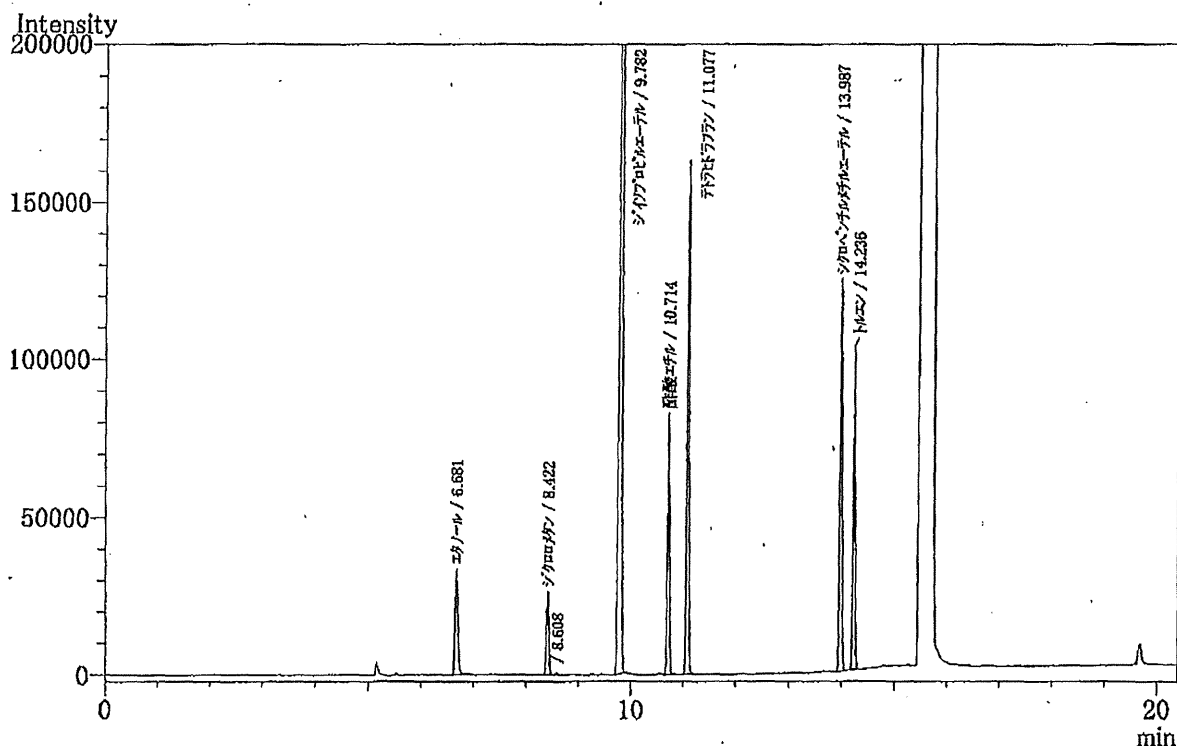


P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/03 21:01:22
 分析者 : somazawa
 サンプル番号 : 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=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¥150304¥004
 ソットファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

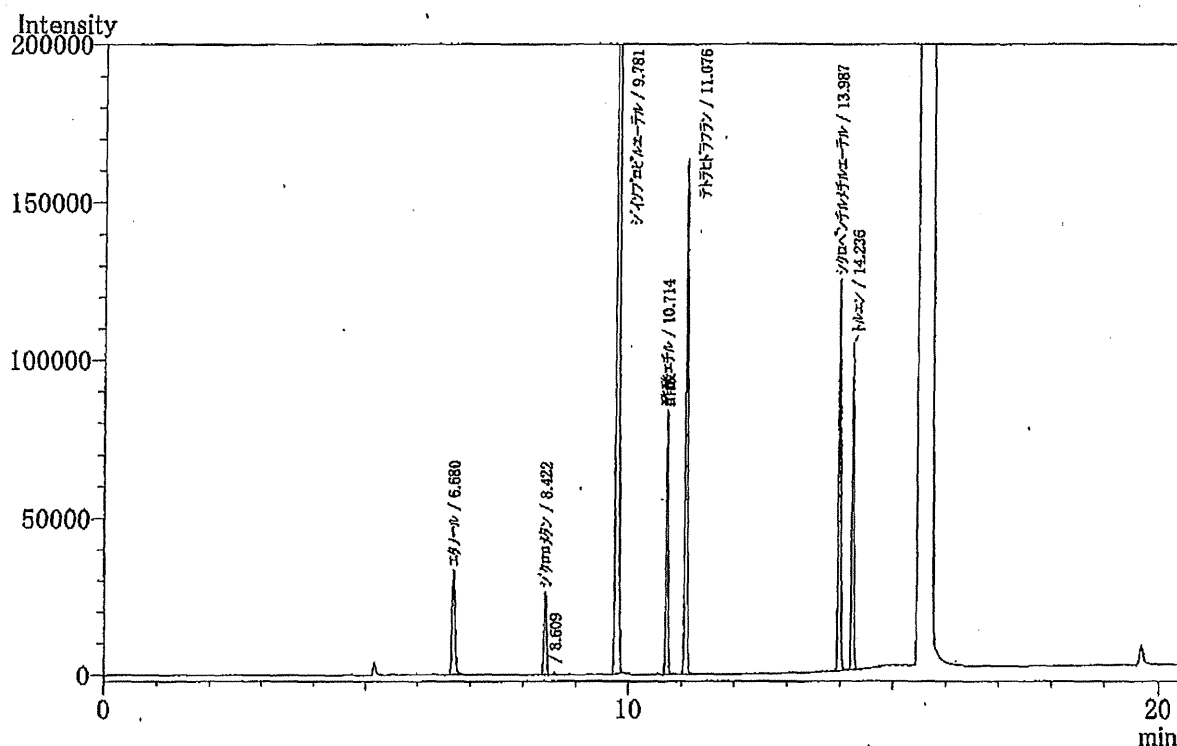


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.681	√122918	32845		1	エタノール
2	8.422	√80485	26046		4	シクロメタン
3	8.608	2618	547	V		
4	9.782	√1226633	358368		7	シイソプロピルエーテル
5	10.714	√215126	80794		6	酢酸エチル
6	11.077	√430591	161511		2	テトラヒドロフラン
7	13.987	√320366	122523		5	シクロペンチルメチルエーテル
8	14.236	√262167	101467		3	トルエン
合計		2660904	884101			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/03 21:37:22
 分析者 : somazawa
 サンプル番号 : 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=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¥150304¥006
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

