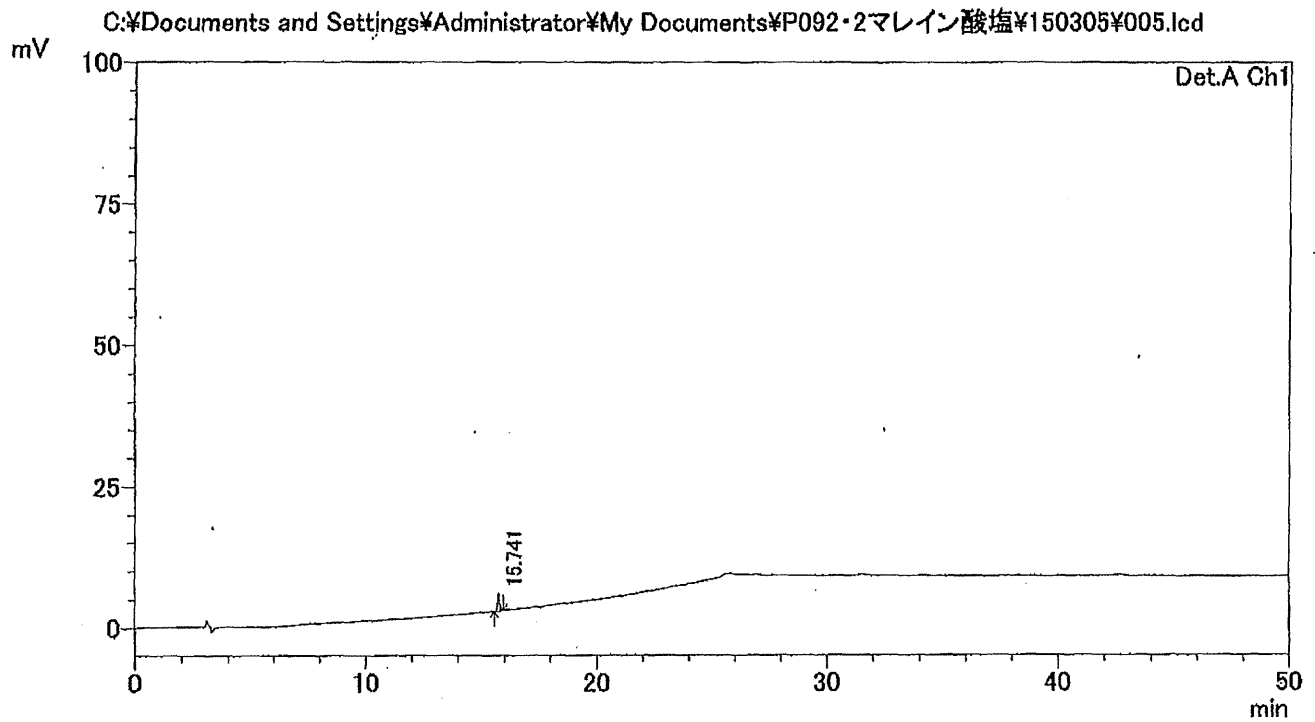


==== P092-2マレイン酸塩 類縁物質分析 ====

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=4
 バイアル番号: 2
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 005.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=4
 分析日時 : 2015/03/06 0:56:24

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

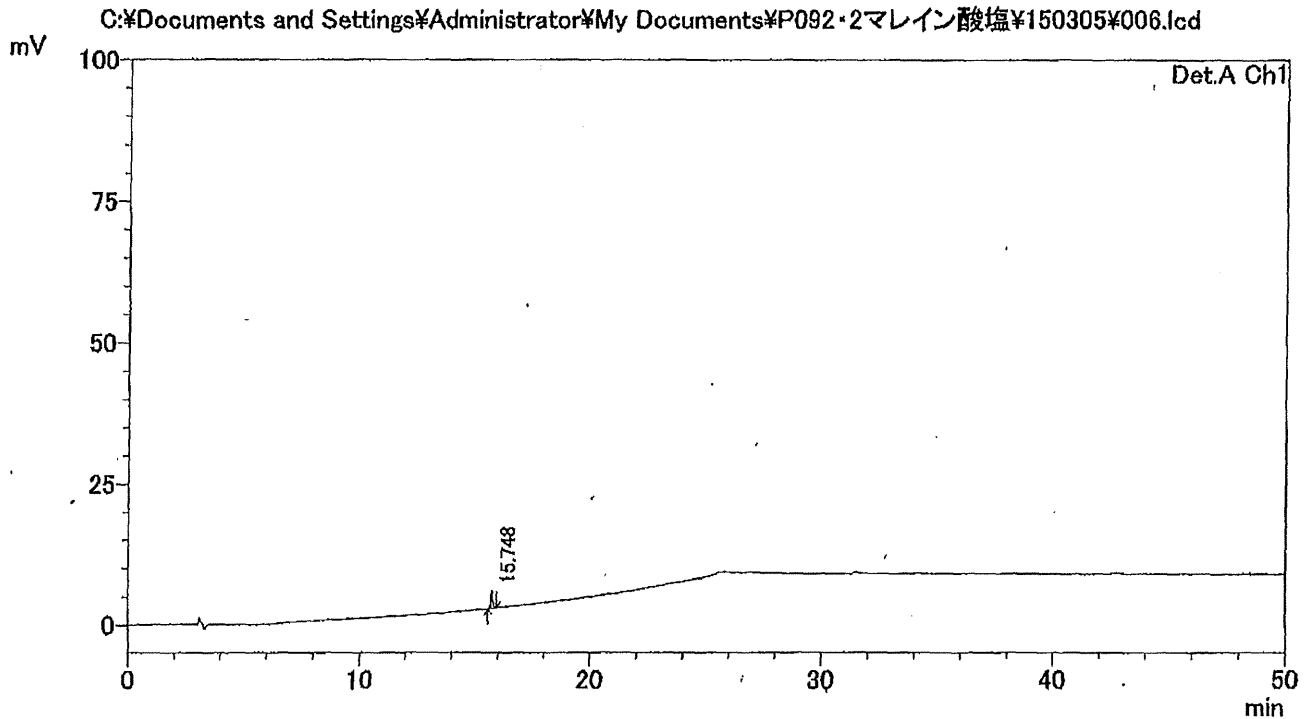
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓15.741	✓17672	3047	100.000
合計		17672	3047	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: 2
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 006.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=5
 分析日時 : 2015/03/06 1:55:02

