

GT-Applikation GT-LS-118

Stichworte: Life Science, Peptide, Synthese, Probenaufreinigung nach HPLC, organische Lösungsmittel, Ethanol-Wasser, Lagerung, Trifluoressigsäure, Weithalsfilterflaschen

Lyophilisation von Peptiden nach Synthese und HPLC-Reinigung mit Ethanol als Laufmittel

Anwendung/Einsatzbereiche:

Servicelabor Methodenservice für das Institut: Lyophilisation von Peptiden zur Lagerung, 1. Rohprodukt nach Synthese 2. Nach HPLC-Aufreinigung

Verfahrenstechnik (Übersicht):

• Produktbezeichnung	Peptide
• Art des Lösungsmittels, ca. Anteil Trockenmasse	Wässrig, Wässrig-Ethanol (bis 70 %)-TFA, Anteil Trockenmasse max. 0,5 %
• Art der Gefäße, Anzahl Proben, Volumen je Probe	Weithalsfilterflaschen V= 100 ml- 500 ml, im Durchschnitt 3 Proben/Run
• Gerätetyp /Ausstattung	ALPHA 2-4 LSC mit Plexiglashaube und beheizbaren Stellflächen
• Einfrieren (Ort, Temp.bereich, Gefrierpunkt?)	In Trockeneis/Isopropanol, Gefrierpunkte nicht bestimmt
• Verfahren Kolbentrocknung /inside /outside /Epsilon*	outside
• Vakuum Haupttrocknung (volle Leistung oder geregelt)	30 mbar, geregelt
• Temp. der Stellfläche, Programmbetrieb?	26 °C
• Zeitdauer der Haupttrocknung (T_{SF}/t)	Über Nacht
• Nachtrocknung? Vakuum?	Ja, 4 h, 14 mbar

Ergebnis und Anmerkungen:

In der Methodenüberarbeitung konnte das gesundheitsschädliche Acetonitril als HPLC-Laufmittel durch Ethanol ersetzt werden. Die Anschaffung einer neuen GT- Anlage mit beheizbaren Stellflächen ermöglicht gleichzeitig die relativ schnelle Entfernung des Laufmittels in einem Arbeitsgang in der GT.
Es wurde eine größere Vakuumpumpe (20 m³/h) eingesetzt, um das Auftauen der Ethanolproben am Beginn des Prozesses in der Phase des Vakuumaufbaus zu verhindern.

*Erläuterungen

Verfahren inside	(Einfrieren und) Trocknung innerhalb der Eiskondensationskammer
Verfahren outside	Einfrieren separat (z.B. Gefrierschrank), Trocknung außerhalb des Eiskondensators, z.B. mit Plexiglashaube
EPSILON	Anlagentyp mit rechteckiger Produktkammer, Frontlader