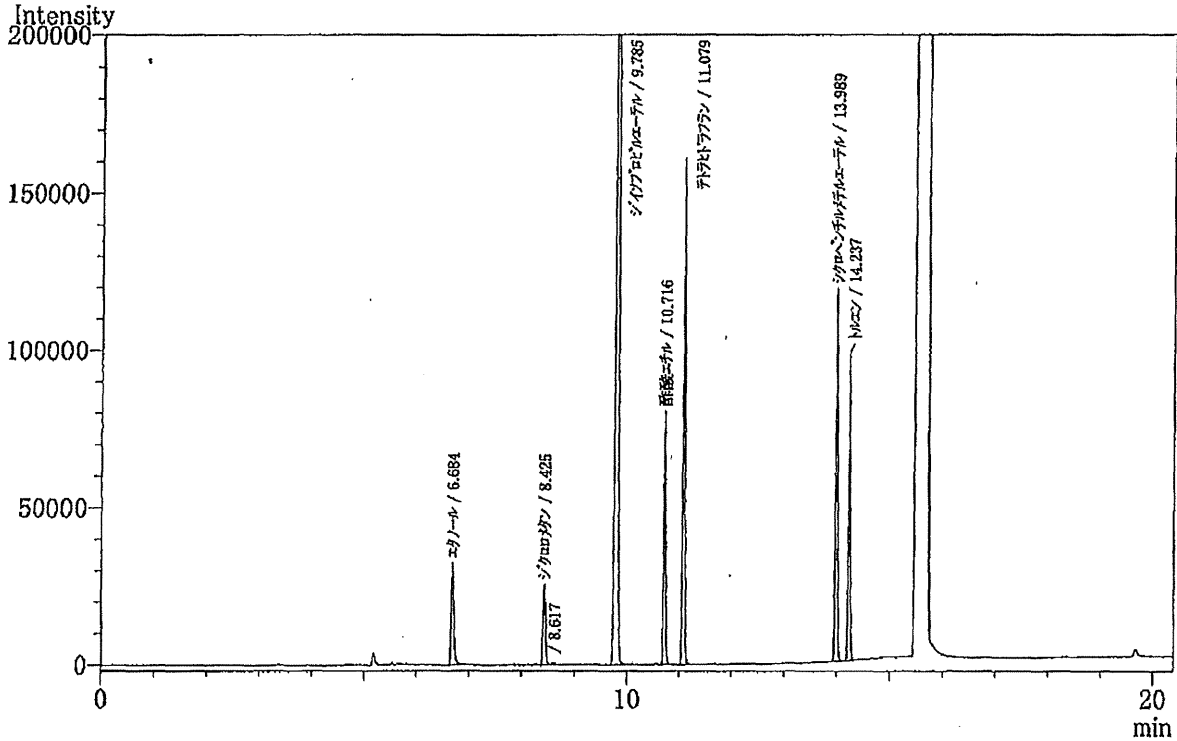


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.684	✓ 119994	32875		1	エタノール
2	8.425	✓ 80391	25742		4	ジクロロメタン
3	8.617	2656	484	V		
4	9.785	✓ 1272904	363866		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.716	✓ 213087	82001		6	酢酸エチル
6	11.079	✓ 435283	162317		2	テトラヒドロフラン
7	13.989	✓ 312186	119829		5	シクロヘンチルメチルエーテ
8	14.237	✓ 255331	99510		3	トルエン
合計		2691832	886624			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 21:03:48  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 6  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認(1000ppm相当) n=5  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥006  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