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

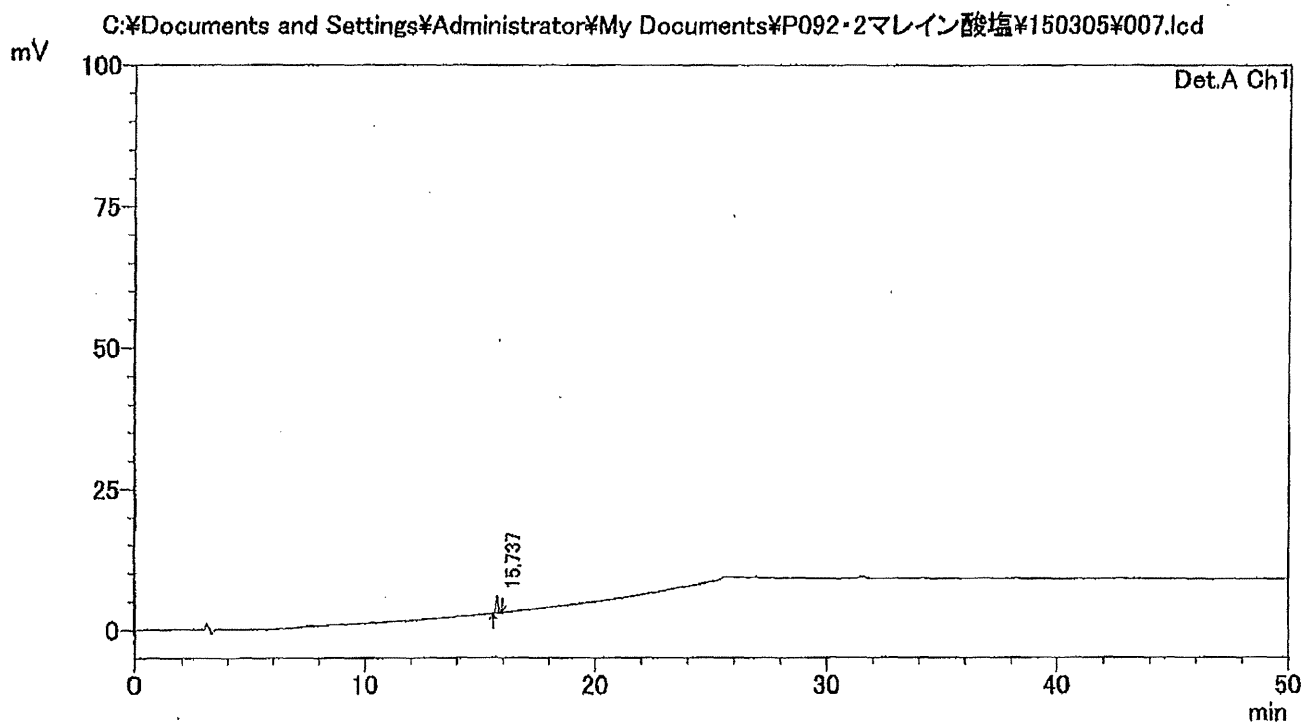
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓15.748	✓17751	3022	100.000
合計		17751	3022	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=6
 バイアル番号: 2
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 007.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=6
 分析日時 : 2015/03/06 2:53:40

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

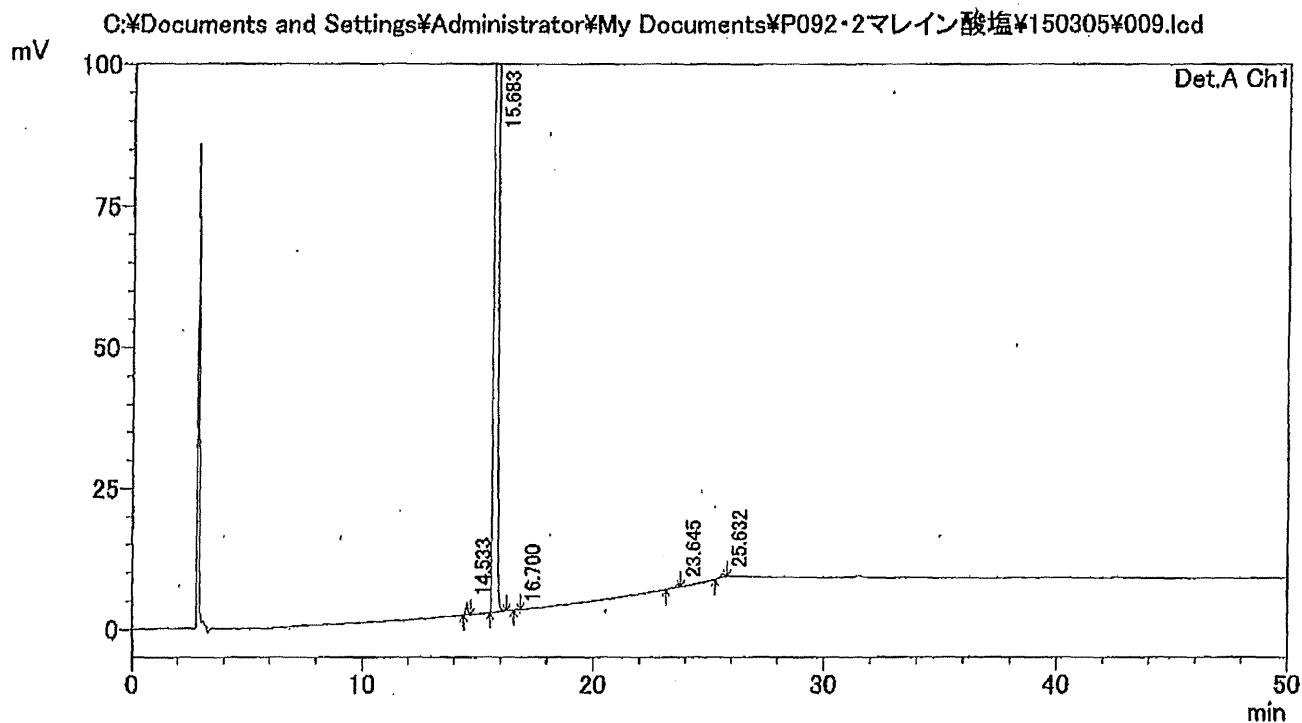
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	15.737	17931	3056	100.000
合計		17931	3056	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.15001n=1
 バイアル番号: 3
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 009.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :
 分析日時 : 2015/03/06 3:52:17

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

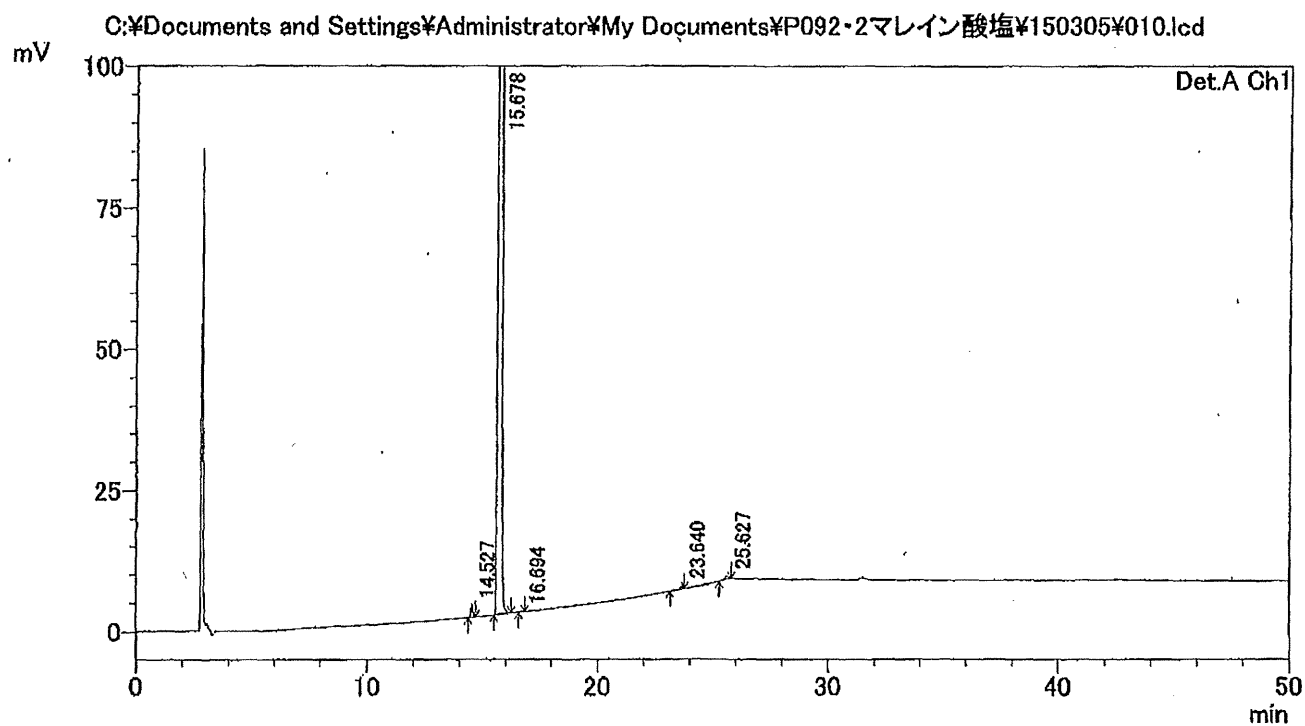
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓14.533	✓12044	2164	0.089
2	✓15.683	✓13485691	2099396	99.810
3	✓16.700	✓1780	255	0.013
4	✓23.645	✓4861	560	0.036
5	✓25.632	✓7036	632	0.052
合計		13511412	2103007	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 : No.15001n=2
 バイアル番号: 3
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 010.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :
 分析日時 : 2015/03/06 4:50:56

