



受託 ポリアミド・ペプチド・タンパク質中の残存有機物・有機溶媒の定量分析 Quantitative Determination of Residual Organic Solvents in Peptides/Proteins

残存する揮発性有機溶媒検定法 (USP 467 related method 類似した手法) でガスクロにより分離同定する内部標準を用いて同定する。Almost all solvents used in research. 利点: ほとんど全ての溶媒の定量分析が可能 (分析対象物は次表参照)
当該分析に必要なサンプルは約5mg necessary amounts of samples 5 mg/analysis recommended
分析可能な有機化合物・溶媒: 定量/検出の限界および分析の標準偏差: 1mg 重量の場合

有機溶媒	LOQ	LOD	有機溶媒	LOQ	LOD	有機溶媒	LOQ	LOD
Acetone	38	11	Dimethylformamide	145	43	Pentane	103	31
Acetonitrile	33	10	Dimethylsulfide	48	14	Phenol	62	19
Allylisocyanate	113	34	Dimethylsulfoxid	45	13	Piperidine	371	111
Anisole	8	3	Dioxane	100	70	n-Propanol	62	19
Benzene	33	10	Ethandithiole	343	103	Pyridine	61	18
Benzylalkohol	197	59	Ethanol	58	18	t-Butanol	39	12
n-Butanol	63	19	Ethylacetate	45	14	T-Butyl-Methylether	45	13
2-Butanol	60	18	2-Ethylbutanol	135	40	Tert-Butylnitrite	121	36
Butylacetate	33	10	Heptane	33	10	Tetrahydrofurane	57	17
Chloroform	175	52	HFIP	898	269	Thioanisole	84	25
Cyclohexane	57	17	n-Hexane	61	18	Toluene	28	8
1-Decanole	169	51	Isohexane(I)	44	13	Triethylamine	129	39
Dichlormethane	76	23	Isohexane(II)	44	13	Triethylsilane	25	7
Diethylamine	250	75	Isohexane(III)	44	13	Triisopropylsilanol	42	13
Diethylether	29	9	Isopropanol	42	12	Triisopropylsilane	65	20
Diisopropylamine	166	50	Isopropylacetate	43	13	Xylene(I)	28	8
Diisopropylcarbodiimide	55	17	Methanol	44	13	Xylene(II)	28	8
Diisopropylether	53	16	Methylethylketone	59	18	Xylene(III)	28	8
Diisopropylethylamine	59	18	Methylidid	157	47	DMPU	101	30
1,2-Dimethoxyethane	125	38	n-Methylmorpholine	82	25	Sulfolane	79	24
Dimethylacetamide	21	6	n-Methylpyrrolidone	81	24			

Analysis:

Two samples are prepared:

- About 1 mg of sample is dissolved in 50 μ l solvent free DMSO containing about 3000ppm Dioxane. The sample is shaken vigorously for a minute using a Vortex shaker.
- The reference solution contains 200 ppm to 5000 ppm of the solvents to be determined in 50 μ l of solvent-free DMSO containing about 3000 ppm of dioxane.
- 50 μ l of solvent-free DMSO containing about 3000 ppm of dioxane (internal standard solution).

The first sample is injected to calculate the content of the solvents using the internal standard method, the second to determine the retention times and/or response factors, the third to verify that the solvents are not present in the internal standard solution.

分析 : in Japanese

準備サンプル2点: 約1mg : DMSO 50 μ l 約3000ppmジオキサンの攪拌1分, 200ppm~5000ppm ほとんど全ての溶媒の定量分析が可能 (分析対象物は表参照), 当該分析に必要なサンプルは約 5 mg

a.コード229によって、以下の溶媒を決定します:

メタノール、エタノール、ジエチルエーテル、アセトン、2-プロパノール、t-ブタノール、ジクロロメタン、アセトニトリル、メチル第三ブチルエーテル、n-ヘキサン、ジイソプロピルエーテル、メチルエチルケトン、酢酸エチル、2-ブタノール、クロロホルム、THF、シクロヘキサン、酢酸イソプロピル、ヘプタン、n-ブタノール、トルエン、ピリジン、酢酸ブチル、ジメチルホルムアミド、チオアニソール、メチルピロリドン、イソヘキサン、トリエチルアミン、2-エチルブタノール、キシレン、トリイソプロピルシラン、フェノール、ジイソプロピルアミン (DIPEA)、ジイソプロピルアミン (DIPA)

b.コード231によって、上記の溶媒に加えて分析します:

ジオキサンの、アニソール、ジメチルアセトアミド (DMAA)、ジイソプロピルカルボジイミド (DIC)、ジメチルスルホキシド (DMSO)、トリエチルアミン、ピペリジン、トリイソプロピルシラン、フェノール
DICやホルムアルデヒドのような高い反応性を有する溶媒を決定するためには、LOQを確認することが必要です。

Methods:

a. With the code 229 we determine the following solvents:

Methanol, ethanol, diethylether, acetone, 2-propanol, t-butanol, dichloromethane, acetonitrile, methyl-t-butyl ether, n-hexane, diisopropylether, methyl-ethylketone, ethylacetate, 2-butanol, chloroform, tetrahydrofuran, cyclohexane, isopropylacetate, heptane, n-butanol, toluene, pyridine, butylacetate, dimethylformamide, thioanisole, n-methyl-pyrrolidone, i-hexane, triethylamine, 2-ethylbutanol, xylene, triisopropylsilane, phenole, diisopropylamine (DIPEA), diisopropylamine (DIPA)

b. With the code 231 we analyze in addition to the above mentioned

solvents: dioxane, anisole, dimethylacetamide (DMAA), diisopropylcarbodiimide (DIC), diethylsulfoxide (DMSO) or in high sensitivity triethylamine, piperidine, triisopropylsilane or phenol. For determination of highly reactive components like DIC or formaldehyde spiking experiments are necessary to confirm the LOQ.

What we need: 5 mg of the sample