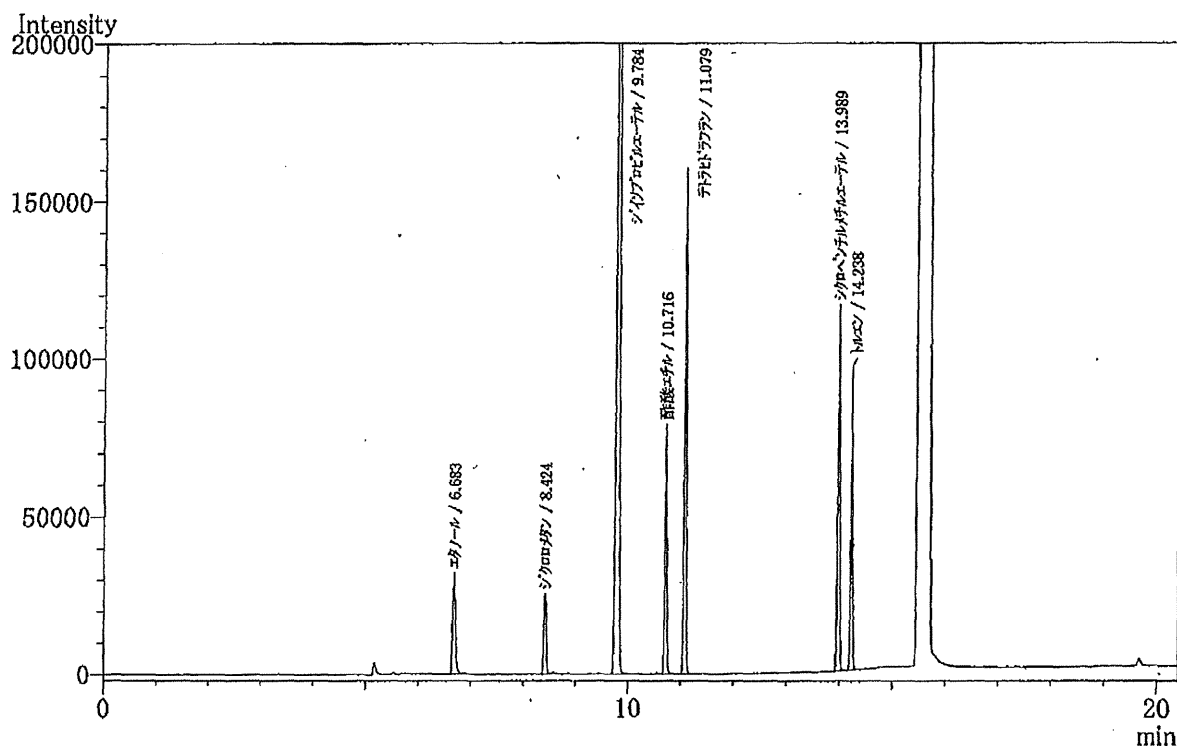


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.684	√ 117435	32196		1	エタノール
2	8.425	√ 78036	24960		4	シクロメタン
3	8.617	2589	468	V		
4	9.785	√ 1223599	350498		7	シイソプロピルエーテル
5	10.716	√ 206416	79567		6	酢酸エチル
6	11.079	√ 421124	158029		2	テトラヒドロフラン
7	13.989	√ 303531	117405		5	シクロヘンチルメチルエーテ
8	14.237	√ 250351	97217		3	トルエン
合計		2603081	860340			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 21:39:48  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 7  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認(1000ppm相当) n=6  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥007  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