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

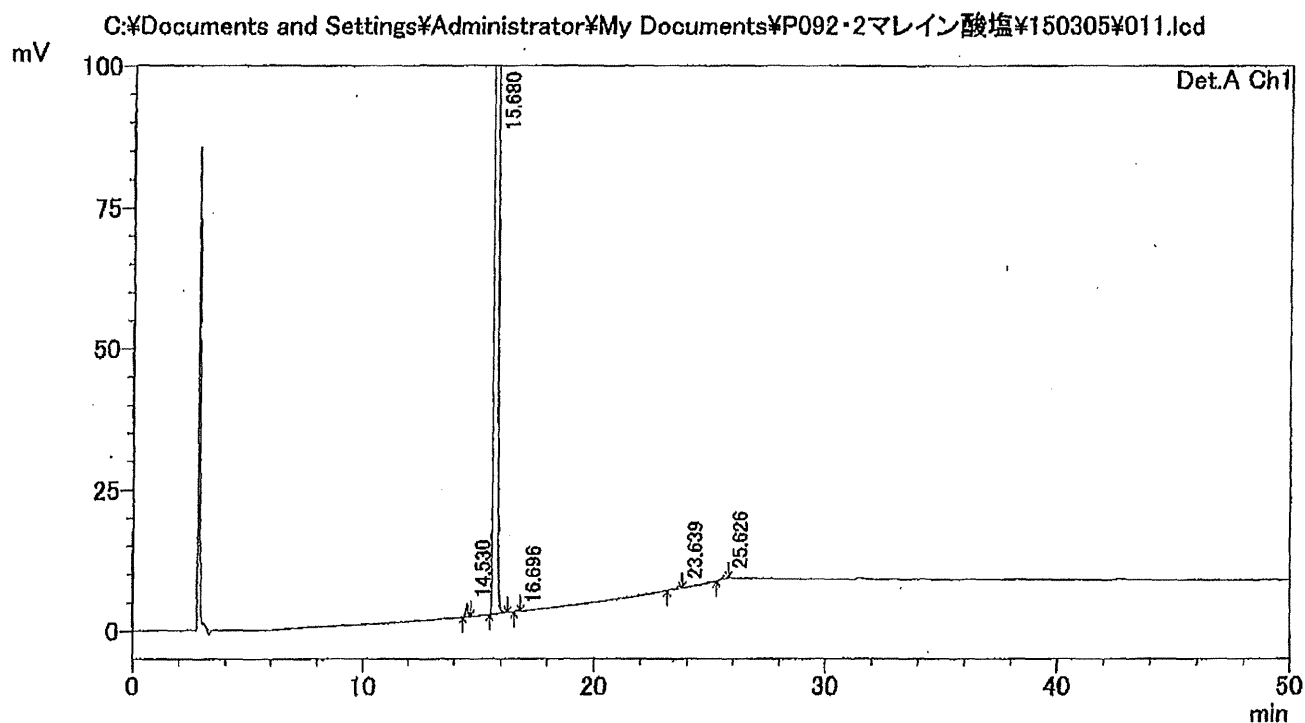
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓ 14.527	✓ 12051	2219	0.089
2	✓ 15.678	✓ 13468913	2133794	99.809
3	✓ 16.694	✓ 1743	253	0.013
4	✓ 23.640	✓ 4904	564	0.036
5	✓ 25.627	✓ 7092	639	0.053
合計		13494702	2137470	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.15001n=3
 バイアル番号: 3
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 011.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :
 分析日時 : 2015/03/06 5:49:32

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

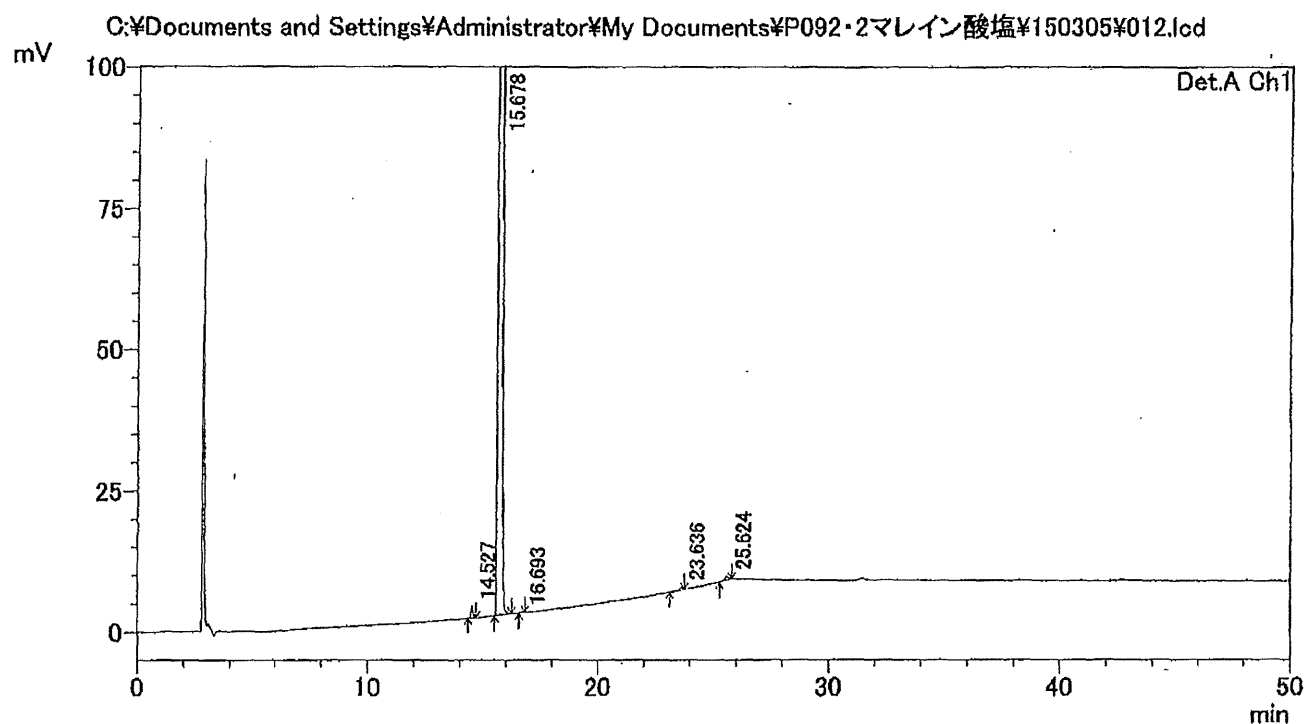
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓ 14.530	✓ 12063	2206	0.089
2	✓ 15.680	✓ 13458526	2125758	99.809
3	✓ 16.696	✓ 1749	253	0.013
4	✓ 23.639	✓ 4921	559	0.036
5	✓ 25.626	✓ 6958	637	0.052
合計		13484217	2129413	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.15002n=1
 バイアル番号: 4
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 012.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :
 分析日時 : 2015/03/06 6:48:07

