

一覧 No.1 [C:\Users\PCUser\Document...¥2014_12_17¥]

測定日	時間	SNo.	MNo.	コテ	分析名	IDコード	試料量	初期電位	表示単位	滴定mL	濃度1	単位1
2014/12/17	14:44	46	12	12	P092・2マレイン酸塩	No. KS14001 n=2	0.50210	263.4	mV	13.527	99.5627	%
2014/12/17	14:39	45	12	12	P092・2マレイン酸塩	No. KS14001 n=1	0.50180	191.1	mV	13.522	99.5854	%
2014/12/17	14:35	44	3	3	0.1mol/L過塩素酸 Samp.B.	Sample Blank n=2	0.00000	363.8	mV	0.001	0.0010	ml
2014/12/17	14:28	43	3	3	0.1mol/L過塩素酸 Samp.B.	Sample Blank n=1	0.00000	373.8	mV	0.001	0.0010	ml
2014/12/17	09:54	7	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=4	0.37325	250.4	mV	18.173	1.0057	Fact
2014/12/17	09:49	6	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=3	0.37329	252.1	mV	18.175	1.0057	Fact
2014/12/17	09:44	5	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=2	0.37352	250.1	mV	18.173	1.0064	Fact
2014/12/17	09:39	4	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=1	0.37362	251.8	mV	18.176	1.0065	Fact
2014/12/17	09:26	2	2	2	0.1mol/L過塩素酸 Fact.B.	Factor Blank n=2	0.00000	408.3	mV	0.001	0.0010	ml
2014/12/17	09:23	1	2	2	0.1mol/L過塩素酸 Fact.B.	Factor Blank n=1	0.00000	372.9	mV	0.002	0.0020	ml

- 367 -

LC-P45 U3.10(c)Mettler02

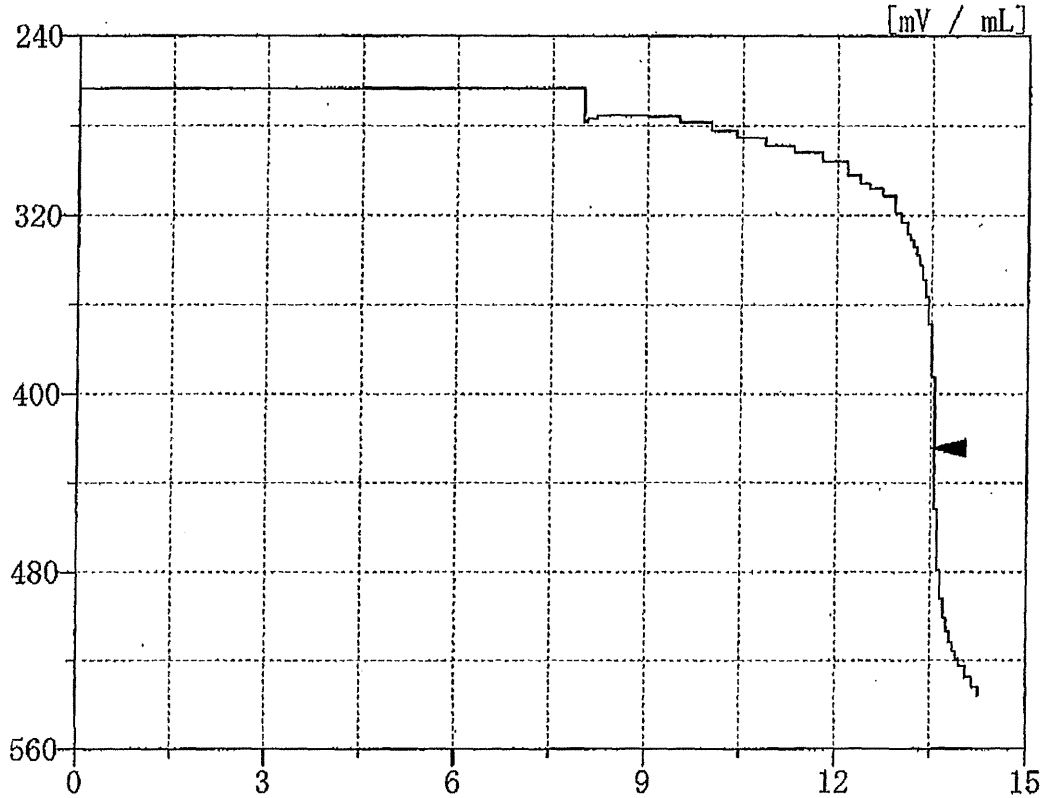
12/17/2014 10:11:31

0.5018 g

0.5021 g



測定日時 2014/12/17 14:44
 分析名 P092・2マレイン酸塩
 TS No. 1
 サンプルNo. 46
 IDコード No. KS14001 n=2
 マスタファイル 12
 コンディション 12



初期mV 263.4 mV
 終点mV 424.5 mV
 滴定mL 13.527 mL
 微分値 850 ΔE/ΔmL
 試料量 0.50210 g
 *濃度 99.5627 %

コンディションNo. 12

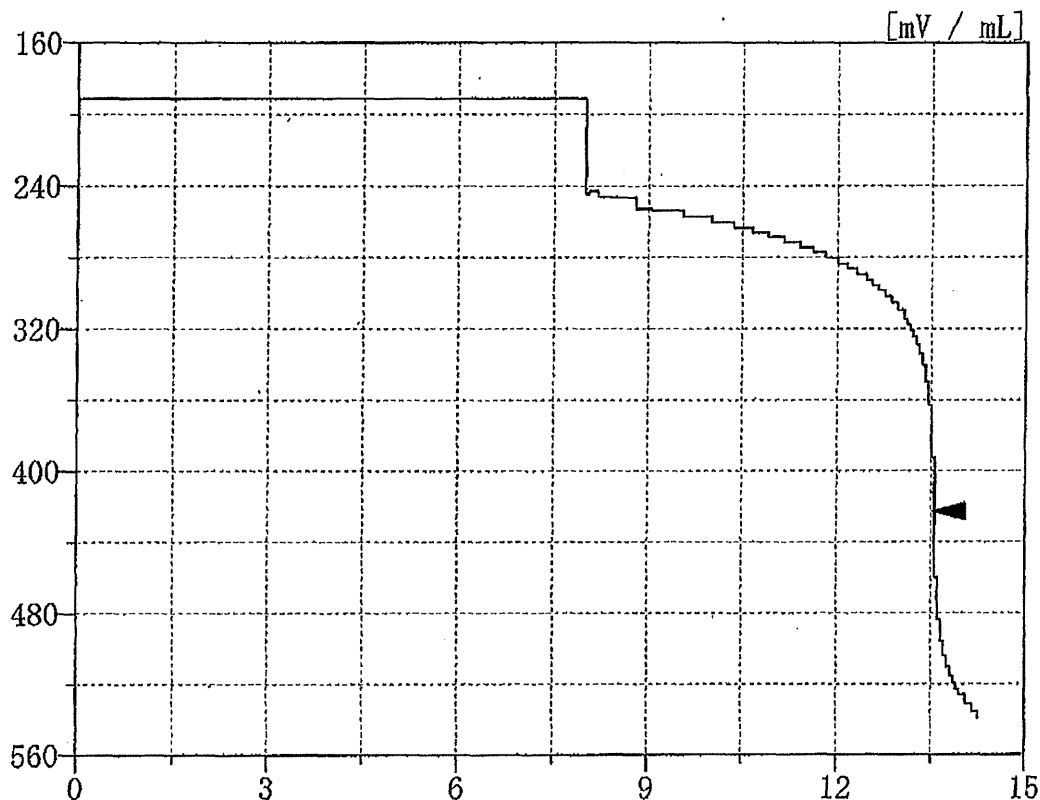
S: 試料量 0.50210 g
 B: ブランクmL 0.0010 mL
 M: 滴定液濃度 0.1000 mol/L
 F: ファクタ 1.00590
 K: 係数1 36.7420
 L: 係数2 0.00000