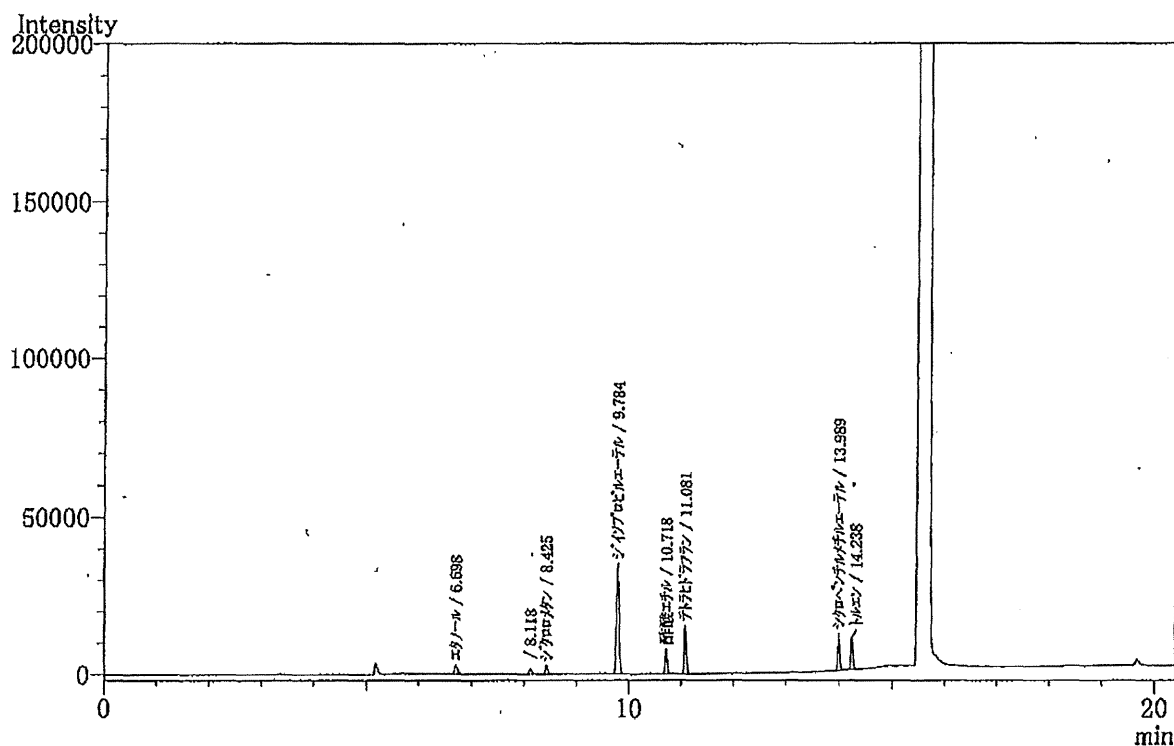


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.683	✓ 115771	31765		1	エタノール
2	8.424	✓ 77168	25021		4	シクロメタン
3	9.784	✓ 1216968	349484		7	シイソプロピルエーテル
4	10.716	✓ 204045	77937		6	酢酸エチル
5	11.079	✓ 419095	157873		2	テトラヒドロフラン
6	13.989	✓ 298466	114686		5	シクロヘンチルメチルエーテル
7	14.238	✓ 244029	95201	V	3	トルエン
合計		2576542	851967			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 22:15:48  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 8  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 検出確認(100ppm相当)  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥008  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