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

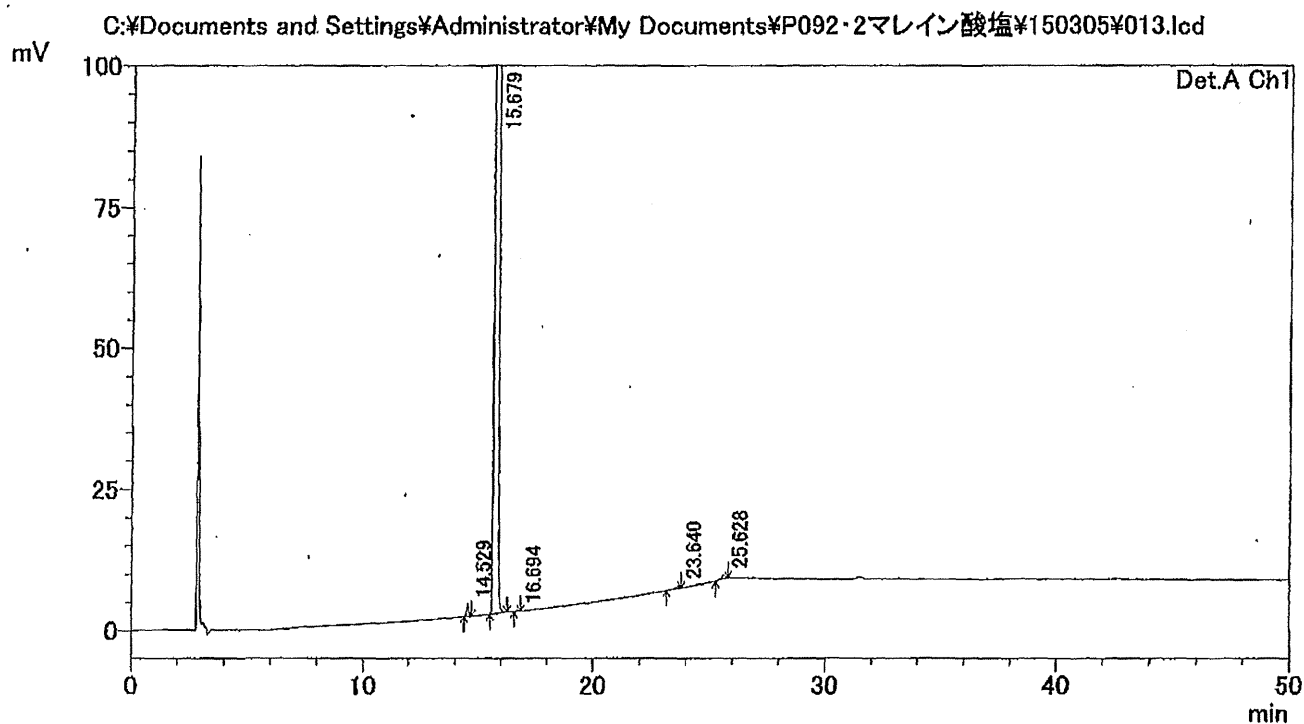
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1.	✓ 14.527	✓ 11636	2145	0.088
2	✓ 15.678	✓ 13188852	2093765	99.810
3	✓ 16.693	✓ 1724	253	0.013
4	✓ 23.636	✓ 4216	474	0.032
5	✓ 25.624	✓ 7518	714	0.057
合計		13213946	2097351	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.15002n=2
 バイアル番号: 4
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 013.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :
 分析日時 : 2015/03/06 7:46:45

<クロマトグラム>



1 Det.A Ch1/254nm

<ピークレポート>

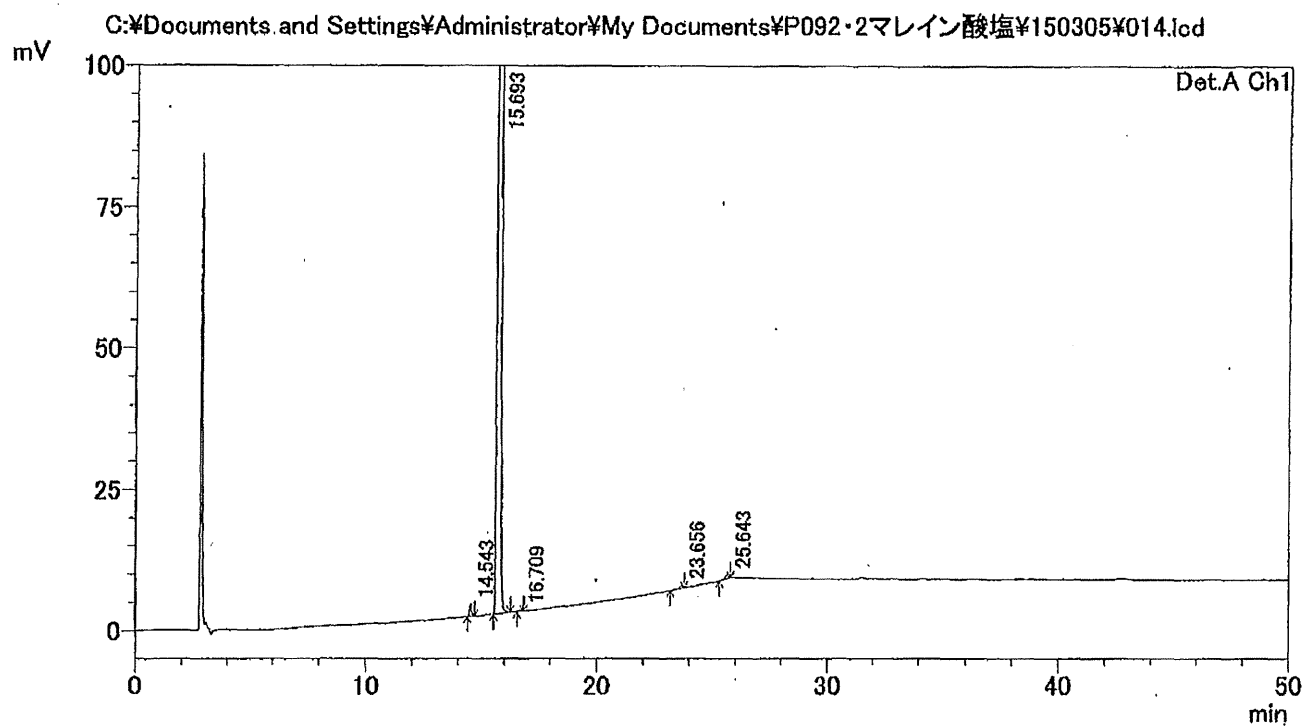
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓ 14.529	✓ 11659	2140	0.088
2	✓ 15.679	✓ 13176457	2090658	99.809
3	✓ 16.694	✓ 1738	258	0.013
4	✓ 23.640	✓ 4464	486	0.034
5	✓ 25.628	✓ 7416	703	0.056
合計		13201734	2094245	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 : No.15002n=3
 バイアル番号: 4
 注入量 : 5 μ L
 データファイル: 014.lcd
 メソッドファイル:150304類縁物質.lcm
 コメント :
 分析日時 : 2015/03/06 8:45:19