結果単位 %
 計算式 (D-B)*K*F/(S*10)
 小数点以下桁数 4
 滴定液名 0.1mol/L 過塩素酸
 電極名 GE-101, RE-201
 自動入力先パラメータ 無し

mL	mV	ΔE/ΔmL	mL	mV	ΔE/ΔmL
13.450	368.9	244	13.600	479.2	541
13.500	392.5	472	13.650	492.3	261
13.550	452.2	1193			

==== HIRANUMA COM-1750 ====

測定日時 2014/12/17 14:39
 分析名 P092・2マレイン酸塩
 TS No. 1
 サンプルNo. 45
 IDコード No. KS14001 n=1
 マスタファイル 12
 コンディション 12



初期mV 191.1 mV
 終点mV 423.0 mV
 滴定mL 13.522 mL
 微分値 942 ΔE/ΔmL
 試料量 0.50180 g
 *濃度 99.5854 %

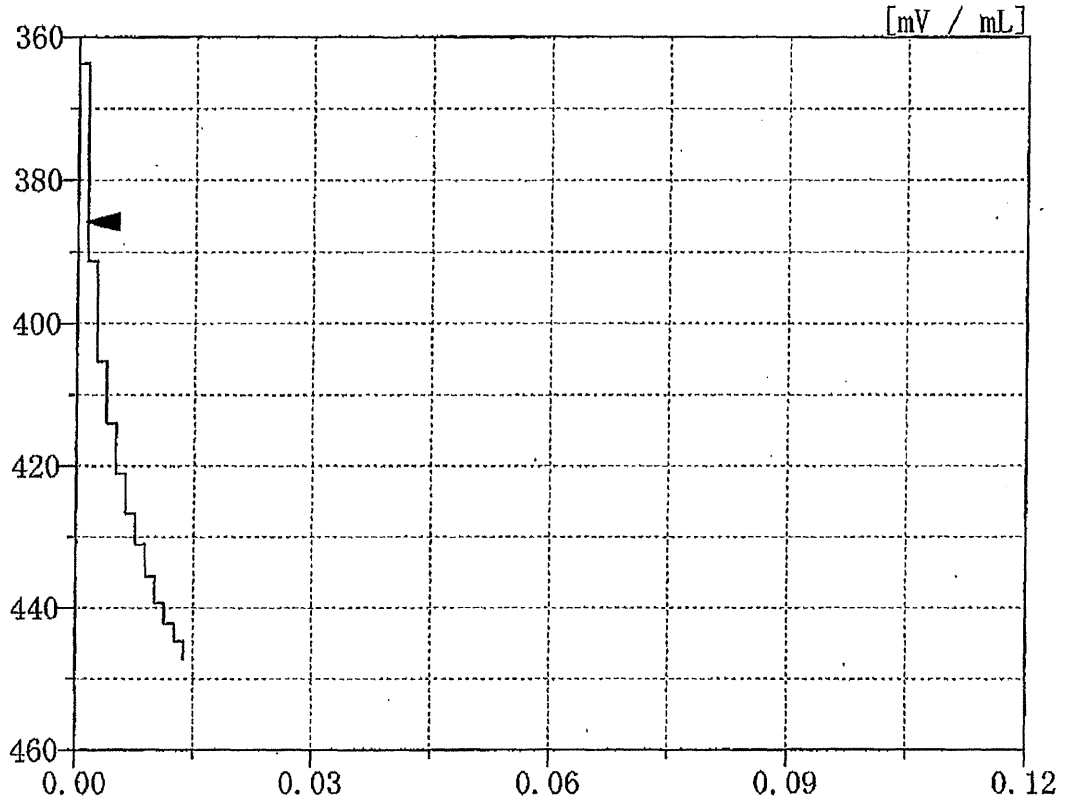
コンディションNo. 12

S:試料量 0.50180 g
 B:ブランクmL 0.0010 mL
 M:滴定液濃度 0.1000 mol/L
 F:ファクタ 1.00590
 K:係数1 36.7420
 L:係数2 0.00000

結果単位 %
 計算式 (D-B)*K*F/(S*10)
 小数点以下桁数 4
 滴定液名 0.1mol/L 過塩素酸
 電極名 GE-101, RE-201
 自動入力先パラメータ 無し

mL	mV	ΔE/ΔmL	mL	mV	ΔE/ΔmL
13.450	363.1	264	13.600	483.9	474
13.500	392.6	590	13.650	496.2	245
13.550	460.2	1351			

測定日時 2014/12/17 14:35
 分析名 0.1mol/L過塩素酸 Samp. B.
 TS No. 1
 サンプルNo. 44
 IDコード Sample Blank n=2
 マスタファイル 3
 コンディション 3



初期mV 363.8 mV
 終点mV 385.9 mV
 滴定mL 0.001 mL
 微分値 22045 $\Delta E / \Delta mL$
 試料量 0.00000 g
 *濃度 0.0010 ml

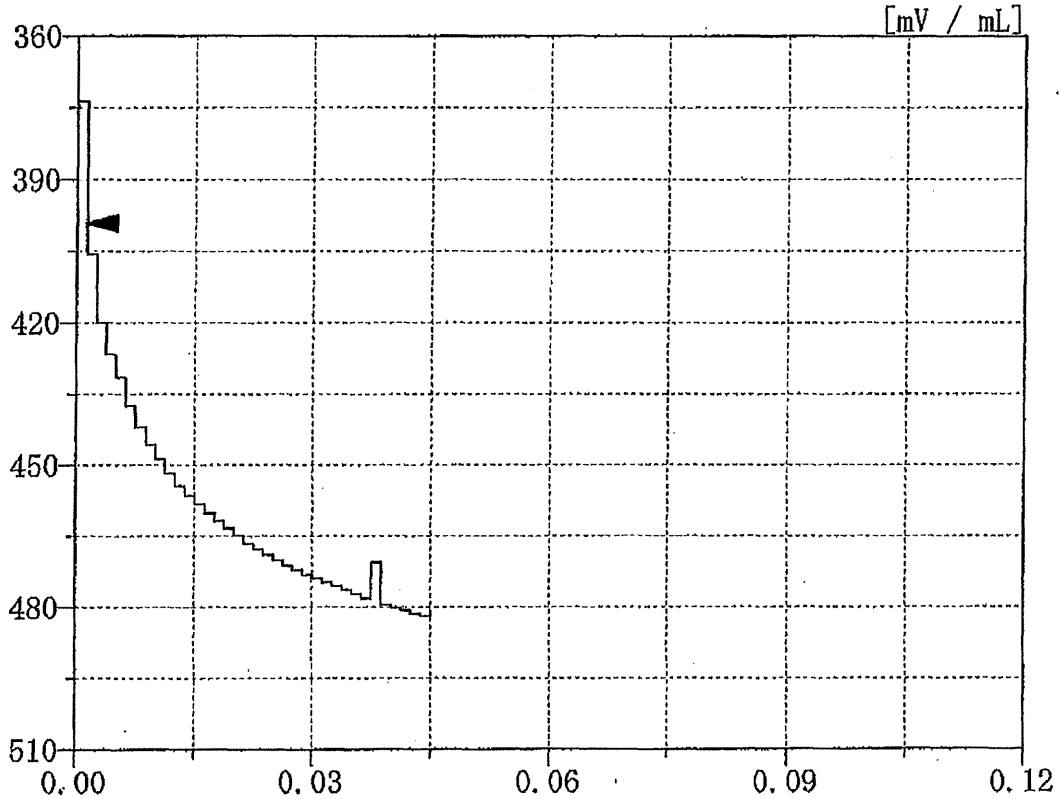
コンディションNo. 3

S:試料量 0.00000 g
 B:ブランクmL 0.0045 mL
 M:滴定液濃度 0.1000 mol/L
 F:ファクタ 1.00450
 K:係数1 0.00000
 L:係数2 0.00000