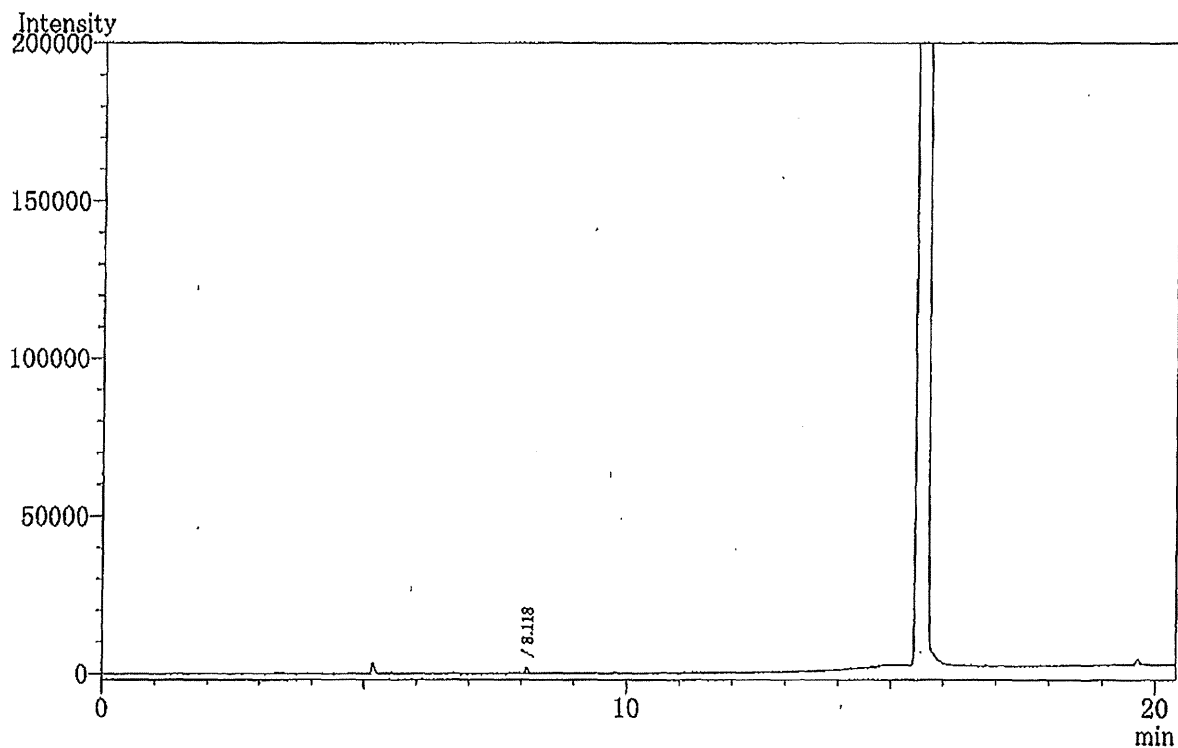


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	✓ 6.698	✓ 11073	2801	1	エタノール
2	8.118	5853	1691		
3	✓ 8.425	✓ 8284	2631	4	ジクロロメタン
4	✓ 9.784	✓ 120913	34367	7	ジイソプロピルエーテル
5	✓ 10.718	✓ 20642	7672	6	酢酸エチル
6	✓ 11.081	✓ 41086	14747	2	テトラヒドロフラン
7	✓ 13.989	✓ 30596	11579	5	シクロヘンチルメチルエーテル
8	✓ 14.238	✓ 26229	9973	3	トルエン
合計		264676	85461		

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 22:51:48  
分析者 : somazawa  
バイアル番号 : 9  
サンプル名 : ブランク  
サンプルID : ブランク n=2  
サンプルタイプ : 未知  
注入量 : 0.05  
内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥009  
メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

