



受託分析 GMP/GLP品質管理のための: アミノ酸組成分析・キラル(DL)分析

1. GC-MSを用いたペプチド・アミノ酸・タンパク質光学純度の精密検定

参照 P/N	A400, A401, A402, A403, A430, A440, A450, A460, A770, A771, A790, A791, A793
基本料金	お問合せ下さい
ご提供する結果	ペプチド構成アミノ酸の精確な光学純度 (加水分解中のラセミ化を除く) 1. 光学純度 (DL含量) 2. アミノ酸含有量 (mg/g, μmol/g) 3. 含まれるアミノ酸の残基数 4. ペプチド含有量
納期	20~30営業日
推奨検体量	5 mg (粉体または凍結乾燥品)
必要な情報	・アミノ酸配列あるいは分析するアミノ酸を特定する ・保護基が存在する場合はその情報 ・予想ペプチド含有量 ・ペプチドの分子量 (ペプチド含有量が正確に解析できます) 【情報が無くても分析は可能ですが予備分析は必要のため、費用が増大します】

エナンチオマーラベリング法 (ELAB) で測定するため、含有アミノ酸の絶対量の定量が可能です。分析は2回行い、2回目は内部標準のアミノ酸と一緒に分析します。ELABは、ペプチド、タンパク質中のSer, Thr, Trp, Tyrなどのアミノ酸も正確に定量分析できる方法です。通常加水分解では多少のラセミ化が避けられませんが、重水素塩酸 (6N D₂O/DCl) による加水分解では加水分解中に精製するラセミ体の精確な定量が可能です。アミノ酸は重水素化試薬により誘導体化され、重水素交換中にラセミ化が起こります。MSスペクトルを用いることにより、ペプチド中に最初から存在するD-アミノ酸の割合が計算値で表されます。この方法の定量限界は光学異性体の0.1%、標準偏差は0.1%です。※ただし解析の際には、Glu/Gln, Asn/Asp, Ile/allo-Ile, Thr/allo-Thrはそれぞれ同一のアミノ酸とみなします。分析は各々のアミノ酸それぞれについて測定します。また、非天然アミノ酸でも分析可能です。定量の精度は±10%以下です。なお、エナンチオマーラベル法は、世界でもハイペップ創業者のグループだけが実施している方法であり、ジラステレオマーの解析とは全く異なります。

2. 残存溶媒分析

参照 P/N	A229, A230
基本料金	お問合せ下さい
ご提供する結果	ジオキサン、ピペリジン、DMSO、ジイソプロピルエチルアミン、DMF等の残存有機溶媒分析 ※特殊分析加算あり (例) ジイソプロピルカルボジミド
納期	20~30営業日
推奨検体量	5 mg (粉体または凍結乾燥品)

合成時に使用した溶媒の定量を行います。実は弊社の経験では、合成に使用していない溶媒が検出されたこともあります。これらの問題は品質管理の専門家が受託研究で対応します。別途相談ください。

ご提供する結果： 溶媒含量[ppm], LOD (検出限界), LOQ (定量限界)

3. 残存酢酸・トリフルオロ酢酸の分析

参照 P/N	A212
基本料金	お問合せ下さい
ご提供する結果	TFA, 酢酸含量[ppm], LOD (検出限界), LOQ (定量限界)
納期	20~30営業日
推奨検体量	5mg 光学純度測定とは別に必要 (粉体または凍結乾燥品)

カウンターイオンや共有結合のように結合した酢酸とトリフルオロ酢酸の測定を行います。精製時に使用した溶媒や環境からの混入された有機酸の定量です。別途コンサルテーション業務で品質管理の専門家にご相談に応じます。測定の標準偏差は0.1%、濃度範囲は±7%です。

4. 含水定量 (ペプチドタンパク質中の水分定量)

参照 P/N	A200
基本料金	お問合せ下さい
ご提供する結果	含水量
納期	20~30営業日
推奨検体量	5 mg (粉体または凍結乾燥品)

カールフィッシャー法のような間接的な方法とは異なり、クロマトグラム法では**含有水分を直接測定します**。140℃での熱脱離後、他の揮発性成分から水分を分離し定量します。水分測定は他のヒドロキシル基を含む成分には左右されませんが、また他の揮発性成分は結果に影響しません。

※その他の分析につきましては、見積・注文依頼書にてお問合せ下さい。

参考文献：ペプチド中の微量溶媒の定量法、キラル分析に関する参考論文 (著者：弊社CSO) ご要望によってお送りいたします。

【お取引について】

- ・納期は項目の増加、GMP準拠の分析、受託の混み具合、連続した祝祭日等で変更になります。
- ・当該サービスの精密定量は米国FDAのGMP認可を受けており、バリデーションが確立しています。必要なサンプル量は検出限界値ではありません。
- ・書面の有無にかかわらず、受託は秘密保持下で行います。受託分析はすべて弊社の規程に従います。受託における規定外の契約・覚書書きに関しては有償 (200,000円から) で検討を行います。ただし、受託研究や共同研究は個別の契約等を交わす場合もあります。
- ・原則として分析のためにいただいたサンプルの残りは廃棄し、返却いたしません。特に、残りのサンプルの返却をご希望される場合は返送のための費用を別途いただきます。
- ・当該受託分析で供されるサンプルは粉体 (固体) が原則です。凍結保存が不可欠なもの、気体、液体、人体成分はお受けできません。
- ・5 mg 以上のサンプルが必要です。分析に必要な前処理は別途お見積りさせていただきます。