結果単位 ml
 計算式 D
 小数点以下桁数 4
 滴定液名 0.1mol/L 過塩素酸
 電極名 GE-101, RE-201
 自動入力先パラメータ ブランク
 自動入力先コンスタント No. 4 - No. 50

mL	mV	$\Delta E / \Delta mL$	mL	mV	$\Delta E / \Delta mL$
0.000	363.8	0	0.004	414.0	6910
0.001	391.4	22045	0.005	421.2	5721
0.003	405.4	11197			

測定日時 2014/12/17 14:28
 分析名 0.1mol/L過塩素酸 Samp. B.
 TS No. 1
 サンプルNo. 43
 IDコード Sample Blank n=1
 マスタファイル 3
 コンディション 3



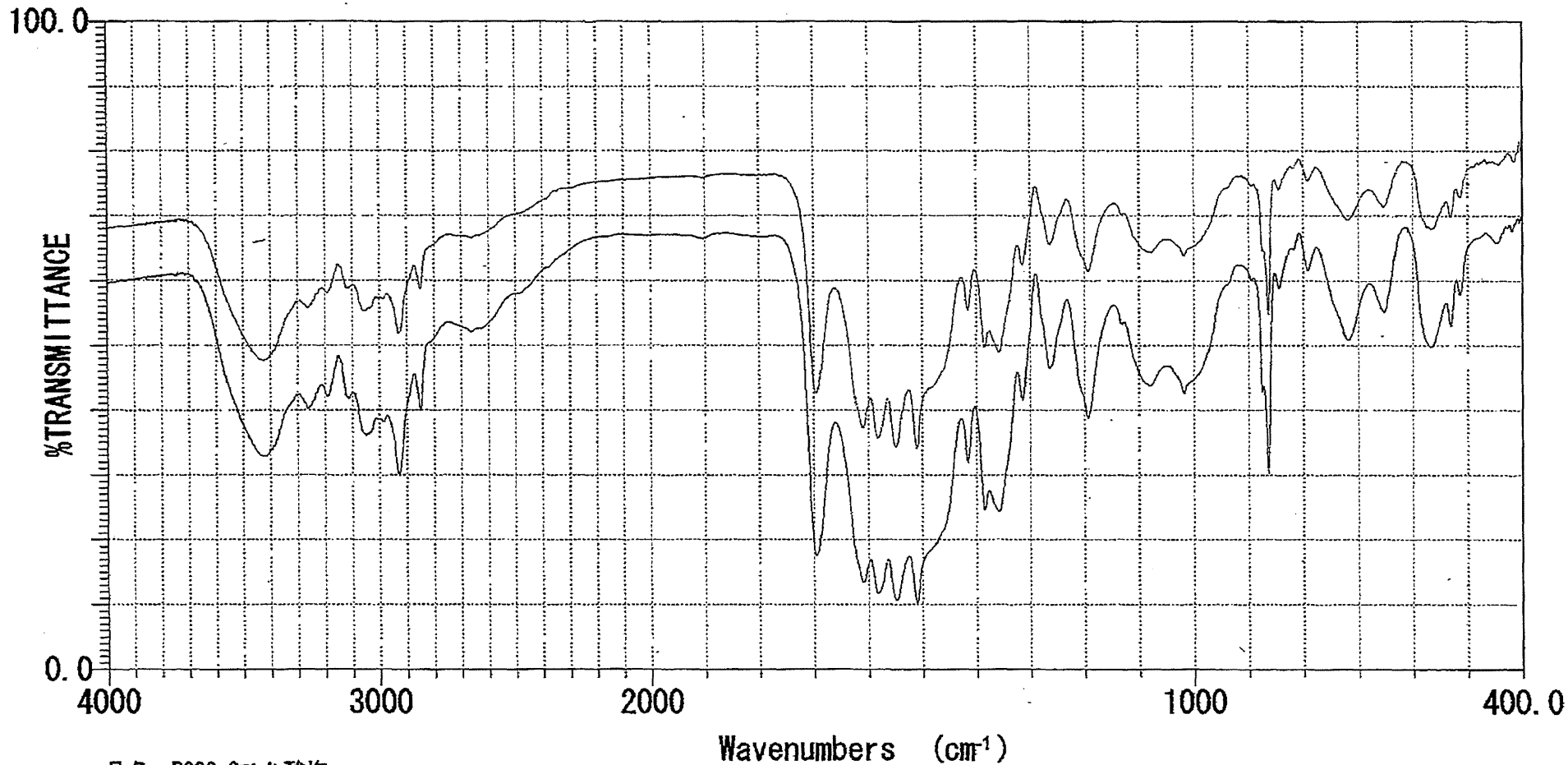
初期mV 373.8 mV
 終点mV 399.2 mV
 滴定mL 0.001 mL
 微分値 25424 ΔE/ΔmL
 試料量 0.00000 g
 *濃度 0.0010 ml

コンディションNo. 3

S:試料量 0.00000 g
 B:ブランクmL 0.0045 mL
 M:滴定液濃度 0.1000 mol/L
 F:ファクタ 1.00450
 K:係数1 0.00000
 L:係数2 0.00000

結果単位 ml
 計算式 D
 小数点以下桁数 4
 滴定液名 0.1mol/L 過塩素酸
 電極名 GE-101, RE-201
 自動入力先パラメータ ブランク
 自動入力先コンスタント No. 4 - No. 50

mL	mV	ΔE/ΔmL	mL	mV	ΔE/ΔmL
0.000	373.8	0	0.004	426.8	5339
0.001	405.6	25424	0.005	431.5	3786
0.003	420.1	11664			