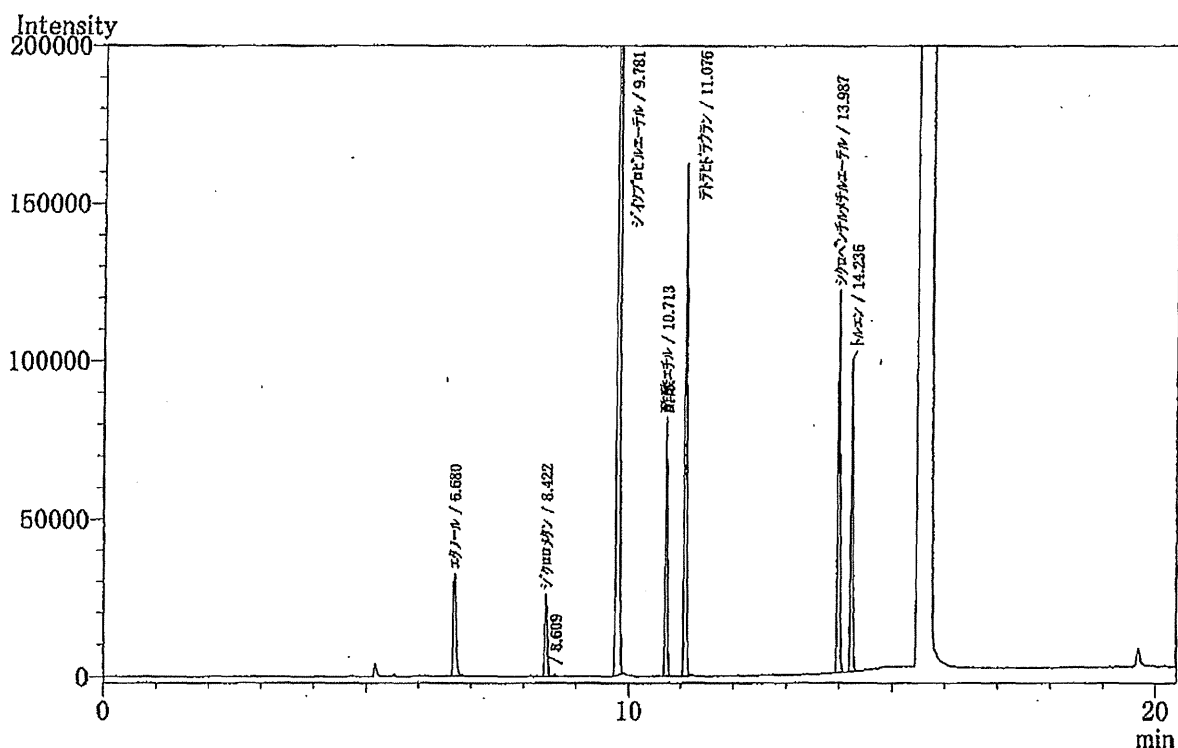


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.680	√123045	32787		1	エタノール
2	8.422	√80685	26112		4	シクロメタン
3	8.609	2678	553	V		
4	9.781	√1231802	359189		7	シンイソプロピルエーテル
5	10.714	√215642	81001		6	酢酸エチル
6	11.076	√433596	161584		2	テトラヒドロフラン
7	13.987	√321656	122431		5	シクロペンチルメチルエーテル
8	14.236	√262658	102199		3	トルエン
合計		2671762	885856			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/03 22:13:22
 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 : 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¥150304¥006
 ソフトファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

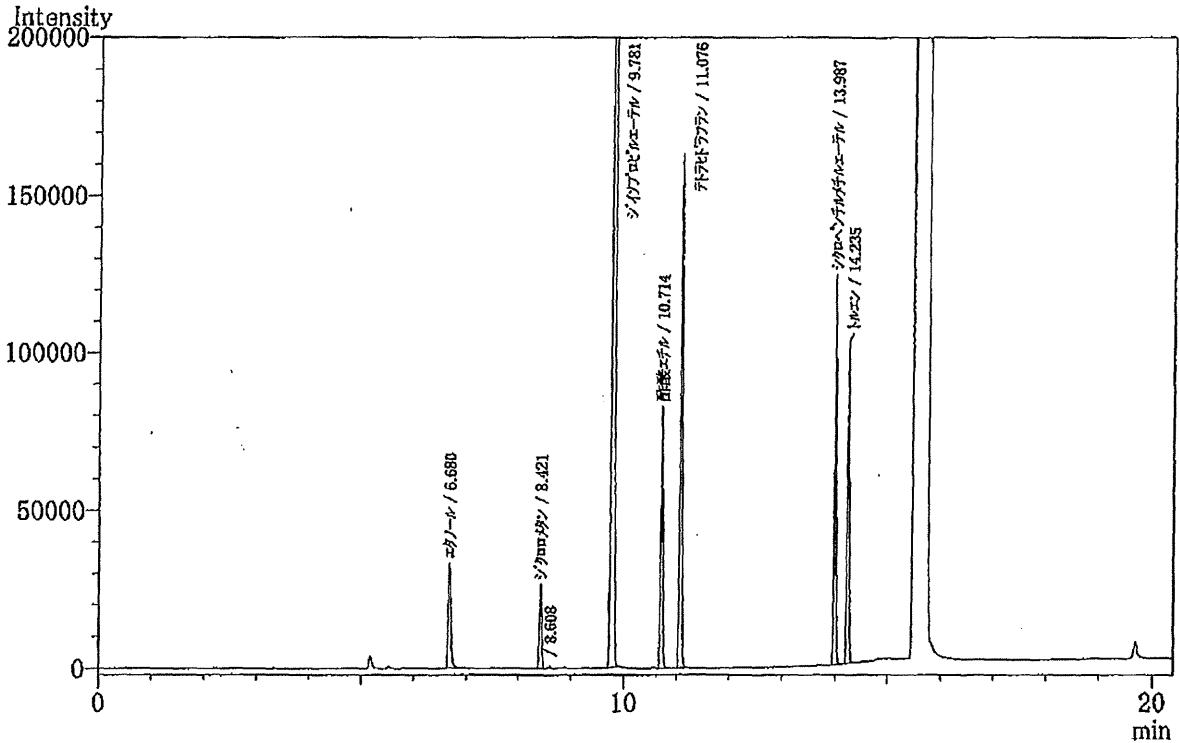


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.680	√119907	32018		1	エタノール
2	8.422	√79618	25861		4	シクロメタン
3	8.609	2628	542	V		
4	9.781	√1223717	358148		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.713	√211317	78921		6	酢酸エチル
6	11.076	√426981	160611		2	テトラヒドロフラン
7	13.987	√313011	118981		5	シクロヘンチルメチルエーテル
8	14.236	√252967	97891		3	トルエン
合計		2630146	872973			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/03 22:49:22
 分析者 : somazawa
 バイール番号 : 9
 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¥150304¥007
 ソフトファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