<クロマトグラム>



<ピークレポート>

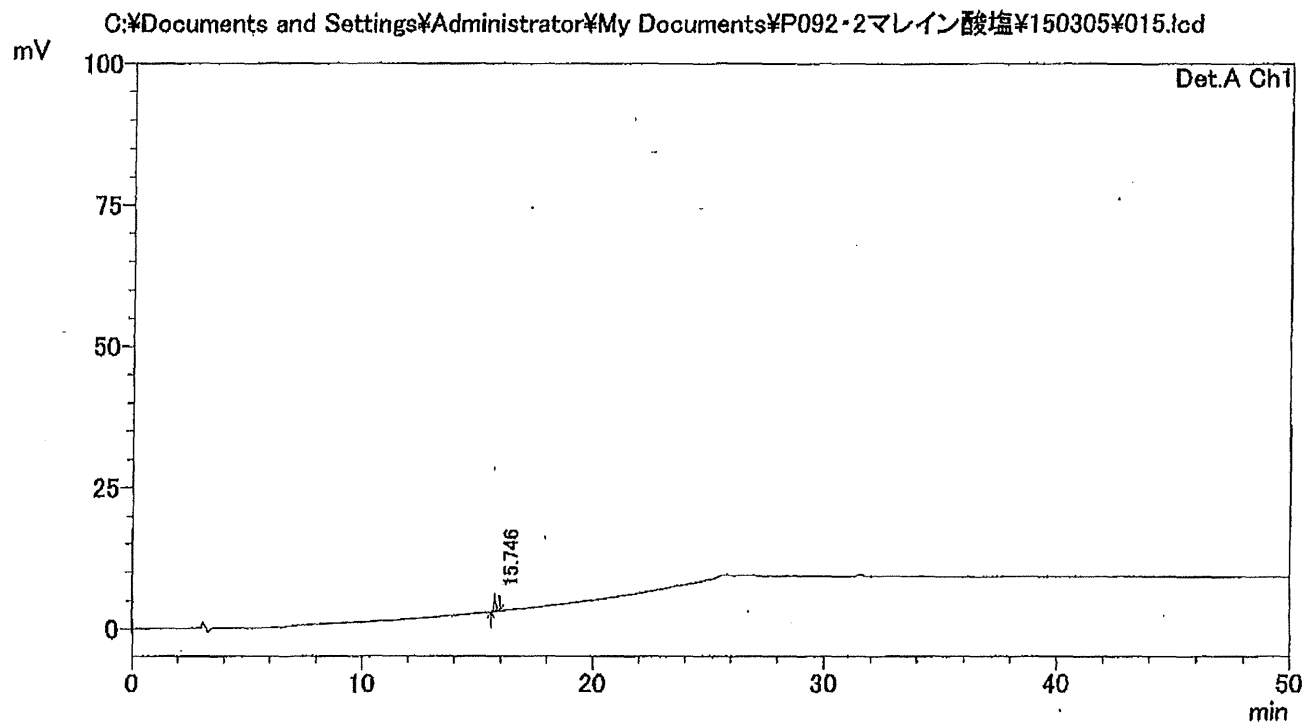
検出器A Ch1 254nm

ピーク	保持時間	面積	高さ	面積%
1	✓14.543	✓11609	2153	0.088
2	✓15.693	✓13184213	2102932	99.817
3	✓16.709	✓1725	255	0.013
4	✓23.656	✓4176	475	0.032
5	✓25.643	✓6660	680	0.050
合計		13208384	2106494	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: 2
 注入量 : 5 uL
 データファイル: 015.lcd
 メソッドファイル: 150304類縁物質.lcm
 コメント : システム適合性(回収)
 分析日時 : 2015/03/06 9:43:54

<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	✓15.746	✓18103	3109	100.000
合計		18103	3109	100.000

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

ファイル名: C:\...Administrator\My Documents\P092・2マレイン酸塩\150304\150304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

<<オートサンプリング>>

型名 : SIL-20AG
オートサンプリングの使用 : 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
コントロールパイプ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
ポラリティ : +
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
レンジョレンジ : 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>		時間(min)	処理命令	値
チャンネル		: Ch1 254nm		
No. 有効				
1 [Yes]		0.000	Integration Off	
2 [Yes]		4.000	Integration On	
3 [No]		27.353	Integration Off	
4 [No]		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 : ウィンドウ
ウィンドウ : 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>

<<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

測定日	時間	SNo.	MNo.	コンテ	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
2015/03/02	15:09	27	12	12	P092・2マレイン酸塩	No. 15002	0.50300	214.5	mV	13.529	99.2623	%
2015/03/02	15:05	26	12	12	P092・2マレイン酸塩	No. 15001	0.50280	241.5	mV	13.549	99.4487	%
2015/03/02	15:00	25	3	3	0.1mol/L過塩素酸 Samp. B.	Sample Blank n=2	0.00000	363.6	mV	0.003	0.0030	ml
2015/03/02	14:57	24	3	3	0.1mol/L過塩素酸 Samp. B.	Sample Blank n=1	0.00000	335.5	mV	0.004	0.0040	ml
2015/03/02	11:10	7	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=4	0.37353	255.4	mV	18.215	1.0040	Fact
2015/03/02	11:05	6	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=3	0.37314	254.8	mV	18.176	1.0051	Fact
2015/03/02	11:00	5	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=2	0.37310	255.1	mV	18.177	1.0050	Fact
2015/03/02	10:55	4	1	1	0.1mol/L過塩素酸 Fact.	Factor n=1	0.37356	254.9	mV	18.224	1.0036	Fact
2015/03/02	10:43	2	2	2	0.1mol/L過塩素酸 Fact. B.	Factor Blank n=2	0.00000	428.1	mV	0.002	0.0020	ml
2015/03/02	10:39	1	2	2	0.1mol/L過塩素酸 Fact. B.	Factor Blank n=1	0.00000	391.4	mV	0.001	0.0010	ml