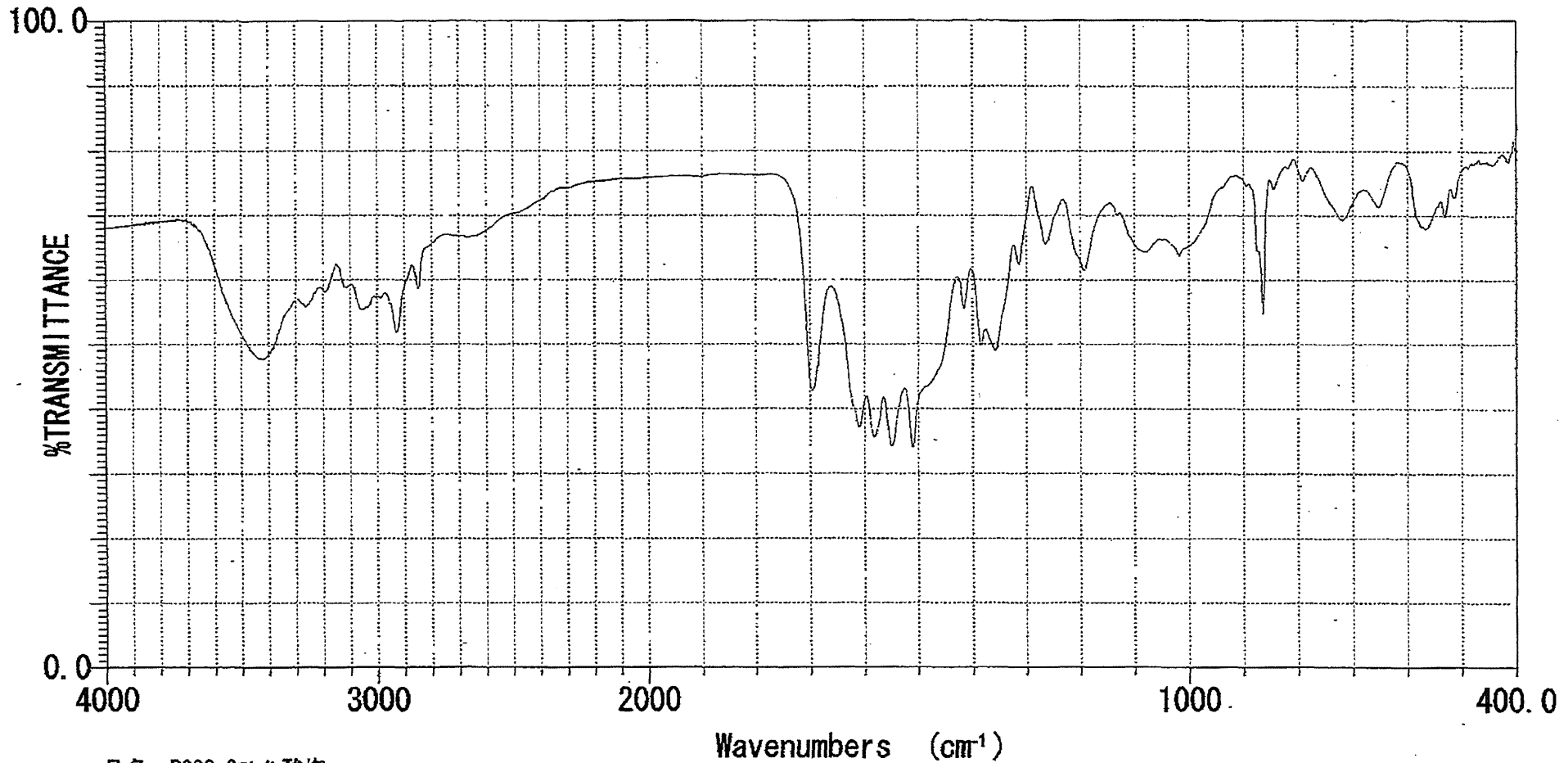


品名 : P092・2マリン酸塩

ファイル名 : 141212b
 タイトル : P092・2マリン酸塩 KS14001
 測定日時 : 2014年12月12日 13時10分10秒
 測定分解能 : 4 cm⁻¹
 スキャン回数 : 10 回
 測定ゲイン : 1
 コメント :

ファイル	ファイル名	タイトル
ファイル 1	141212b	P092・2マリン酸塩 KS14001
ファイル 2	141212a	Lot. FA5QJ-QG (標準品)





- 373 -

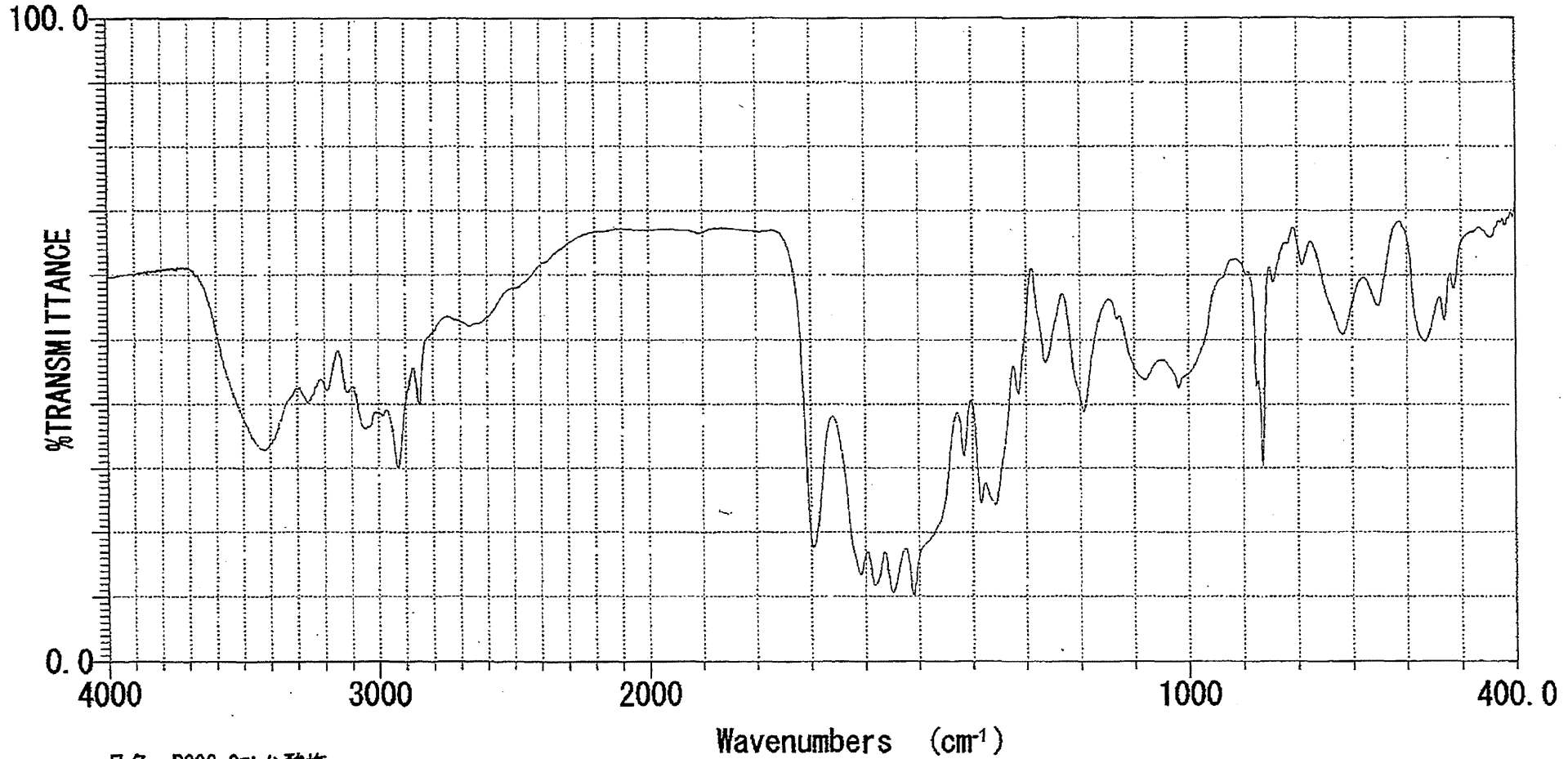
品名 : P092・2マリン酸塩

ファイル名 : 141212b
 タイトル : P092・2マリン酸塩 KS14001
 測定日時 : 2014年12月12日 13時10分10秒
 測定分解能 : 4 cm⁻¹
 スキャン回数 : 10 回
 測定ゲイン : 1
 コメント :

Wavenumbers (cm⁻¹)

系列	ファイル名	タイトル
系列 1	141212b	P092・2マリン酸塩 KS14001







品名 : P092・2マリン酸塩

ファイル名 : 141212a
 タイトル : Lot. FA5QJ-QG (標準品)
 測定日時 : 2014年12月12日 11時45分14秒
 測定分解能 : 4 cm⁻¹
 スキャン回数 : 10 回
 測定ゲイン : 1
 コメント :