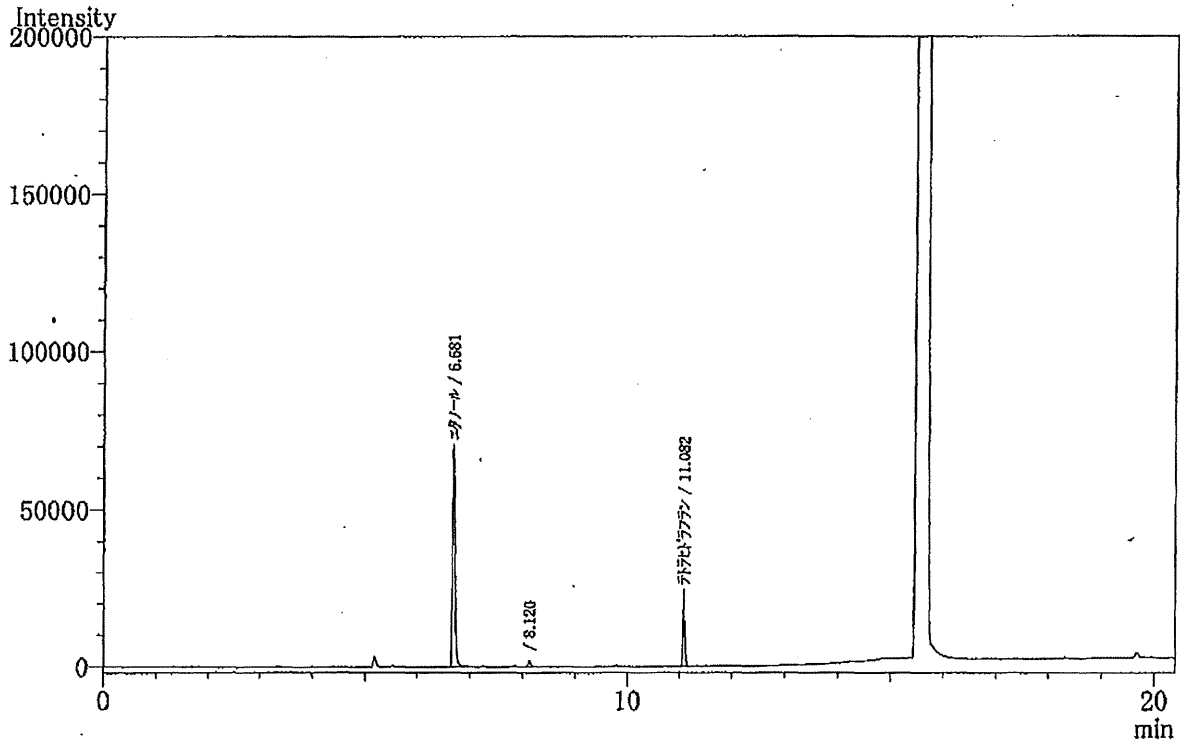


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	8.118	6418	1856		
合計		6418	1856		

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/11 23:27:48  
 分析者 : somazawa  
 ハイアル番号 : 10  
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩  
 サンプルID : No.KS14001 n=1  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥010  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

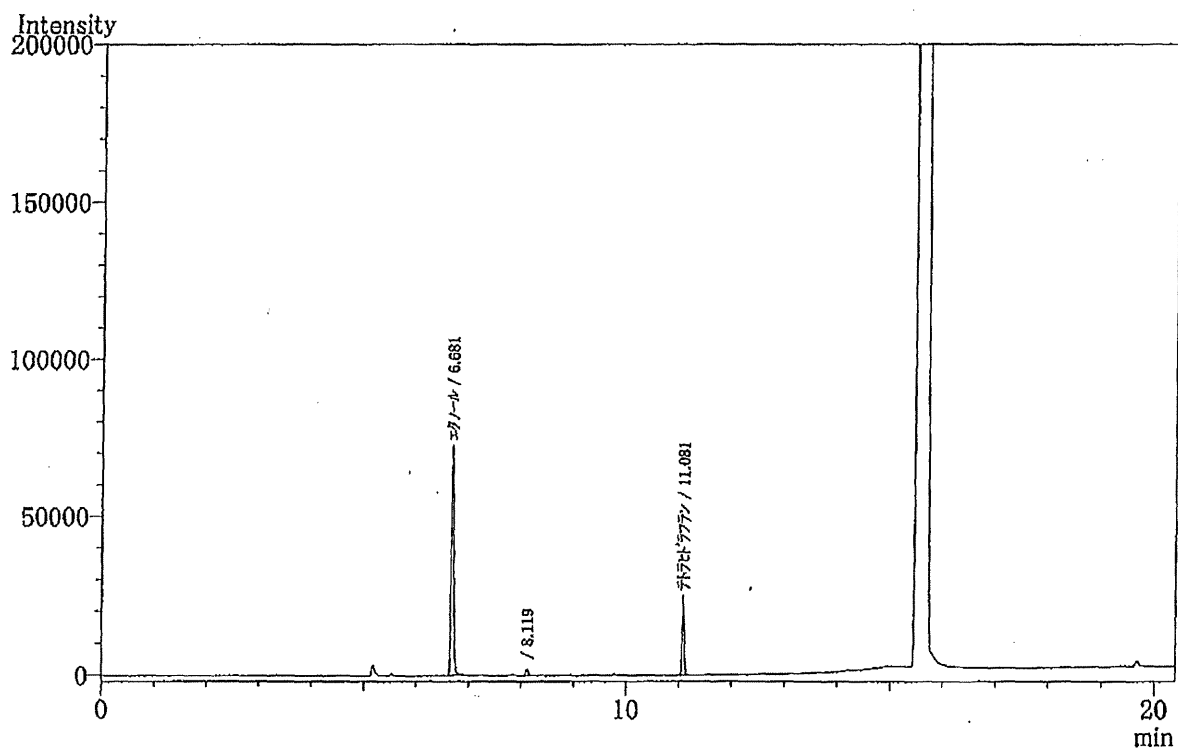


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.681	✓ 245221	69376		1	エタノール
2	8.120	6520	1861			
3	11.082	✓ 65050	23633		2	テトラヒドロフラン
合計		316791	94870			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/12 0:03:48  
 分析者 : somazawa  
 ハイアル番号 : 11  
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩  
 サンプルID : No.KS14001 n=2  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥011  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141