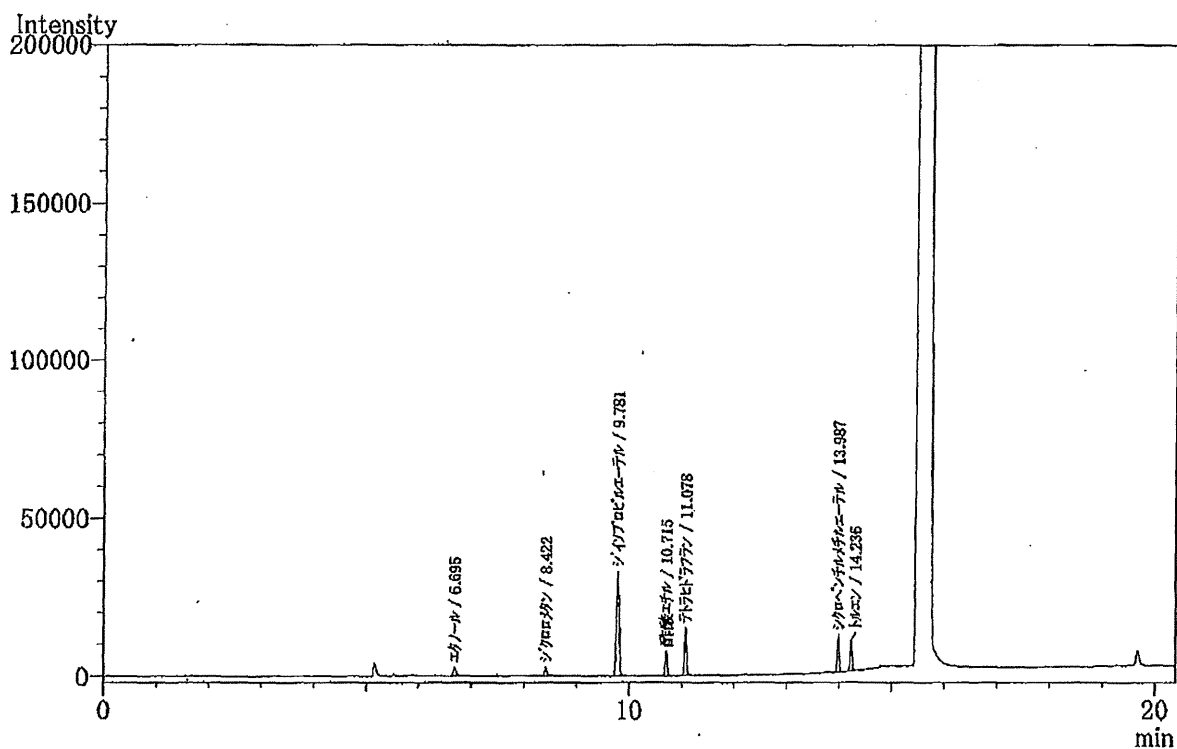


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.680	✓ 122414	32683		1	エタノール
2	8.421	✓ 80446	26180		4	シクロメタン
3	8.608	2616	548	V		
4	9.781	✓ 1229660	359264		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.714	✓ 214974	80809		6	酢酸エチル
6	11.076	✓ 430985	161174		2	テトラヒドロフラン
7	13.987	✓ 320217	121796		5	シクロヘンチルメチルエーテ
8	14.235	✓ 261634	100806		3	トルエン
合計		2662946	883260			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/03 23:25:22
 分析者 : somazawa
 バイアル番号 : 10
 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¥150304¥008
 ソフトファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

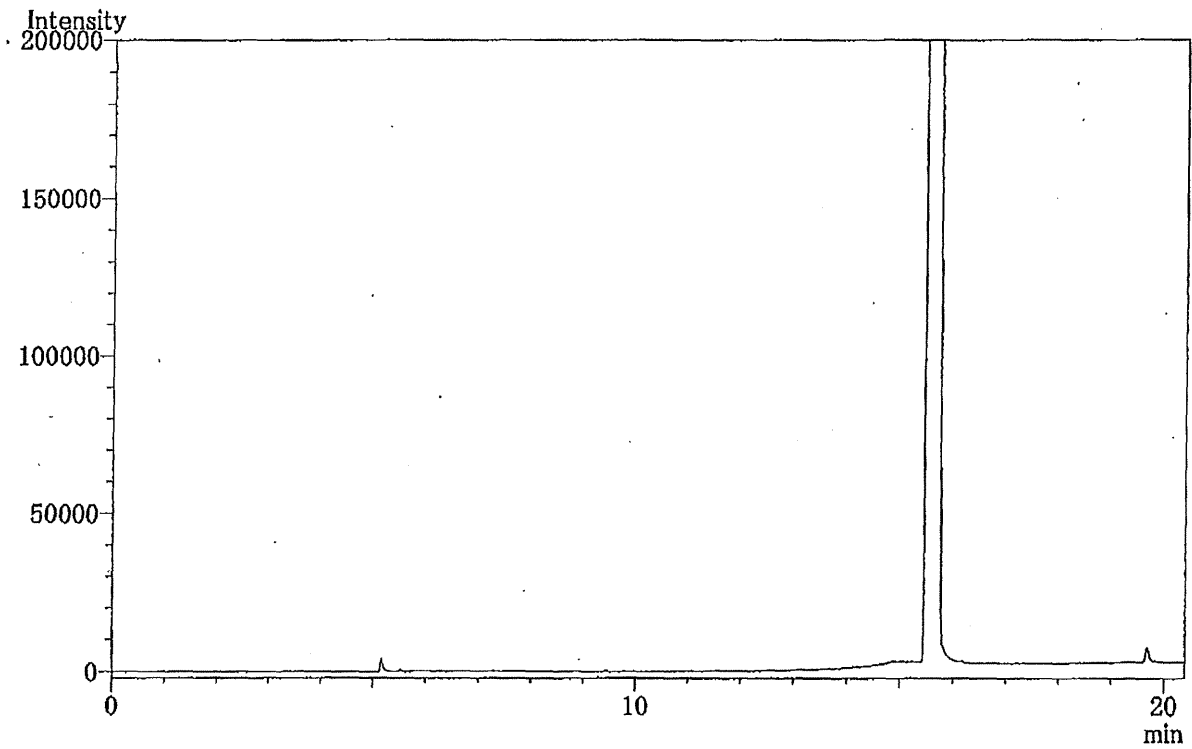


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	6.695	✓ 10559	2691	1	エタノール
2	8.422	✓ 7913	2555	4	ジクロロメタン
3	9.781	✓ 113553	32710	7	ジイソプロピルエーテル
4	10.715	✓ 20104	7524	6	酢酸エチル
5	11.078	✓ 40181	14755	2	テトラヒドロフラン
6	13.987	✓ 30008	11394	5	シクロペンチルメチルエーテ
7	14.236	✓ 24410	9422	3	トルエン
合計		246728	81051		

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 0:01:22
分析者 : somazawa
ハイル番号 : 11
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 :

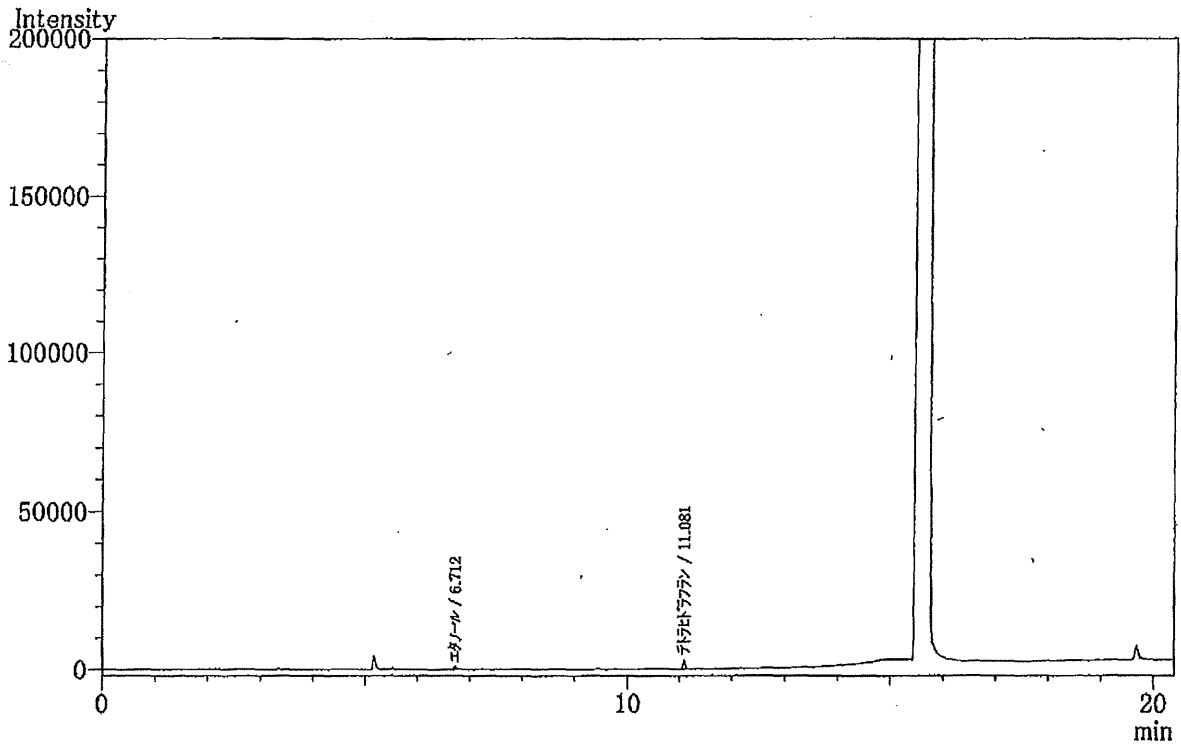
データファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥009
ロットファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150