判	ファイル名	タイトル
判 1	141212a	Lot. FA5QJ-QG (標準品)



2014. 12. 10
 2-VI-酸 P092-2-VI-酸塩
 2-VI-酸 KS14001

展開溶媒 Lot No.	ジエチルエーテル/メタノール/酢酸/水 70 : 20 : 7 : 3 No. 141210
発色液 Lot No.	UV 254nm
測定日	2014. 12. 10
実施者	
確認者	

1979

==== AQV-2200 測定結果 =====
 分析名 By Pure Water.
 日時 2014/12/10 13:13
 TS No. 1
 サンプルNo. 1
 IDコード
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:03:28
 ブランク値 0.000 mL
 試料量 0.03820 g
 滴定値 11.750 mL
 *力価 3.2511 mg/mL
 KF力価平均 3.2511 mg/mL

==== AQV-2200 測定結果 =====
 分析名 By Pure Water.
 日時 2014/12/10 13:17
 TS No. 1
 サンプルNo. 2
 IDコード
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:03:07
 ブランク値 0.000 mL
 試料量 0.03640 g
 滴定値 10.980 mL
 *力価 3.3151 mg/mL
 KF力価平均 3.2831 mg/mL

==== AQV-2200 測定結果 =====
 分析名 By Pure Water.
 日時 2014/12/10 13:22
 TS No. 1
 サンプルNo. 3
 IDコード
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:02:47
 ブランク値 0.000 mL
 試料量 0.02220 g
 滴定値 6.670 mL
 *力価 3.3283 mg/mL
 KF力価平均 3.3217 mg/mL

1979-平均

==== 結果統計計算 =====
 濃度単位 mg/mL
 データ数 3
 平均値 3.2982 ✓
 標準偏差(SD) 0.0413
 変動係数(RSD) 1.25 %
 データ
 3.3283 mg/mL
 3.3151 mg/mL
 3.2511 mg/mL

1979

==== AQV-2200 測定結果 =====
 分析名 H2O
 日時 2014/12/10 13:30
 TS No. 1
 サンプルNo. 4
 IDコード
 KF試薬力価 3.2982 mg/mL
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:00:35
 ブランク値 0.000 mL
 秤量値(W1) 0.00000 g
 秤量値(W2) -0.00000 g
 試料量 0.00000 g
 滴定値 0.010 mL
 測定値 0.033 mg
 *水分量 0.010 mL

==== AQV-2200 測定結果 =====
 分析名 H2O
 日時 2014/12/10 13:31
 TS No. 1
 サンプルNo. 5
 IDコード
 KF試薬力価 3.2982 mg/mL
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:00:30
 ブランク値 0.000 mL
 秤量値(W1) 0.00000 g
 秤量値(W2) -0.00000 g
 試料量 0.00000 g
 滴定値 0.000 mL
 測定値 0.000 mg
 *水分量 0.000 mL

==== AQV-2200 測定結果 =====
 分析名 H2O
 日時 2014/12/10 13:33
 TS No. 1
 サンプルNo. 6
 IDコード
 KF試薬力価 3.2982 mg/mL
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:00:40
 ブランク値 0.000 mL
 秤量値(W1) 0.00000 g
 秤量値(W2) -0.00000 g
 試料量 0.00000 g
 滴定値 0.010 mL
 測定値 0.033 mg
 *水分量 0.010 mL

1979 平均
 ===== 結果統計計算 =====
 濃度単位 mL
 データ数 3
 平均値 0.007 ✓
 標準偏差(SD) 0.006
 変動係数(RSD) 86.60 %
 データ
 0.010 mL
 0.000 mL
 0.010 mL



==== AQV-2200 測定結果 =====

分析名 By Pure Water.
 日時 2014/12/10 13:13
 TS No. 1
 サンプルNo. 1
 IDコード
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:03:28
 ブランク値 0.000 mL
 試料量 0.03820 g
 滴定値 11.750 mL
 *力価 3.2511 mg/mL
 KF力価平均 3.2511 mg/mL

==== AQV-2200 測定結果 =====

分析名 By Pure Water.
 日時 2014/12/10 13:17
 TS No. 1
 サンプルNo. 2
 IDコード
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:03:07
 ブランク値 0.000 mL
 試料量 0.03640 g
 滴定値 10.980 mL
 *力価 3.3151 mg/mL
 KF力価平均 3.2831 mg/mL

==== AQV-2200 測定結果 =====

分析名 By Pure Water.
 日時 2014/12/10 13:22
 TS No. 1
 サンプルNo. 3
 IDコード
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:02:47
 ブランク値 0.000 mL
 試料量 0.02220 g
 滴定値 6.670 mL
 *力価 3.3283 mg/mL
 KF力価平均 3.3217 mg/mL

===== 結果統計計算 =====

濃度単位 mg/mL
 データ数 3
 平均値 3.2982
 標準偏差(SD) 0.0413
 変動係数(RSD) 1.25 %
 データ
 3.3283 mg/mL
 3.3151 mg/mL
 3.2511 mg/mL

==== AQV-2200 測定結果 =====

分析名 H2O
 日時 2014/12/10 13:30
 TS No. 1
 サンプルNo. 4
 IDコード
 KF試薬力価 3.2982 mg/mL
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:00:35
 ブランク値 0.000 mL
 秤量値(W1) 0.00000 g
 秤量値(W2) -0.00000 g
 試料量 0.00000 g
 滴定値 0.010 mL
 測定値 0.033 mg
 *水分量 0.010 mL

===== 結果統計計算 =====

濃度単位 mL
 データ数 3
 平均値 0.007
 標準偏差(SD) 0.006
 変動係数(RSD) 86.60 %
 データ
 0.010 mL
 0.000 mL
 0.010 mL

==== AQV-2200 測定結果 =====

分析名 H2O
 日時 2014/12/10 13:31
 TS No. 1
 サンプルNo. 5
 IDコード
 KF試薬力価 3.2982 mg/mL
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:00:30
 ブランク値 0.000 mL
 秤量値(W1) 0.00000 g
 秤量値(W2) -0.00000 g
 試料量 0.00000 g
 滴定値 0.000 mL
 測定値 0.000 mg
 *水分量 0.000 mL

==== AQV-2200 測定結果 =====

分析名 H2O
 日時 2014/12/10 13:33
 TS No. 1
 サンプルNo. 6
 IDコード
 KF試薬力価 3.2982 mg/mL
 B.G.トータル 0.000 mL
 滴定時間 0:00:40
 ブランク値 0.000 mL
 秤量値(W1) 0.00000 g
 秤量値(W2) -0.00000 g
 試料量 0.00000 g
 滴定値 0.010 mL
 測定値 0.033 mg
 *水分量 0.010 mL

PO92-2 マリン酸塩 秤量

確認試験 (2)

PO92-2 マリン酸塩 12/11 (社澤)

----- 秤量 -----
 10.Dec 2014 15:02
 PO92-2 マリン酸塩 0.1028 g
 ID1 K51400/
 マリン酸 105.78 mg
 ID1 No.A.