LC-P45 U3.10(c)Mettler02

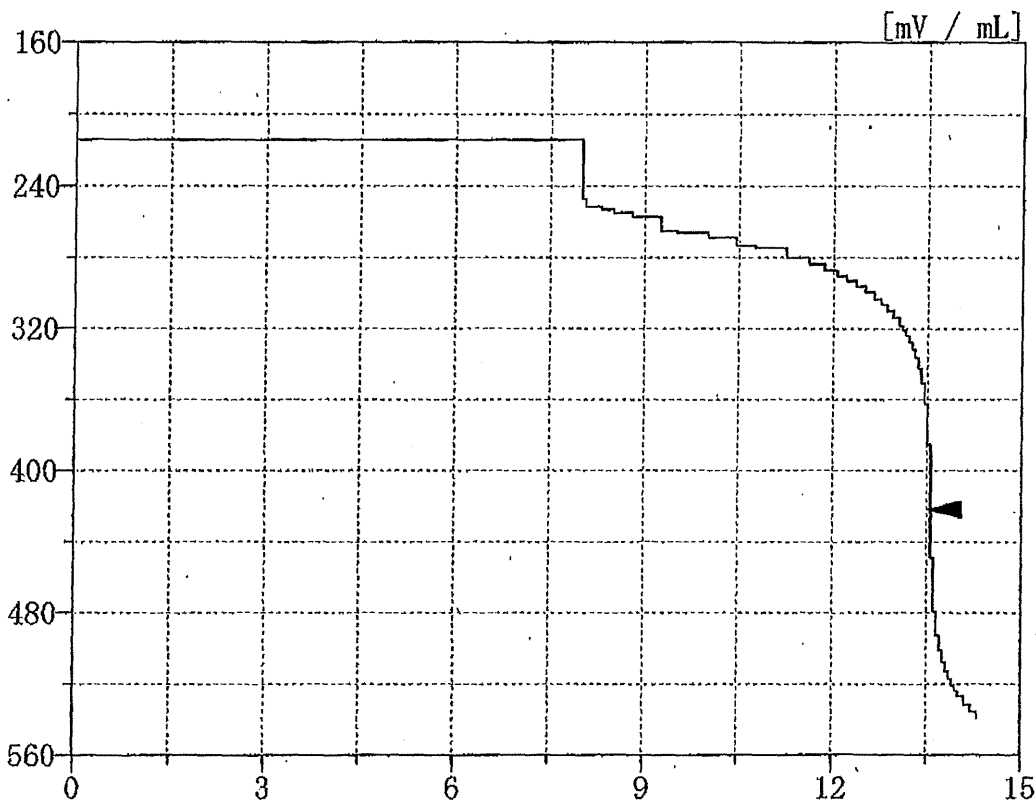
03/02/2015 14:20:18

0.5028 g 15001

0.5030 g 15002



測定日時 2015/03/02 15:09
 分析名 P092・2マレイン酸塩
 TS No. 1
 サンプルNo. 27
 IDコード No.15002
 マスタファイル 12
 コンディション 12

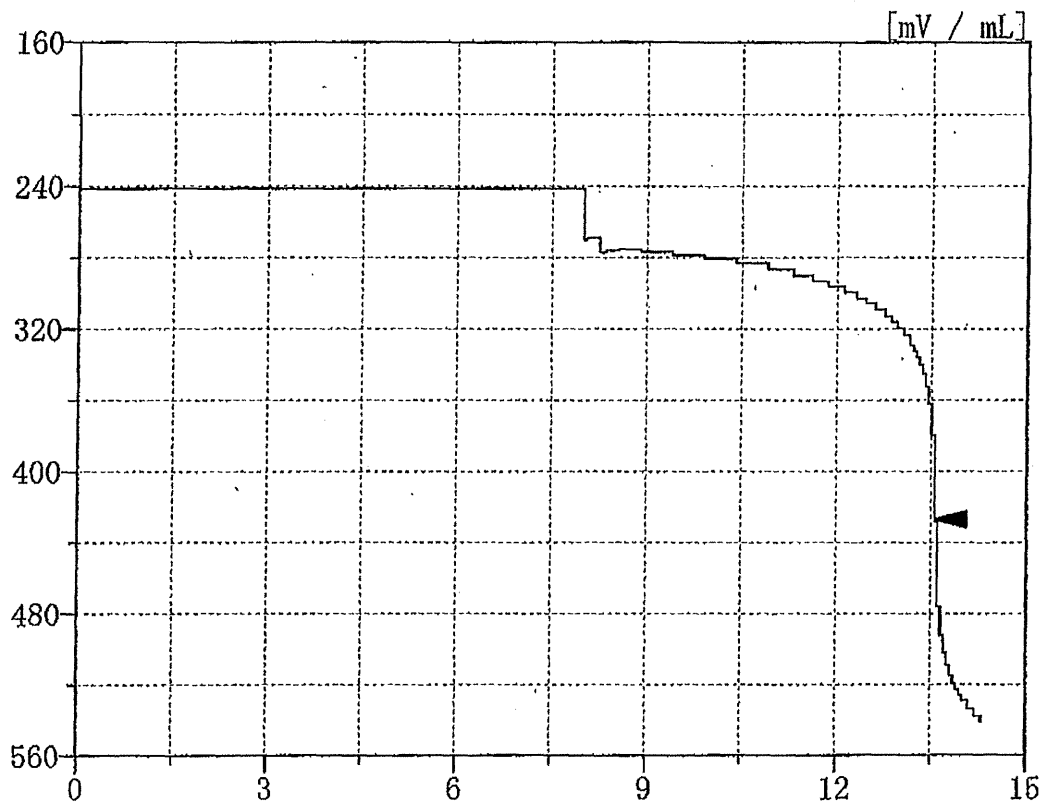


初期mV 214.5 mV
 終点mV 421.9 mV
 滴定mL 13.529 mL
 微分値 901 ΔE/ΔmL
 試料量 0.50300 g
 *濃度 99.2623 %

コンディションNo. 12
 S:試料量 0.50300 g 結果単位 %
 B:ブランクmL 0.0035 mL 計算式 (D-B)*K*F/(S*10)
 M:滴定液濃度 0.1000 mol/L 小数点以下桁数 4
 F:ファクタ 1.00470 滴定液名 0.1mol/L 過塩素酸
 K:係数1 36.7420 電極名 GE-101, RE-201
 L:係数2 0.00000 自動入力先パラメータ 無し

mL	mV	ΔE/ΔmL	mL	mV	ΔE/ΔmL
13.450	362.8	241	13.600	479.3	604
13.500	385.4	452	13.650	492.8	270
13.550	449.1	1274			

測定日時 2015/03/02 15:05
 分析名 P092・2マレイン酸塩
 TS No. 1
 サンプルNo. 26
 IDコード No. 15001
 マスタファイル 12
 コンディション 12



初期mV 241.5 mV
 終点mV 427.0 mV
 滴定mL 13.549 mL
 微分値 815 ΔE/ΔmL
 試料量 0.50280 g
 *濃度 99.4487 %