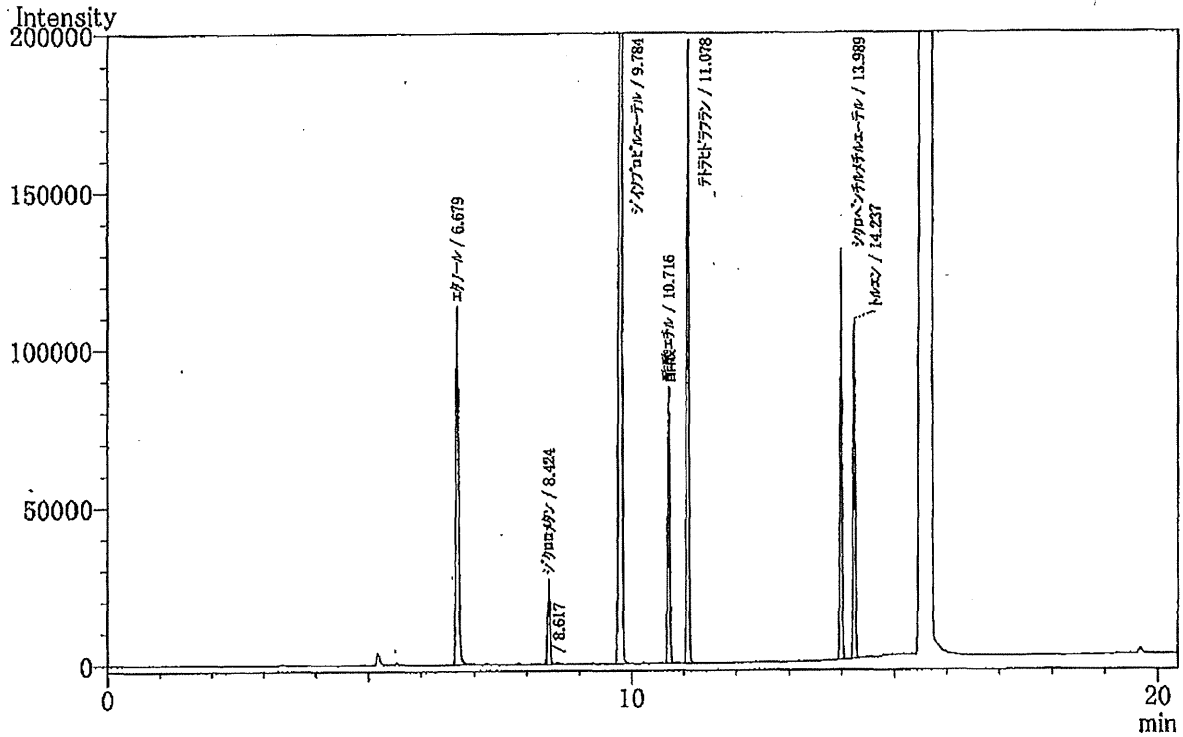
ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	6.681	✓ 253154	71326	1	エタノール
2	8.119	6759	1935		
3	11.081	✓ 67429	24261	2	テトラヒドロフラン
合計		327342	97522		



P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/12 0:39:49  
 分析者 : somazawa  
 ハイアル番号 : 12  
 サンプル名 : 添加回収確認  
 サンプルID : KS14001+1000ppm相当  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥012  
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141