Ce 1.02 g

Pb 1.02 g

PO92-2 マリン酸塩 (社澤) 141210
 K51400 / ash

----- 秤量 -----
 10.Dec 2014 11:43
 45.5287 g
 ID1 n=1 168
 46.6021 g 1.0724
 ID1
 46.1885 g
 ID1 n=2 189
 47.2317 g 1.0432
 ID1

2014/12/12 11:00:15
 PH 3.95
 ATC 21.6°C

PO92-2 マリン酸塩
 K51400 /

(社澤) 141212 1.02 g

ash
 ----- 秤量 -----
 10.Dec 2014 16:40
 ID1 168 45.5288 g 0.0001
 ID1 189 46.1887 g 0.0002

n=1 0.009%
 n=2 0.019% $\bar{x} = 0.01\%$ ✓



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

5μm, 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℃ 注入量;5μL

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10μLにつき8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	15.868	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5μL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

Rt	n=1			n=2			n=3			Area%平均	類縁物質合計
	Area	Area%		Area	Area%		Area	Area%			
13.431	1205	0.0090		13.428	1263	0.0100	13.439	1304	0.0100	0.009	類縁物質最大
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	99.89	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	0.0060	20.617	782	0.0060	20.633	808	0.0060	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		0.3

※類縁物質Area%は少数点以下5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



----- 7/11/01 -----

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

マレイン酸

N No. 1 0.0052 g

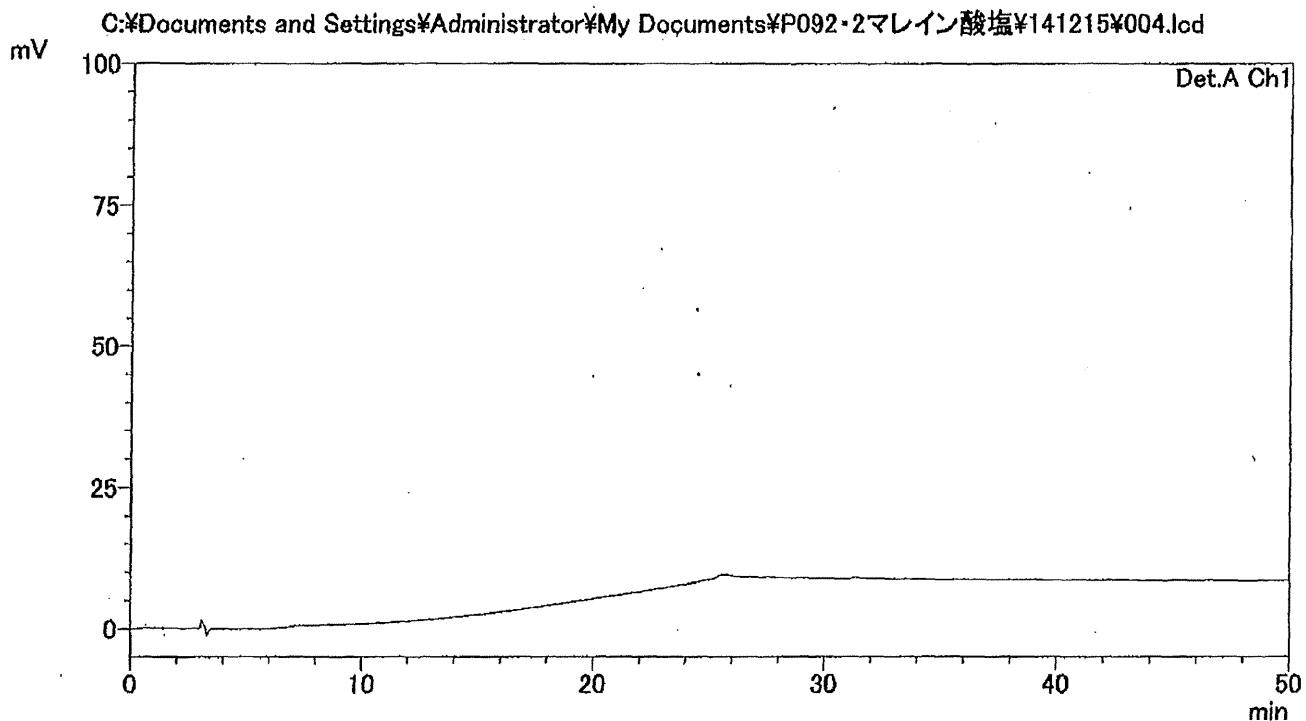
ID1



==== 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 μ L
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>