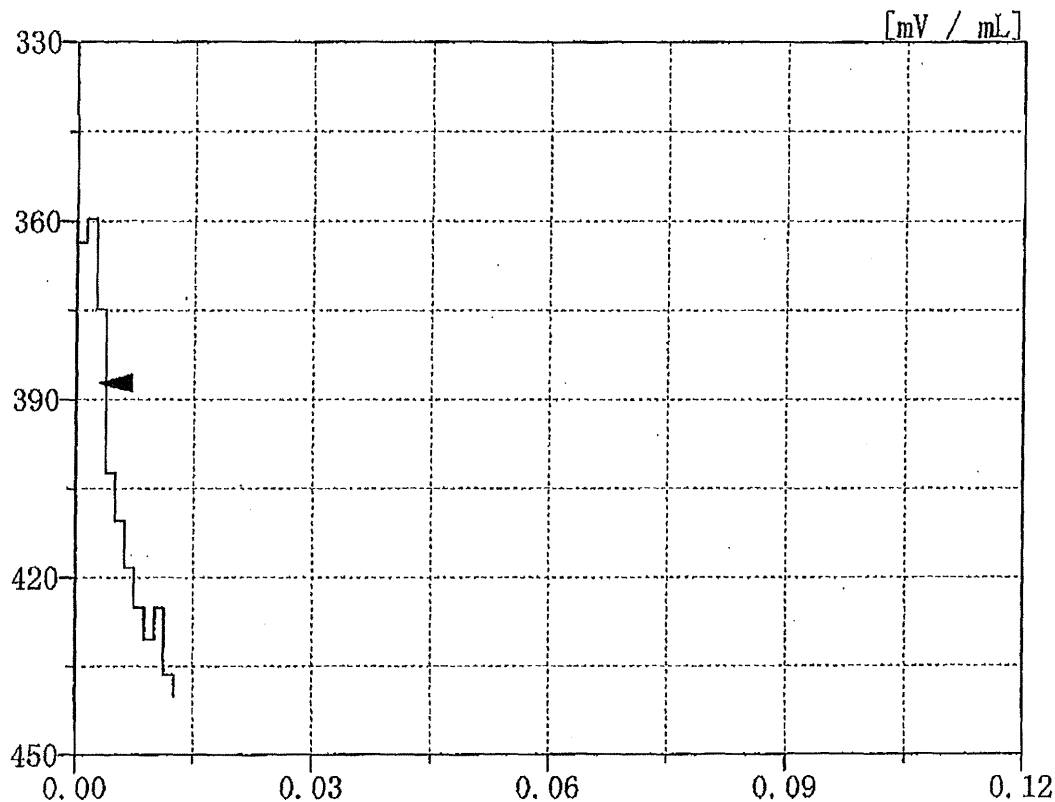
コンディションNo. 12

S:試料量 0.50280 g
 B:ブランクmL 0.0035 mL
 M:滴定液濃度 0.1000 mol/L
 F:ファクタ 1.00470
 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	361.9	187	13.600	476.1	960
13.500	379.4	351	13.650	492.7	331
13.550	428.2	975			

測定日時 2015/03/02 15:00
 分析名 0.1mol/L過塩素酸 Samp. B.
 TS No. 1
 サンプルNo. 25
 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 363.6 mV
 終点mV 387.3 mV
 滴定mL 0.003 mL
 微分値 15674 $\Delta E / \Delta mL$
 試料量 0.00000 g
 *濃度 0.0030 mL

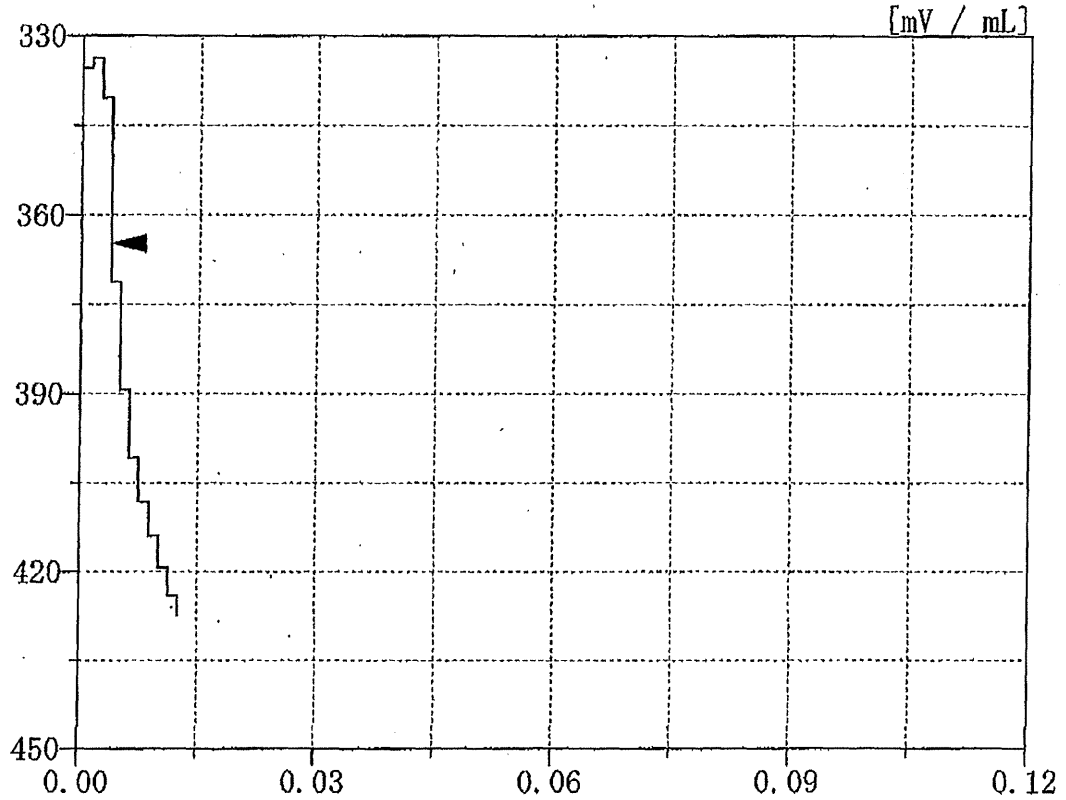
コンディションNo. 3

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	$\Delta E / \Delta mL$
0.001	359.7	3114	0.005	410.5	6466
0.003	374.9	12212	0.006	418.4	6333
0.004	402.4	22010			

測定日時 2015/03/02 14:57
 分析名 0.1mol/L過塩素酸 Samp. B.
 TS No. 1
 サンプルNo. 24
 IDコード Sample Blank n=1
 マスタファイル 3
 コンディション 3