P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 0:37:22
 分析者 : somazawa
 バイアル番号 : 12
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.15001 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¥150304¥010
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

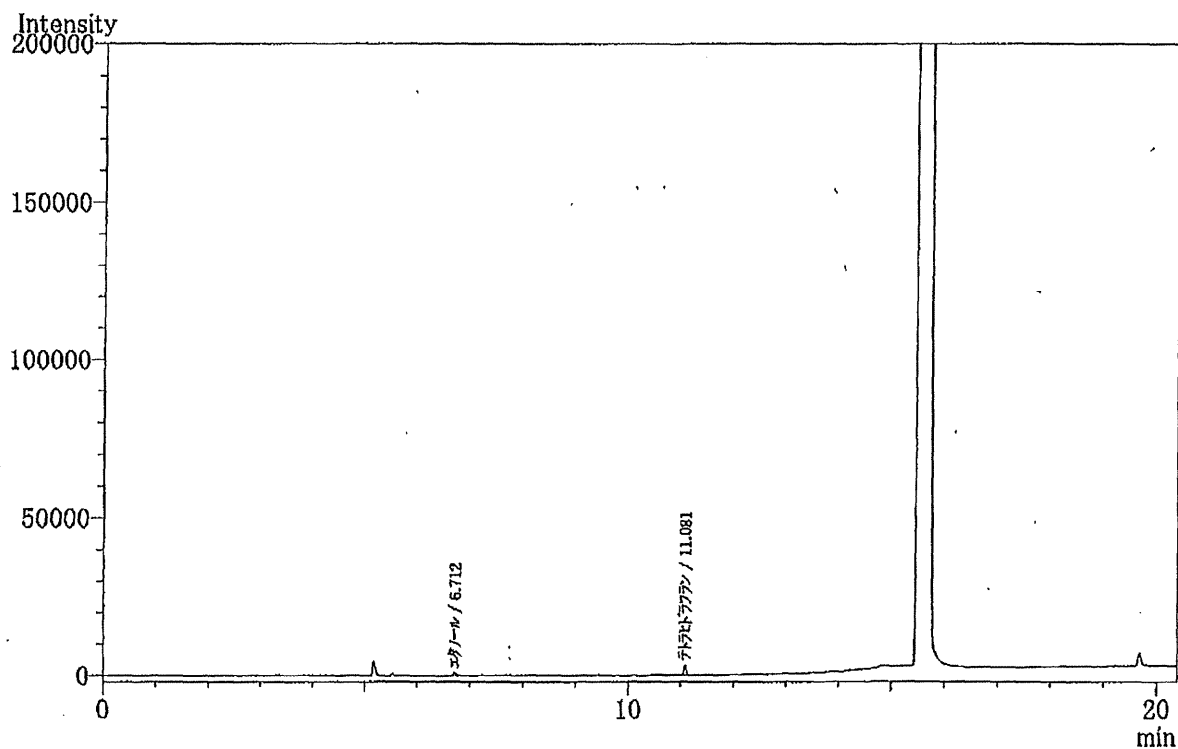


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	6.712	✓3425	858	1	エタノール
2	11.081	✓7907	2826	2	テトラヒドロフラン
合計		11332	3684		

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 1:13:23
 分析者 : somazawa
 バイアル番号 : 13
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.15001 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\150304\011
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩\150304\150

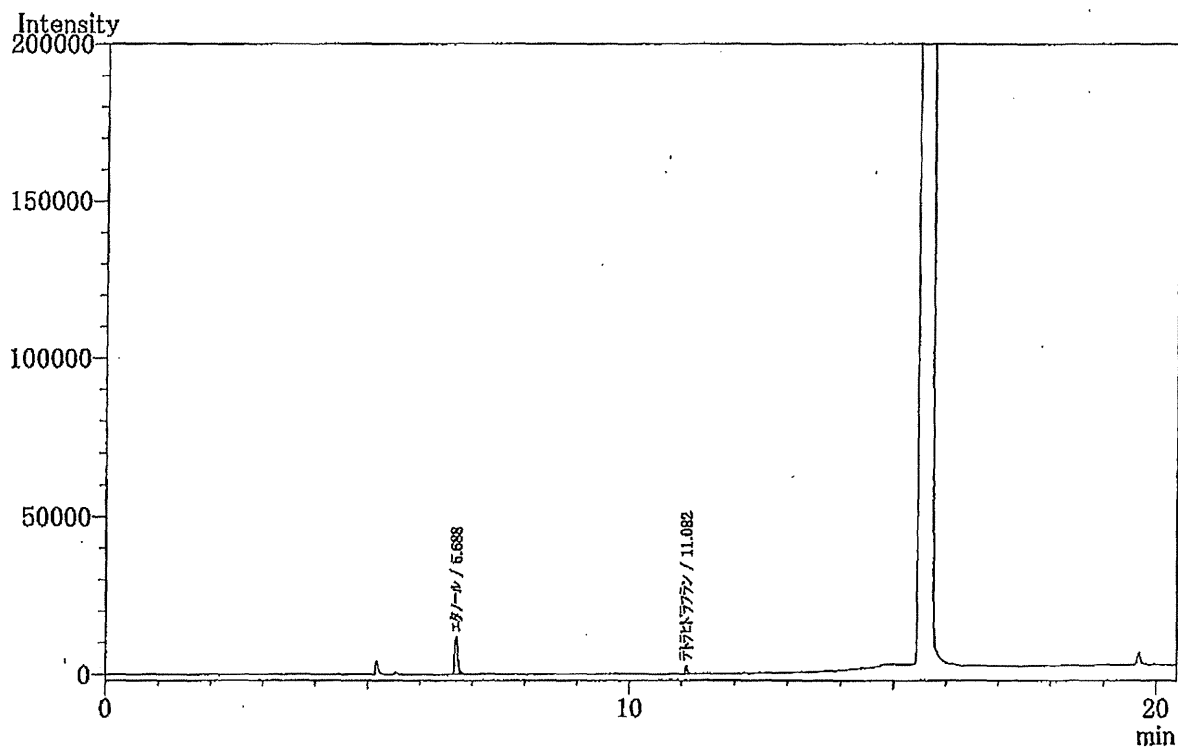


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク ID#	化合物名
1	6.712	✓3506	878	1	エタノール
2	11.081	✓8290	2960	2	テトラヒドロフラン
合計		11796	3838		

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 1:49:22
 分析者 : somazawa
 バイアル番号 : 14
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.15002 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¥150304¥012
 ソフトファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