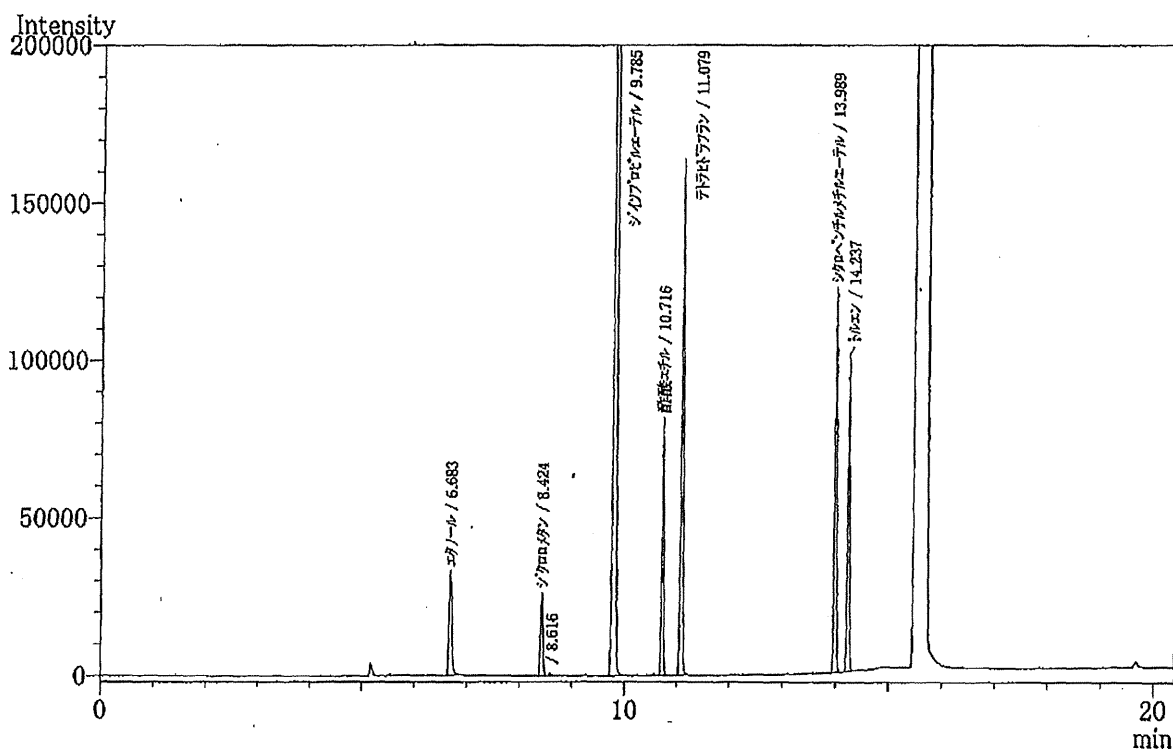


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.679	✓ 393753	112587		1	エタノール
2	8.424	✓ 82886	26679		4	ジクロロメタン
3	8.617	2822	508	V		
4	9.784	✓ 1384607	400833		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.716	✓ 227312	86494		6	酢酸エチル
6	11.078	✓ 517940	195547		2	テトラヒドロフラン
7	13.989	✓ 332857	129048		5	シクロヘンチルメチルエーテル
8	14.237	✓ 273478	106750		3	トルエン
合計		3215655	1058446			

P092・2マレイン酸塩  
残留溶媒

分析日時 : 2014/12/12 1:15:49  
 分析者 : somazawa  
 バイアル番号 : 13  
 サンプル名 : システム確認  
 サンプルID : 再現性の確認(1000ppm相当) n=7  
 サンプルタイプ : 未知  
 注入量 : 0.05  
 内標量 :

データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥013  
 マットファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥141211¥141



ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.683	✓ 119732	32823		1	エタノール
2	8.424	✓ 79668	25507		4	シクロメタン
3	8.616	2686	487	V		
4	9.785	✓ 1265092	362744		7	シイソプロピルエーテル
5	10.716	✓ 212069	80887		6	酢酸エチル
6	11.079	✓ 432354	161084		2	テトラヒドロフラン
7	13.989	✓ 312221	120773		5	シクロヘンチルメチルエーテル
8	14.237	✓ 256736	99662		3	トルエン
合計		2680558	883967			

メソッド

<分析ライン 1>

[オートサンブラ Turbo Matrix HS]

ヘットスペースモード : コンスタント  
注入モード : 時間  
注入時間 : 0.05 min  
ゾーン温度設定 : O/N/T  
オープン温度 : 100 °C  
ニードル温度 : 110 °C  
トランスファー温度 : 120 °C  
バイアルヘンディング : ON  
保温時間 : 30 min  
加圧時間 : 0.5 min  
引き抜き時間 : 0.5 min  
GCサイクル時間 : 36 min  
HSキャリアガス圧力 : 270.0 kPa