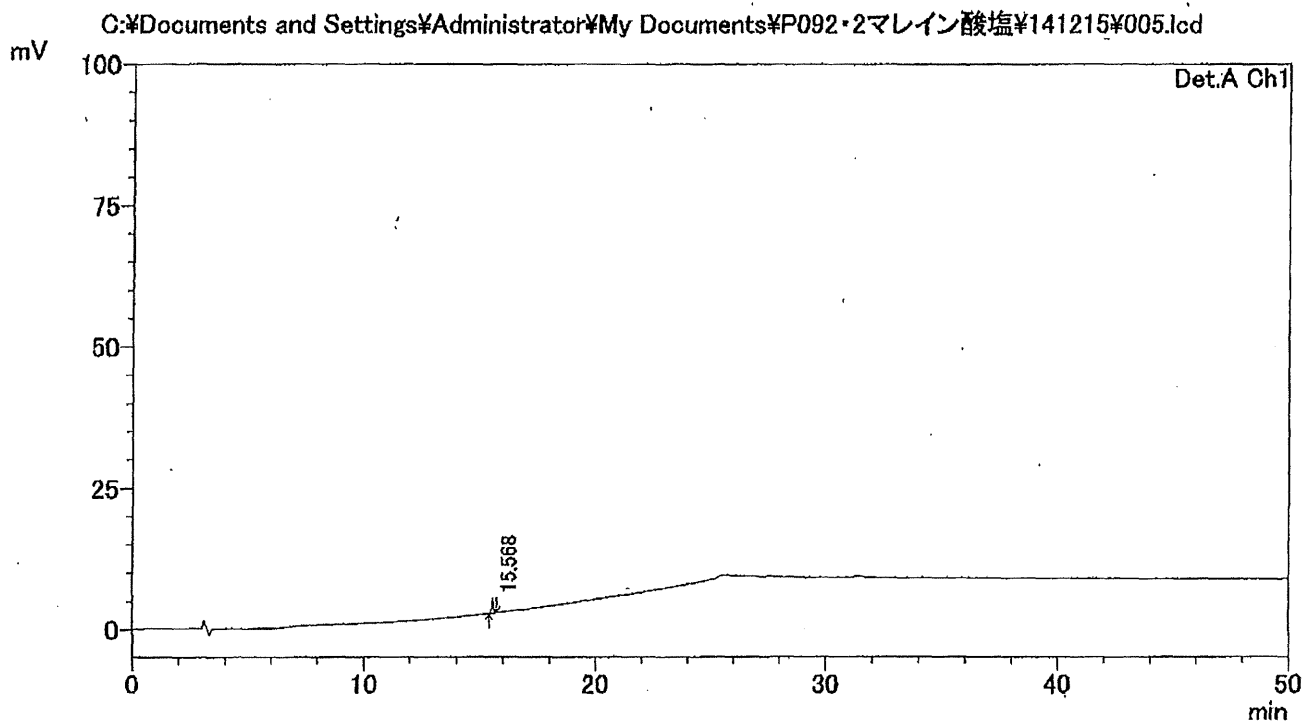
検出器A Ch1 254nm



==== 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>



<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

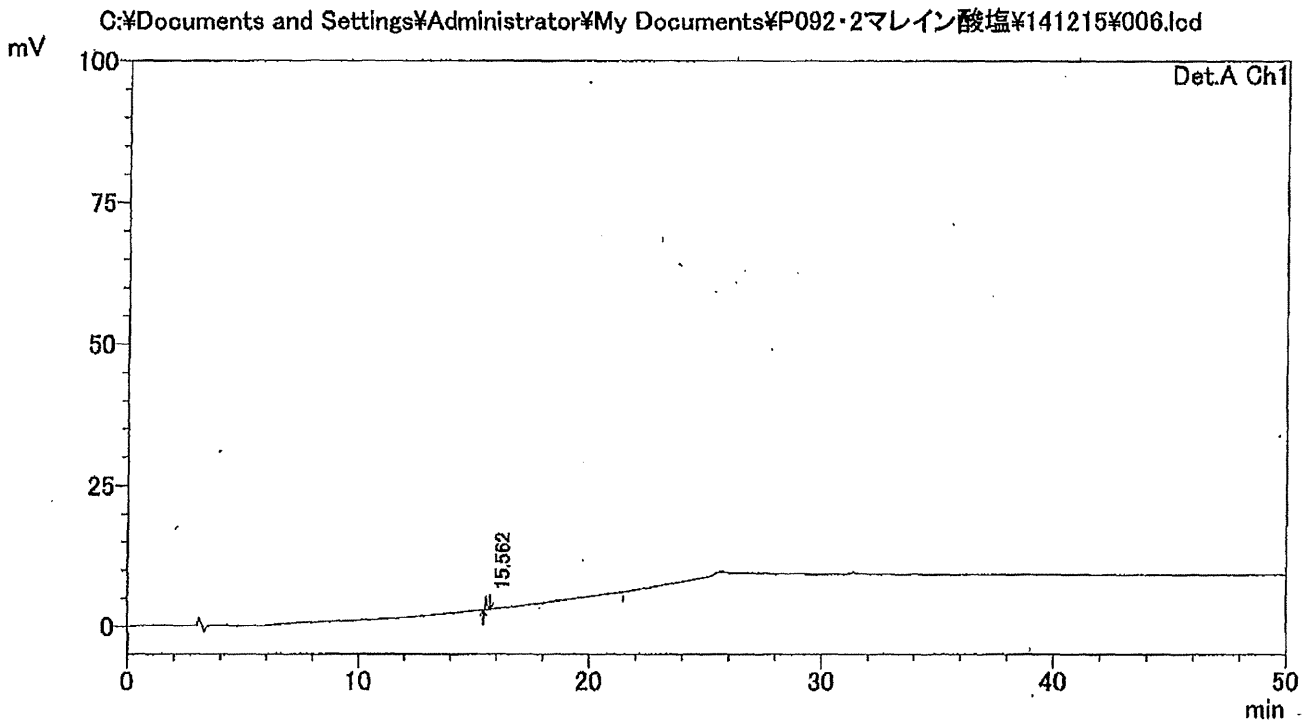
ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓ 15.568	✓ 13014	2343	100.000
合計		13014	2343	100.000

==== 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 μ L
 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>

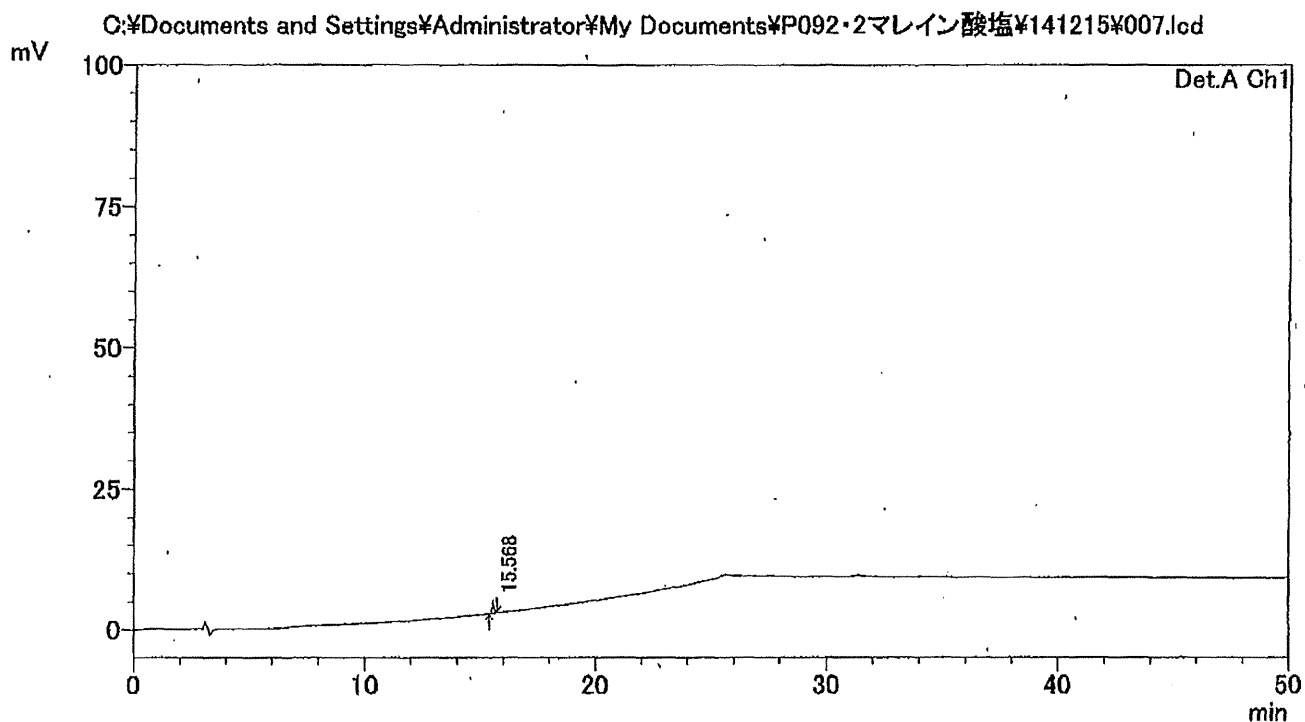
検出器A Ch1 254nm

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 μ L
 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>