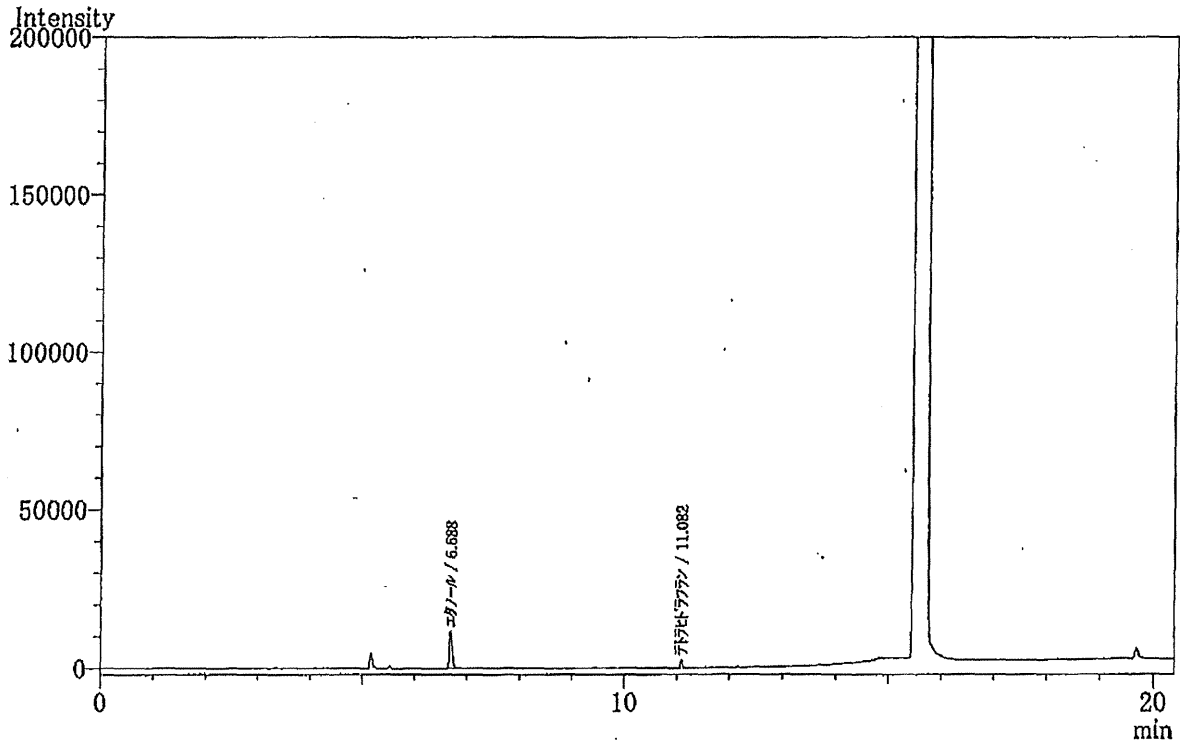


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.688	✓ 44021	11607		1	エタノール
2	11.082	✓ 6530	2354		2	テトラヒドロフラン
合計		50551	13961			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 2:25:22
 分析者 : somazawa
 サンプル番号 : 15
 サンプル名 : P092・2マレイン酸塩
 サンプルID : No.15002 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¥150304¥013
 ソットファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

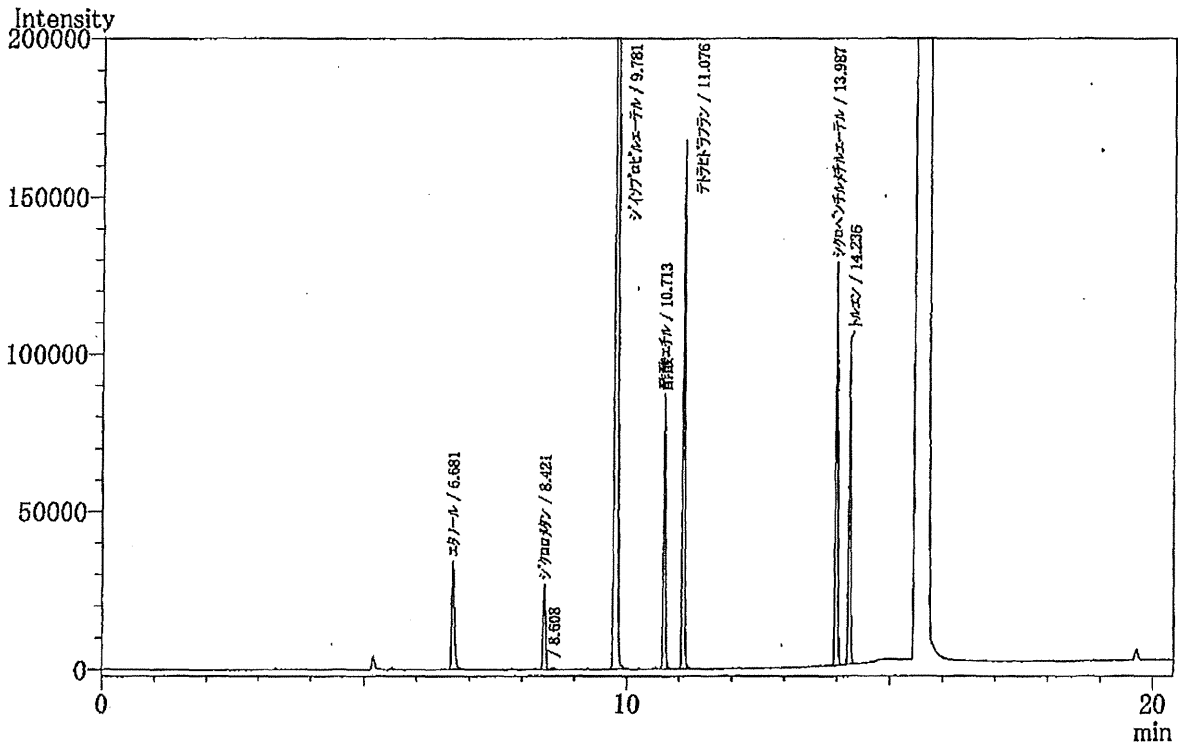


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.688	✓43327	11406		1	エタノール
2	11.082	✓6474	2331		2	テトラヒドロフラン
合計		49801	13737			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 3:01:23
 分析者 : somazawa
 バイアル番号 : 16
 サンプル名 : 添加回収確認
 サンプルID : 15001+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¥150304¥014
 メソッドファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150