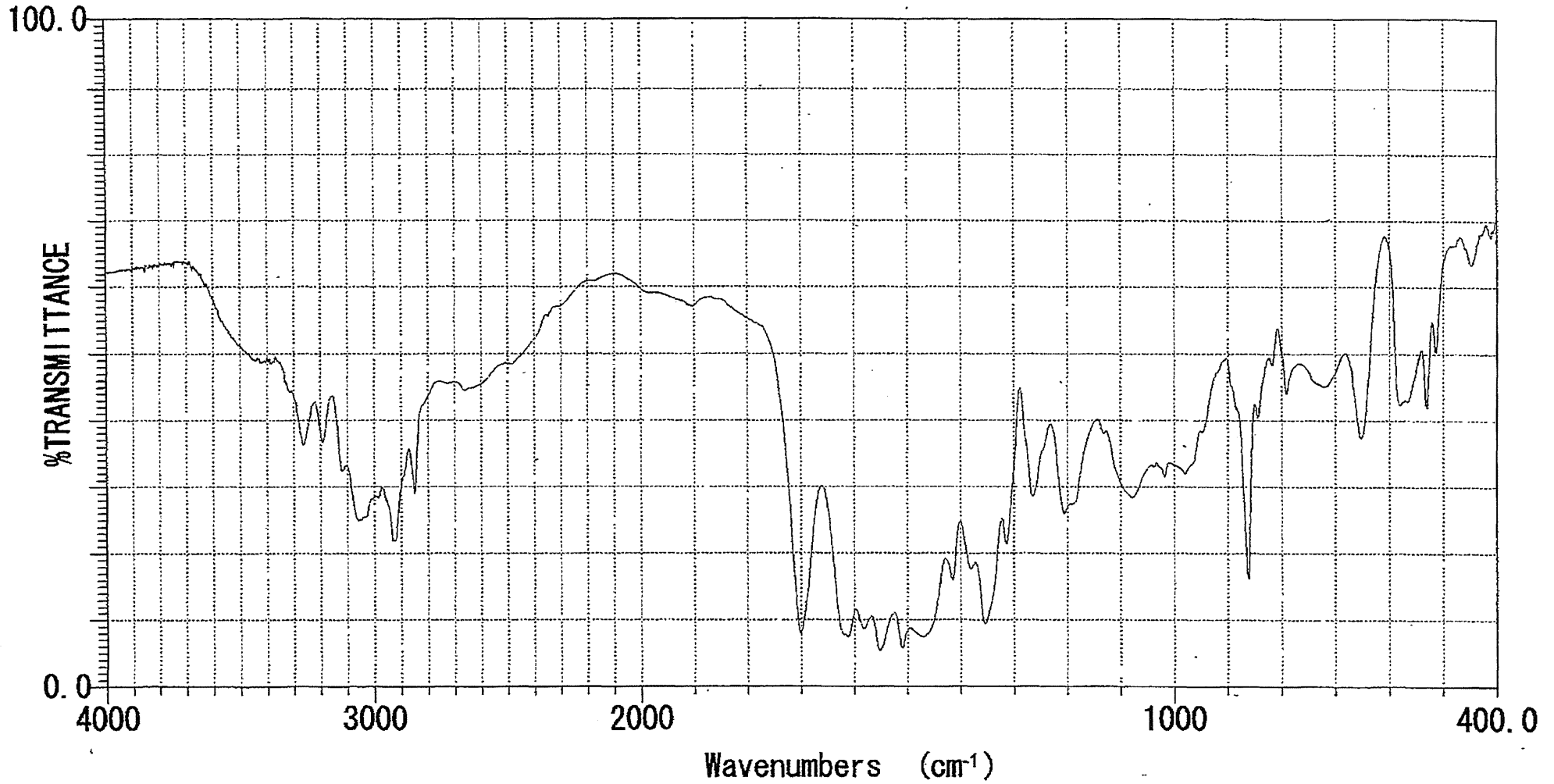
初期mV 335.5 mV
 終点mV 364.8 mV
 滴定mL 0.004 mL
 微分値 17290 ΔE/ΔmL
 試料量 0.00000 g
 *濃度 0.0040 mL

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
0.003	340.4	5225	0.006	400.9	9214
0.004	371.3	24753	0.008	408.3	5900
0.005	389.4	14427			

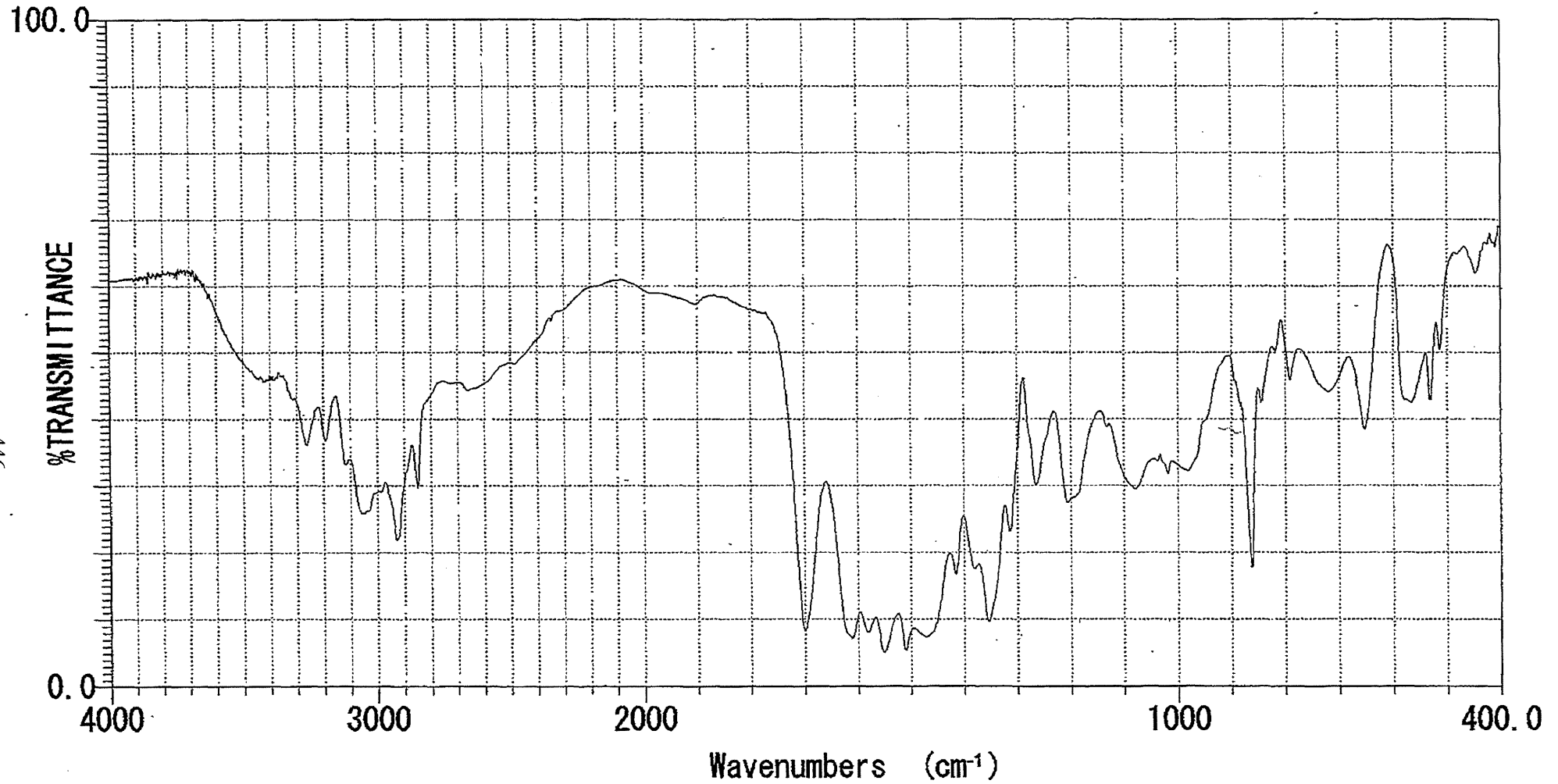


- 445 -

ファイル名 : 150302a
 タイトル : P092・2マリン酸塩 Lot. No. 15001
 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		





- 446 -

ファイル名 : 150302b
 タイトル : P092・2マリン酸塩 Lot. No. 15002
 測定日時 : 2015年03月02日 15時20分08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 3	150302b	P092・2マリン酸塩 Lot. No. 15002