[試料気化室 HSSPL]

注入モード : スプリット  
気化室温度 : 200.0 °C  
キャリアガス : He  
制御モード : 圧力  
圧力 : 131.6 kPa  
全流量 : 10.5 mL/min  
カラム流量 : 2.50 mL/min  
線速度 : 32.1 cm/sec  
パーズ流量 : 3.0 mL/min  
スプリット比 : 2.0  
高压注入 : OFF  
キャリアガスセーブ : OFF  
スプリット比保持 : OFF

[カラムオープン]

カラム温度 : 40.0 °C  
平衡時間 : 2.0 min

=カラムオープン温度プログラム=

合計時間	レート(°C/min)	温度(°C)	ホールド時間(min)
		40.0	5.00
1	12.0	100.0	0.10
2	35.0	250.0	6.00

[カラム情報]

カラム名称 : DB-624  
シリアル番号 : US9261812H  
液相の膜厚 : 1.80 μm  
長さ : 60.0 m  
内径 : 0.32 mm ID  
カラム上限温度 : 260 °C  
取付け日 : 2009/11/04

[検出器 チャンネル 1 FID1]

検出器温度 : 260.0 °C  
検出器信号を採取する : する  
サンプリングレート : 40 msec  
終了時間 : 20.39 min  
遅れ時間 : 0.00 min  
差分信号の検出器 : なし  
メイクアップガス : N2/Air  
メイクアップ流量 : 40.0 mL/min  
H2流量 : 40.0 mL/min  
Air流量 : 400.0 mL/min

[全般]

< Readyチェック 温調 >



カラムオープン : する  
 HSSPL : する  
 FID1 : する  
 < Readyチェック 検出器(FTD) >  
 < Readyチェック ヘースライントリフト >  
 FID1 : しない  
 < Readyチェック 気化室流量 >  
 HSSPL キャリア : する  
 HSSPL ハーシ : する  
 < Readyチェック 追加フロー >  
 < Readyチェック 検出器用APC >  
 FID1 メイクアップ : する  
 FID1 H2 : する  
 FID1 Air : する  
 外部信号の待機 : しない  
 自動点火 : する  
 自動消火 : する  
 自動再点火 : する  
 Ready後に自動ゼロ補正 : する

[波形処理パラメータ - チャンネル 1]

Width	: 5 sec	Slope	: 10000 $\mu$ V/min
Drift	: 0 $\mu$ V/min	T.DBL	: 0 min
Min.Area/Height	: 0 カウント		

=波形処理タイムプログラム=

有効	時間(min)	処理命令	値
1 [Yes]	0.030	Integration Off	*****
2 [Yes]	5.826	Integration On	*****
3 [Yes]	14.981	Integration Off	*****
4 [Yes]	20.301	Integration On	*****

[定量処理パラメータ - チャンネル 1]

=定量処理パラメータ=

定量計算法	: 外部標準法	最大レベル数	: 1
使用データ	: 面積	原点通過	: 通さない
検量線の種類	: 直線	濃度単位	: ppm
重み付け	: なし		

=同定パラメータ=

ウインドウ/バンド	: バンド	ウインドウ	: ---
バンド幅	: 0.01 min	同定方法	: 絶対保持時間
同定ピーク選択	: 最接近ピーク	グルーピング	: 使用しない
保持時間自動修正	: 変更なし		

[化合物テーブル - チャンネル 1]

ID#	化合物名	タイプ	保持時間	濃度1	単位
1	エタノール	ターゲット	6.688	1.000	
2	テトラヒドロフラン	ターゲット	11.084	1.000	
3	トルエン	ターゲット	14.242	1.000	
4	ジクロロメタン	ターゲット	8.429	1.000	
5	シクロヘンチルメチルエーテ	ターゲット	13.994	1.000	
6	酢酸エチル	ターゲット	10.721	1.000	
7	ジイソプロピルエーテル	ターゲット	9.790	1.000	

[カラムパフォーマンスパラメータ - チャンネル 1]

計算方法	: USP	カラム長さ	: 30 mm
デットタイム	: 最初のピークの保持時間	時間指定	: ---
同定ピークのみ計算	: OFF		