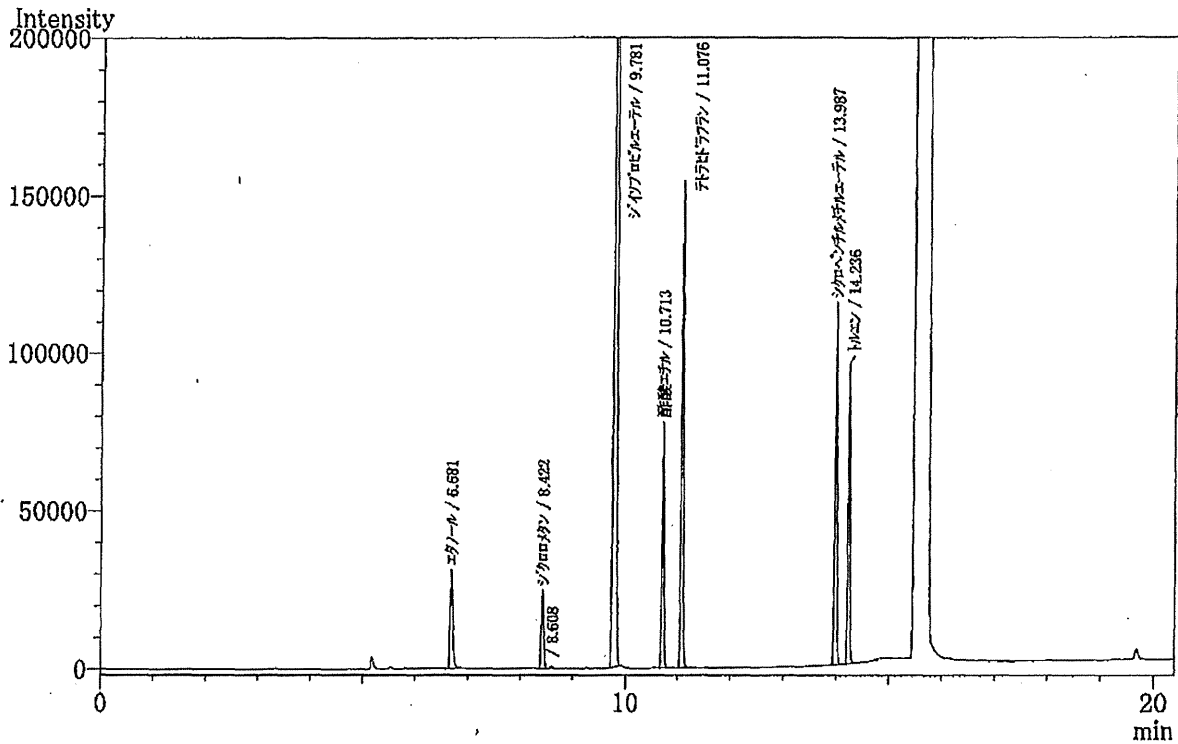


ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.681	✓ 124178	33644		1	エタノール
2	8.421	✓ 82315	26714		4	シクロメタン
3	8.608	2969	602	V		
4	9.781	✓ 1356194	393515		7	シイソプロピルエーテル
5	10.713	✓ 224805	84050		6	酢酸エチル
6	11.076	✓ 443797	166028		2	アトラヒドフラファン
7	13.987	✓ 329630	125998		5	シクロヘンチルメチルエーテ
8	14.236	✓ 264119	101917		3	トルエン
合計		2828007	932468			

P092・2マレイン酸塩
残留溶媒

分析日時 : 2015/03/04 3:37:22
 分析者 : somazawa
 ハイアル番号 : 17
 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 : 0.06
 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¥150304¥015
 ソットファイル : C:\Documents and Settings\Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩¥150304¥150



ピーク番号	保持時間	面積	高さ	マーク	ID#	化合物名
1	6.681	✓ 114586	30639		1	エタノール
2	8.422	✓ 76071	24652		4	ジクロロメタン
3	8.608	2545	527	V		
4	9.781	✓ 1159301	338171		7	ジイソプロピルエーテル
5	10.713	✓ 200662	75423		6	酢酸エチル
6	11.076	✓ 407024	152713		2	テトラヒドロフラン
7	13.987	✓ 297738	113176		5	シクロペンチルメチルエーテル
8	14.236	✓ 243191	93988		3	トルエン
合計		2501118	829289			

メソッド

<分析ライン 1>

[オートサンプリング 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
ハ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 SPL1]

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
パージ流量 : 3.0 mL/min
スプリット比 : 2.0
高圧注入 : 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 : 20.39 min

	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
 SPL1 : する
 FID1 : する
 < Readyチェック 検出器(FTD) >
 < Readyチェック ベースラインドリフト >
 FID1 : しない
 < Readyチェック 気化室流量 >
 SPL1 キャリア : する
 SPL1 パーシ : 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 μ V/min
Drift	: 0 μ 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	シクロロメタン	ターゲット	8.429	1.000	
5	シクロペ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		

P092・2マレイン酸塩 類縁物質試験結果

解析日 2015/3/6

LotNo. 15001
LotNo. 15002

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60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2mL/20mLとし標準溶液とする。(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
15001	0.0108 g
15002	0.0106 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	15.742	17684
2	15.742	17774
3	15.733	18811
4	16.741	17672
5	15.748	17751
6	16.737	17931
平均	15.7405	17920.5
SD	0.005	451.28
RSD(%)	0.03	2.57
7	15.746	18103
回収率(%)	100.0	101.0

≤5.0%

2)理論段数とシンメトリー係数

理論段数	✓ 149632.6 ≥ 2000段
シンメトリー係数	✓ 1.211 ≤ 2.0

3)類縁物質結果

類縁物質最大	✓ 0.089 %
類縁物質合計	✓ 0.2 %

No. 15001

	n=1			n=2			n=3			Area%平均
	Rt	Area	Area%	Rt	Area	Area%	Rt	Area	Area%	
P092	14.533	12044	0.0891	14.527	12051	0.0893	14.53	12063	0.0894	0.089
	15.683	13485691	99.80	15.678	13486913	99.80	15.68	13488526	99.80	99.8
	16.700	1780	0.0131	16.694	1743	0.0129	16.696	1749	0.0129	0.012
	23.646	4861	0.0359	23.640	4904	0.0363	23.639	4921	0.0364	0.036
	25.632	7036	0.0520	25.627	7092	0.0525	25.626	6958	0.0516	0.052
合計		13511412	100.0		13494703	100.0		13484217	100.0	

類縁物質最大

類縁物質合計

0.2

類縁物質最大	✓ 0.088 %
類縁物質合計	✓ 0.2 %

No. 15002

	n=1			n=2			n=3			Area%平均
	Rt	Area	Area%	Rt	Area	Area%	Rt	Area	Area%	
P092	14.527	11698	0.0880	14.529	11659	0.0883	14.543	11609	0.0878	0.088
	15.678	13188852	99.81	15.679	13176457	99.80	15.693	13184213	99.81	99.8
	16.693	1724	0.0130	16.694	1738	0.0131	16.709	1725	0.0130	0.013
	23.636	4216	0.0319	23.640	4464	0.0338	23.656	4178	0.0316	0.032
	25.624	7518	0.0568	25.628	7416	0.0561	25.643	6660	0.0504	0.054
合計		13213946	100.0		13201734	100.0		13208383	100.0	

