

5.その他

Trifluoroacetic acid (TFA) 試薬 製品仕様書

シリル化剤触媒 (T496027)

トリフルオロ酢酸 (trifluoroacetic acid, TFA) は多方面に有用な試薬である。TFAの主な使用法は、糖のシリル化における触媒、比較的大きなペプチドの精製用、イオンペア試薬、液体クロマトグラフィー用移動相への添加剤として利用される。

特徴/有用性

触媒: 酸触媒の少量添加は反応速度と収量を向上させる。酸触媒下、シリル基供与体のプロトン化はSi-X結合 (X基は脱離基) を弱める。TFA の誘導体は安定で、揮発性に富む。HMDSとTFAの組み合わせ使用は、塩化アンモニウム生成を押しやる。

イオンペア試薬: イオンペア逆相クロマトグラフィーにおけるイオンペア試薬としての使用は、ペプチドやタンパク質の極性差を拡大し、分離を向上させる。タンパク質の変性を避けるために、0.1% (v/v) 以下の濃度で使用する。

移動相添加剤: 逆相クロマトグラフィーにおいて、TFAの添加は、検出しやすくするイオン、固定相との親和性を上げるイオンを提供し安定化する。試料の分析システムへの注入は、平衡状態を乱し、検出されるイオン成分の分布に影響を与えるが、この影響を押しやることができる。

一般的な作業手順

ここに示すものは一般的な作業手順であるが、実際のアプリケーションに簡単に転用できる。シリル化剤を使用する時は、必ず安全上の注意を払うこと。特定の取り扱い情報についてはMSDS (物質安全データシート) を参照すること。TFAは湿気に対して極めて敏感であるため、乾燥雰囲気を取り扱う必要がある。

シロップ中の糖質

1. 1mLの反応容器に、60~70mg (80%可溶性糖質シロップ) の試料を秤量し、ピリジン1mLに溶解させる。
2. 900uLのHMDS、次に100uLのTFAを加える。30秒間振とう後、15分間静置する (時々振とうを行う)。一部をGC分析する。

反応手順

60~70mgの試料 (1mLの反応容器)

- ▼ ピリジン1mLを加え、溶解
- ▼ 900uLのHMDS、次に100uLのTFAを添加
- ▼ 30秒間振とう後、15分間静置 (時々振とうする)

誘導体化された試料

誘導体化に要する反応時間は化合物によって異なる。誘導体化反応終了の見極めは、一定時間毎に反応溶液を少量採取し、生成物ピーク (GC分析) が上昇しなくなることをもって確認する。

アフラトキシン

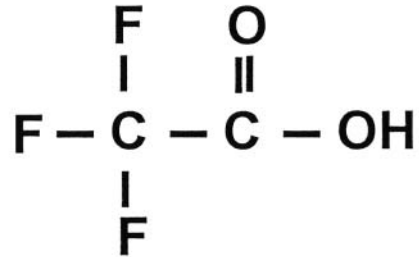
(AOAC Method 990.33, Official Methods of Analysis, 16th. Ed. 1995)

1. アフラトキシンを含む抽出試料をスクリュウキャップバイアルにとる。クリーンな窒素をフラッシュし、試料を乾燥させる。
2. 200uLのヘキサンを加え、アフラトキシンを再可溶させる。
3. 50uLのTFAを加え、キャップをする。30秒間、ボルテックスミキサーで攪拌後、5分間静置する。
4. 2.0mLの脱イオン水/アセトニトリル (9:1) を加える。30秒間、ボルテックスミキサーで攪拌後、静置して2層に分離するのを待つ。
5. 下層の水層を抽出する。この層にアフラトキシンが存在する。0.45umのシリンジチップタイプのフィルターでろ過後、一部を採取し、LCで分析する。

特性

Trifluoroacetic acid(TFA)

構造式



CAS Number: 76-05-1

分子式: CF₃COOH

式量: 114.02

沸点bp: 72.4°C

比重d: 1.480

屈折率n_D: 1.4010 at 20°C

性状: 無色透明な液体、湿度の影響を受けやすい

796-0342

反応手順

抽出試料 (スクリュウキャップバイアル)

- ▼ 窒素フラッシュで乾燥
- ▼ 200uLのヘキサンを加え、アフラトキシンを再可溶
- ▼ 50uLのTFAを加え、キャップをする
- ▼ 30秒間、ボルテックスミキサーで攪拌後、5分間静置
- ▼ 2.0mLの脱イオン水/アセトニトリル (9:1) 添加
- ▼ 30秒間、ボルテックスミキサーで攪拌後、静置
- ▼ 下層の水層を抽出
- ▼ 0.45umフィルターでろ過

誘導体化された試料

毒性-危険性-保存性-安定性

TFAは湿度に敏感な液体である。眼、皮膚、呼吸器官に対し刺激性がある。発火源から離れ、乾燥し通気の良い場所で、遮光性の茶褐色瓶またはアンプルに入れ室温で保存する。使用時は、火気厳禁で、換気の良い場所で作業する。

この試薬は、保存状態がよければ長期間安定であり、ラベルには未開封製品の推奨保存条件が表示してある。湿気は試薬と誘導体化物の両方を分解してしまう。湿気から保護するためスベルコではこの製品を窒素下で包装している。開封使用後に再び保存する場合は乾燥剤を使用して保存すること。再使用する前に、変性しているか否かを確認すること。

製品情報

商品名	型番
-----	----

TFA

10×1mL	33077
25mL	33075
100mL	33076

Microreaction Vessels with Hole Caps and Septa

1mL, (12個入)	33293
3mL, (12個入)	33297
5mL, (12個入)	33299

文献

Handbook of Analytical Derivatization Reactions,
D.R. Knapp 23561

参考資料

K. Blau and J. Halket *Handbook of Derivatives for Chromatography* (2nd ed.) John Wiley & Sons, New York, 1993.

D.R. Knapp *Handbook of Analytical Derivatization Reactions* John Wiley & Sons, New York, 1979.

M. Morvai, P. I. MonInar *Simultaneous Gas Chromatographic Quantitation of Sugars and Acids in Citrus Fruits, Pears, Bananas, Grapes, Apples and Tomatoes* *Chromatographia*, 34 (9-10): 502-504 (1992).

G.W. Chapman, R.J. Horvat *Determination of Non-volatile (Organic) Acids and Sugars from Fruits and Sweet Potato Extracts by Capillary GLC and GLC-MS*, *J. Agric. Food Chem.*, 37 (4): 947-950 (1989).

P. Englmaier *High Resolution GLC of Carbohydrates as Their DithioacetalTrimethylsilylates and Trifluoroacetates* *J. High Res. Chromatogr.*, 13 (2), 121-125 (1990).