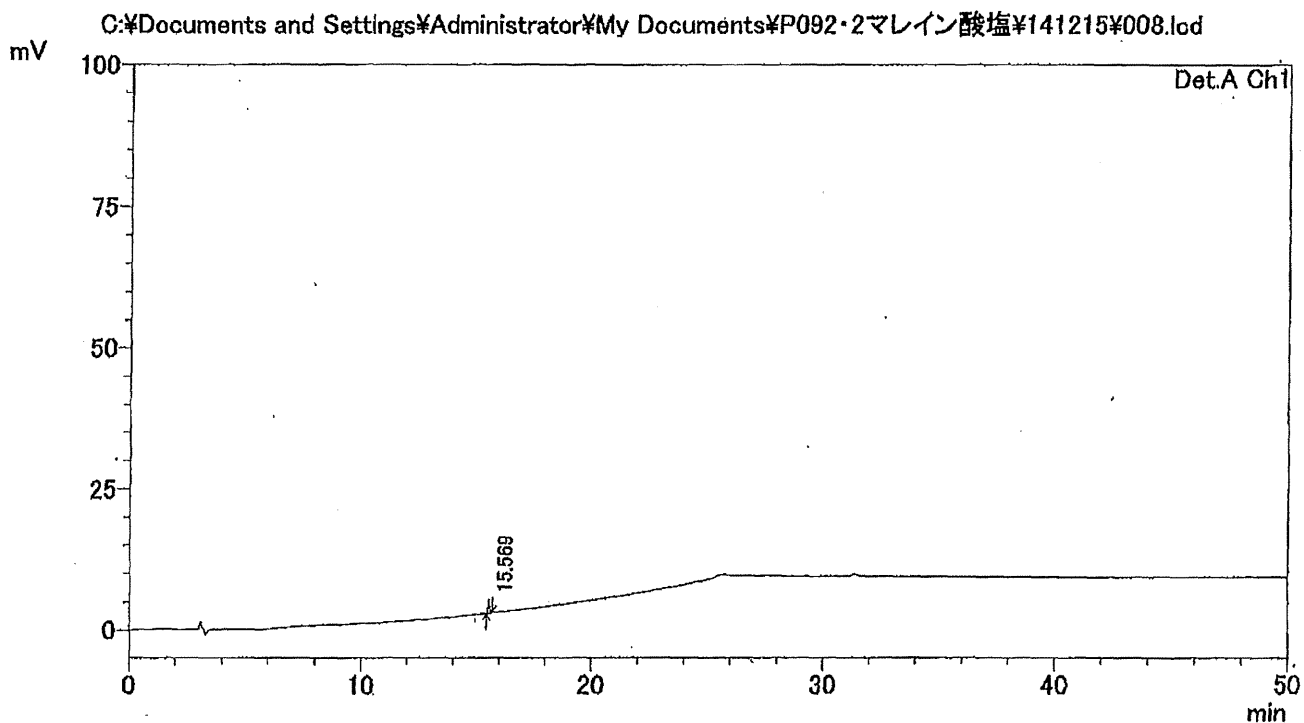
検出器A Ch1 254nm

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.lcd
 メソッドファイル: 141215類縁物質.lom
 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>

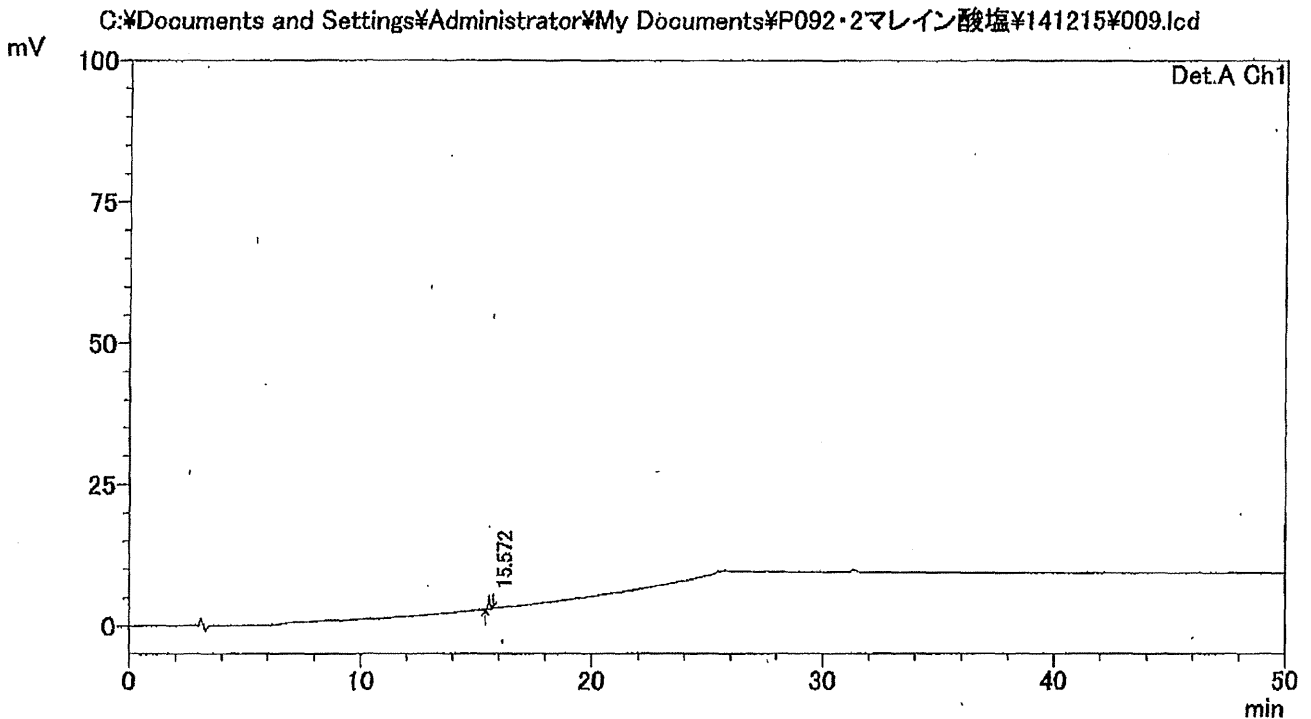
検出器A Ch1 254nm

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 μ L
 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>

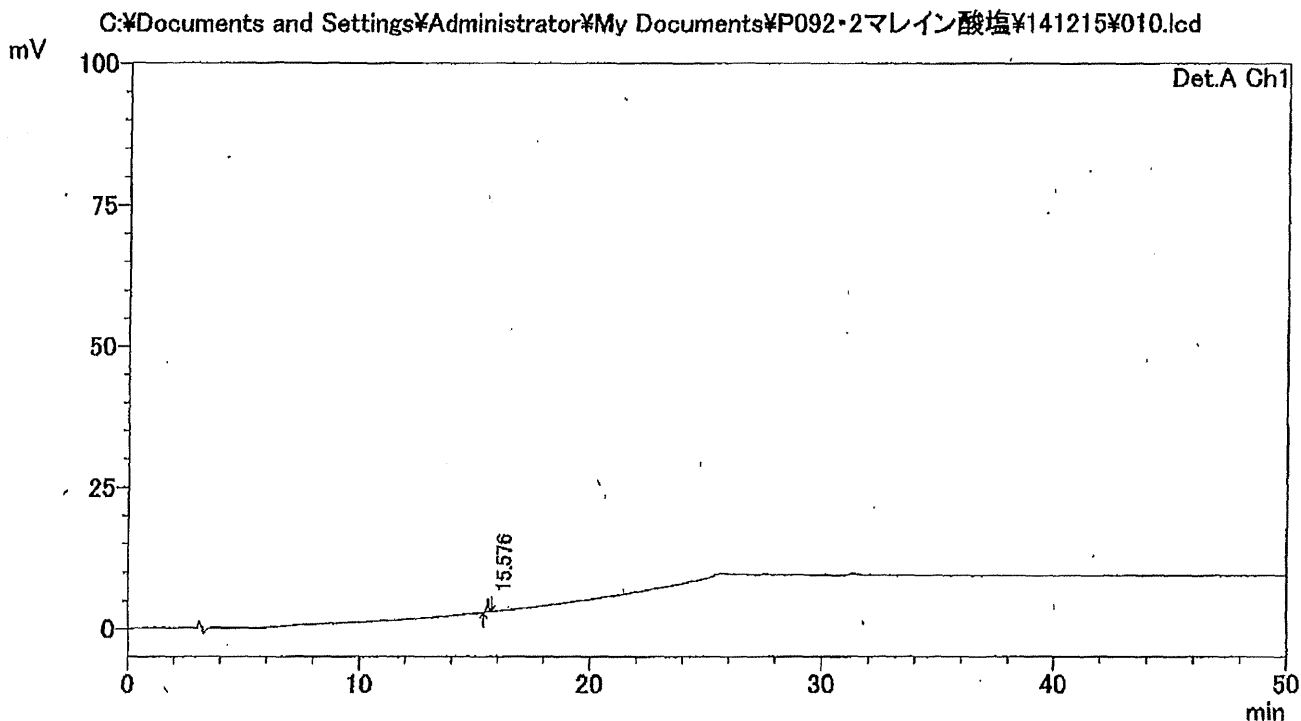
検出器A Ch1 254nm

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>



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	15.576	13145	2407	100.000
合計		13145	2407	100.000