類縁物質最大

類縁物質合計

0.2

※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

5. Mar 2015 13:27

15001 N ✓ 0.0108 g

ID1

15002 N ✓ 0.0106 g

ID1

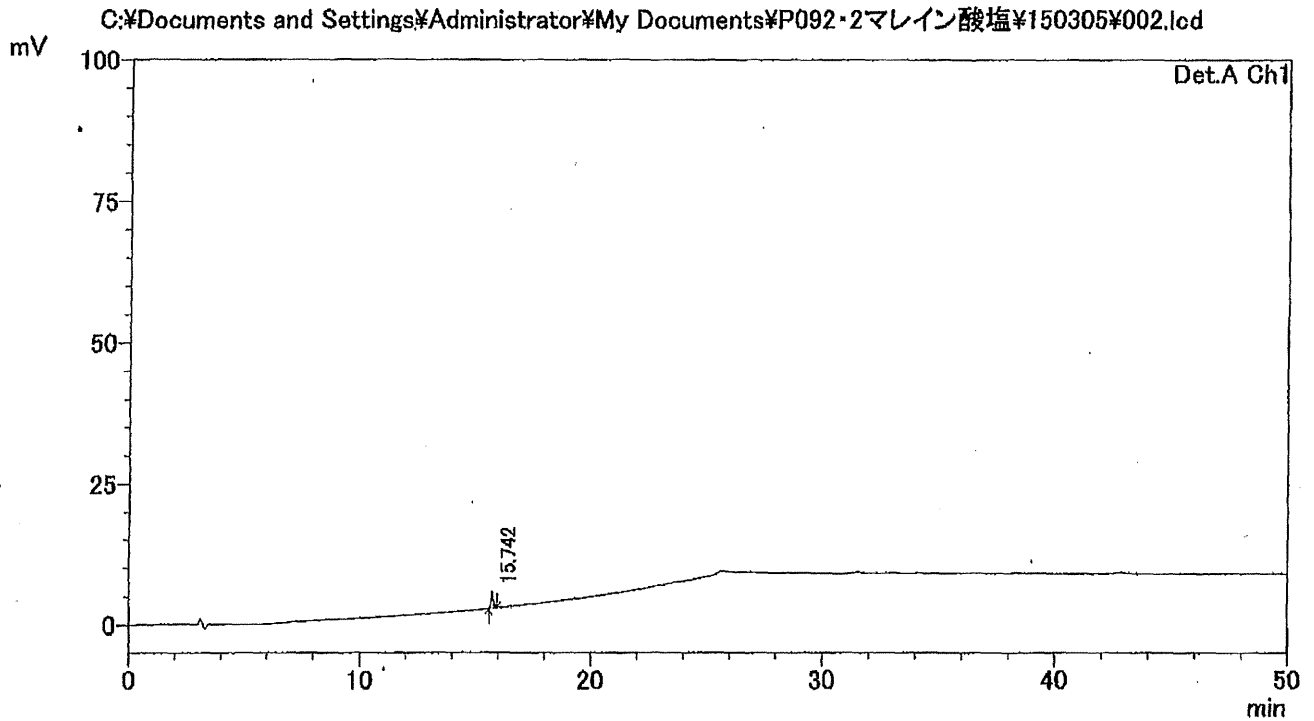
- 421 -



==== 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: 2
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 002.lcd
 メソッドファイル: 150304類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=1
 分析日時 : 2015/03/05 22:00:28

<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%	シフト係数	理論段数
1	15.742	17584	3042	100.000	1.211	149632.6
合計		17584	3042	100.000		

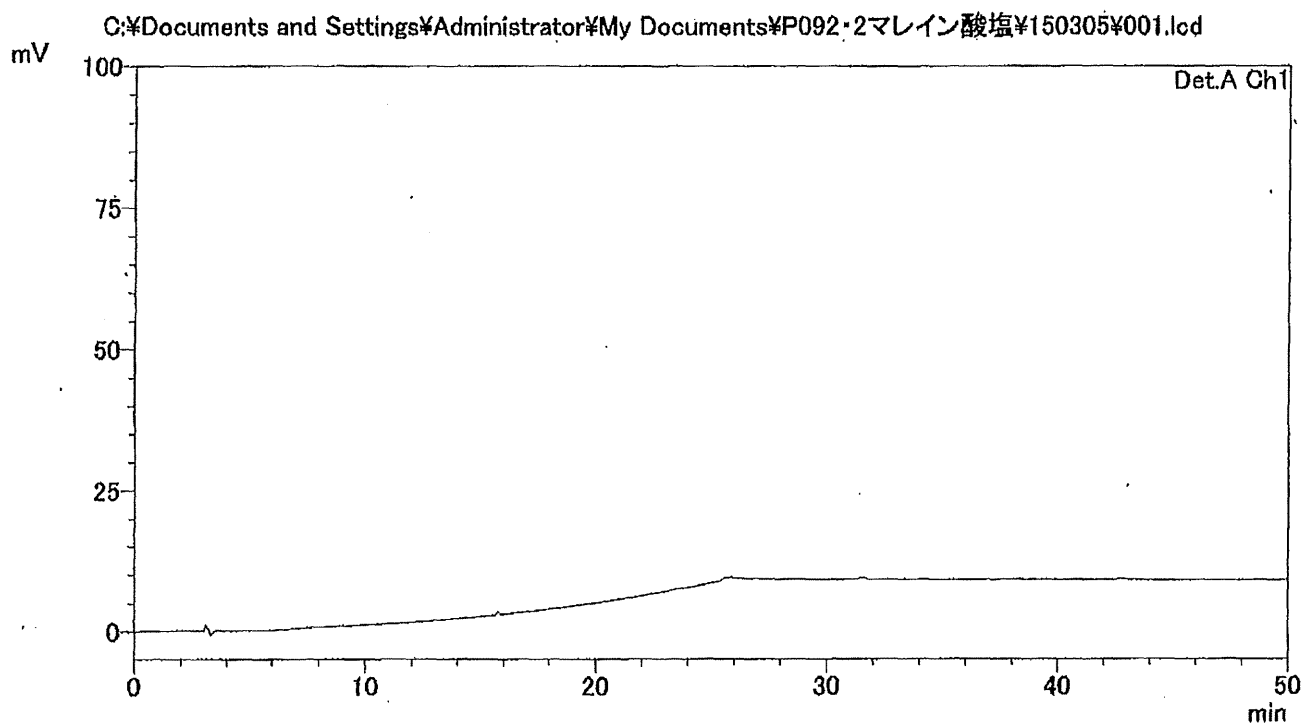
柚澤
 15.3.06
 巧

及川
 15.3.06
 勝彦

==== 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:150304類縁物質.lcm
コメント : 試料溶解液
分析日時 : 2015/03/05 21:01:51

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

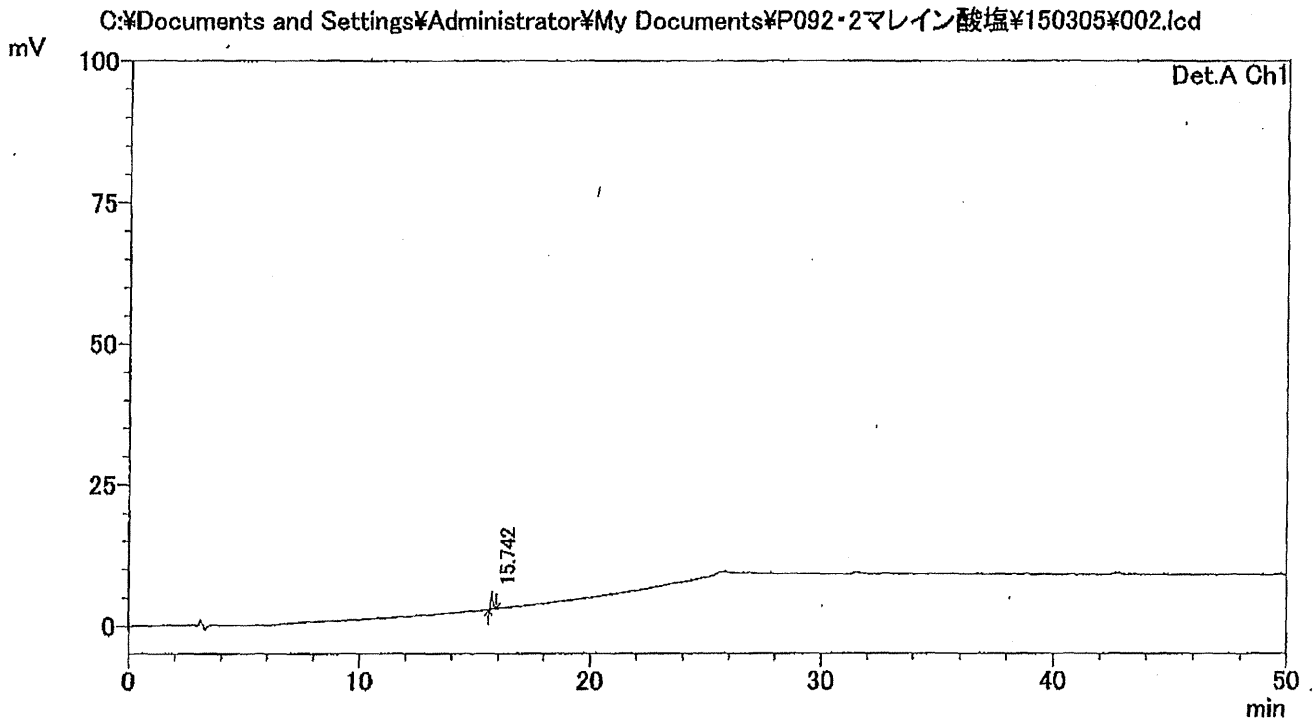
<ピークレポート>

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: 2
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 002.lcd
 メソッドファイル: 150304類縁物質.lcm
 コメント : 再現性の確認 n=1
 分析日時 : 2015/03/05 22:00:28

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

検出器A Ch1 254nm

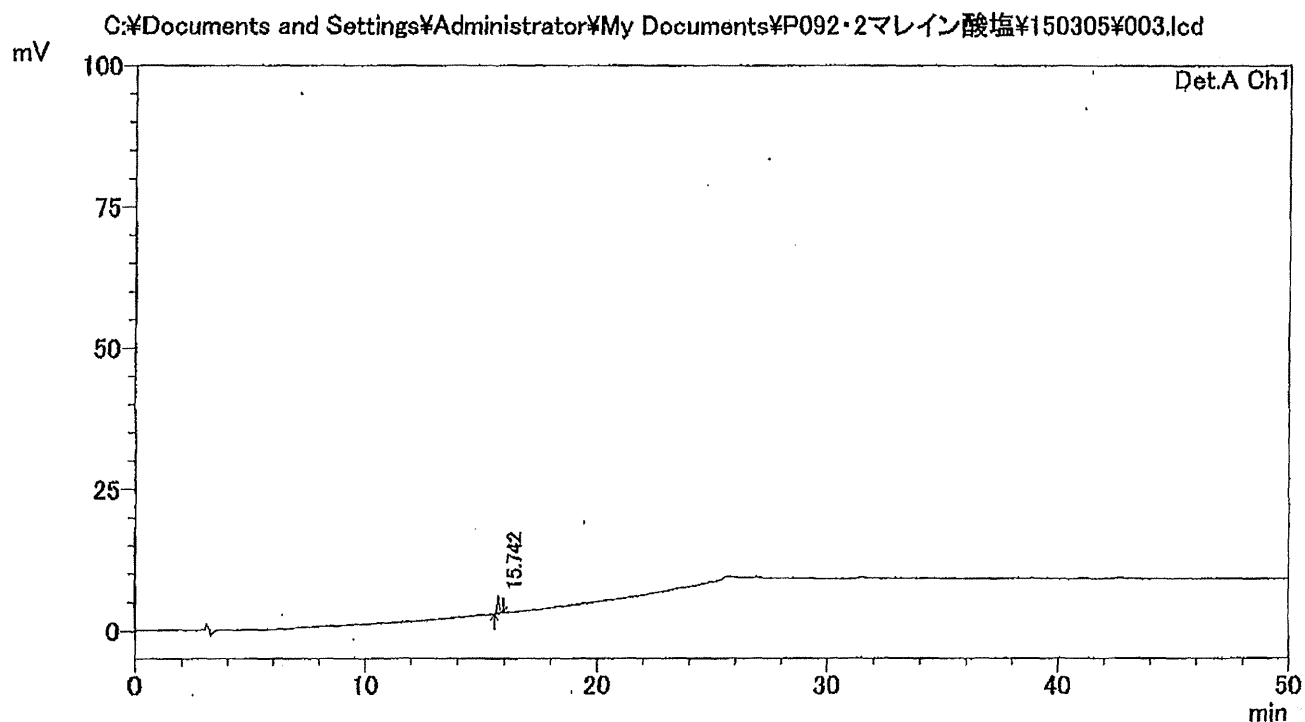
ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓ 15.742	✓ 17584	3042	100.000
合計		17584	3042	100.000

==== 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=2
 バイアル番号: 2
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 003.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :再現性の確認 n=2

分析日時 : 2015/03/05 22:59:06

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

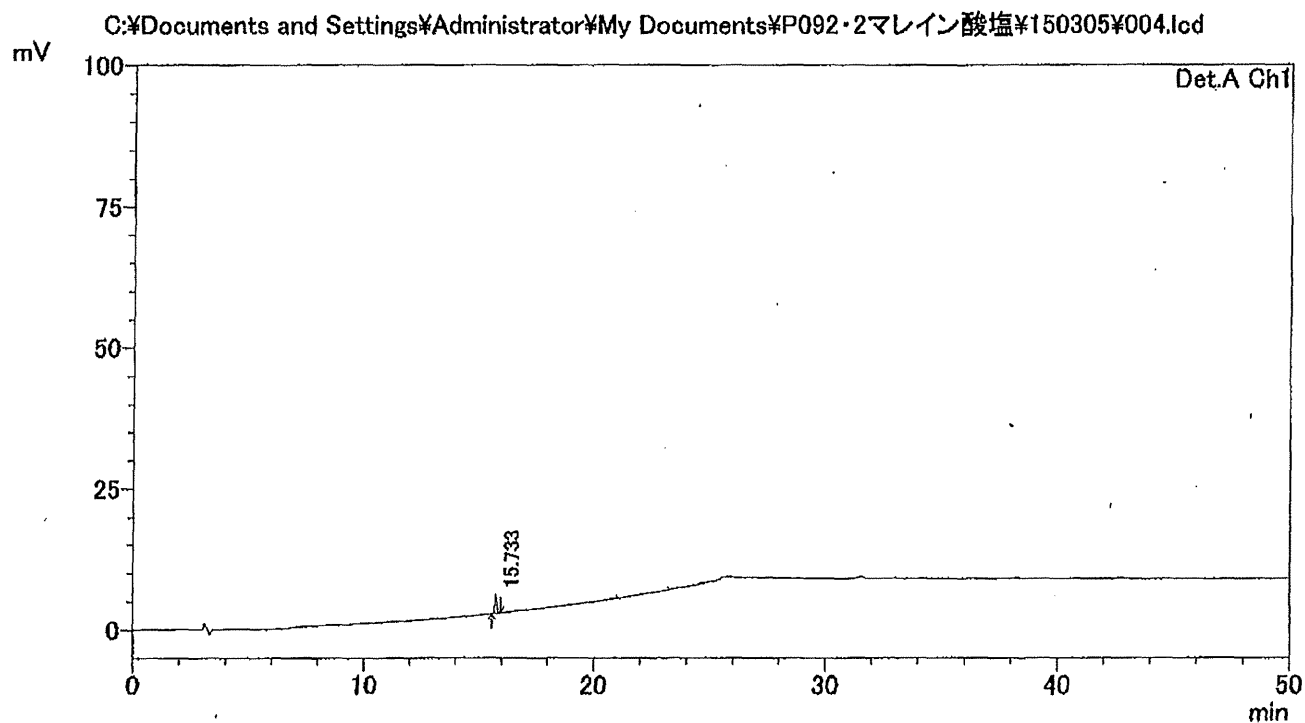
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓15.742	✓17774	3058	100.000
合計		17774	3058	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=3
 バイアル番号: 2
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 004.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :再現性の確認 n=3
 分析日時 : 2015/03/05 23:57:46

<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	✓ 15.733	✓ 18811	3158	100.000
合計		18811	3158	100.000