

水相分子尺寸排阻色谱柱  
**TSKgel SuperMultiporePW 系列**  
**TSKgel SuperOligoPW**

使用说明书





东曹株式会社

## 安全注意事项

为防止财产损失、确保个人安全，请在使用本产品之前，仔细通读本说明书。

### [注意标签]

标签	说明
 <b>警告</b>	警告用户可能存在严重受伤或死亡的危险。
 <b>注意</b>	警告用户可能存在设备损坏或受伤的危险。

### **警告**

#### ■ 远离火源

使用易燃溶剂时，请务必小心。否则可能会导致火灾、爆炸或中毒。

### **注意**

#### ■ 使用环境必须通风良好

如果通风不良，易燃或有毒溶剂可能会导致火灾、爆炸或中毒。

#### ■ 请勿喷洒溶剂

溶剂发生喷洒或泄漏可能会导致火灾、触电、中毒、受伤以及腐蚀。  
清除漏出的溶剂时，请佩戴合适的护具。

#### ■ 请佩戴护目镜和防护手套

有机溶剂和酸属于有害物质，切勿直接接触皮肤。

#### ■ 请小心处理包装

处理不当可能会导致产品破裂或溶剂飞溅。

#### ■ 请勿将本产品用于其他目的

本产品仅可用于分离和提纯，请勿用于其他用途。

#### ■ 请确认化合物的安全性

请确认分离和提纯后的化合物和溶剂安全可靠。

#### ■ 正确废弃

请根据当地法律法规正确废弃。

### **注**

#### ■ 请妥善保管本说明书，以便日后参阅。

## 填料操作注意事项

急救	吸入	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请将患者转移到空气清新的区域，并用清水反复清洗口部。</li></ul>
	皮肤接触	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请用肥皂和清水反复冲洗接触位置。</li></ul>
	眼睛接触	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请尽量睁大眼睛，并用清水冲洗至少十五分钟。</li><li>• 请立即就医。</li></ul>
	摄食	<ul style="list-style-type: none"><li>• 立即用清水反复漱口。</li><li>• 请立即就医。</li></ul>
操作和保存	通风	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请保证充分通风，确保空气中有机溶剂的浓度在规定范围。</li></ul>
	柱子操作	<ul style="list-style-type: none"><li>• 野蛮操作可能会损坏柱子。</li></ul>
	佩戴适当的护具	<ul style="list-style-type: none"><li>• 使用本产品时，请佩戴防溶剂手套和护目镜。操作本产品时，最好能够使用防毒面具、防护服和橡胶靴。</li></ul>
	保存	<ul style="list-style-type: none"><li>• 运输或保存本产品时，如果使用了易燃溶剂，请远离火源和热源。</li></ul>
	防止火灾	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请勿让填料接触火源或热源。</li></ul>
处理废弃物	处理方法	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请根据当地法律法规正确废弃。</li></ul>
	一般注意事项	<ul style="list-style-type: none"><li>• 请务必遵守与本产品的操作和保存相关的所有安全注意事项。</li></ul>
	废弃时的注意事项	<ul style="list-style-type: none"><li>• 本产品可以进行焚烧处理。</li><li>• 使用本产品时，应采取适当的措施处理氮氧化物。</li></ul>

填料：易燃性填料（乙烯基共聚物）

出厂溶剂：超纯水（溶剂在接近 0 °C 时会凝固，请注意保存时的温度）

## 目 录

1. 简介 .....	1
2. 打开包装 .....	1
3. 色谱柱部件 .....	1
4. 安装色谱柱 .....	2
5. 色谱柱的维护 .....	3
6. 溶剂的选择和准备 .....	4
7. 流速 .....	6
8. 温度 .....	6
9. 准备样品 .....	7
10. 理论塔板数和不对称因子的计算方法 .....	7
11. 保护柱 .....	8
12. 故障排除 .....	9
13. 质量标准和质量保证 .....	10

## 1. 简介

TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱属于高效半微型 SEC 色谱柱，使用的填料为亲水性聚合物。使用前，请仔细阅读本使用说明书，确保正确使用色谱柱，以便充分发挥产品的性能。

## 2. 打开包装

请先确认包装外观及色谱柱是否完整。



图 1 包装外观

然后确认色谱柱配有以下文件：

使用说明书	1 份
检测报告（Inspection Data）	1 份

## 3. 色谱柱部件

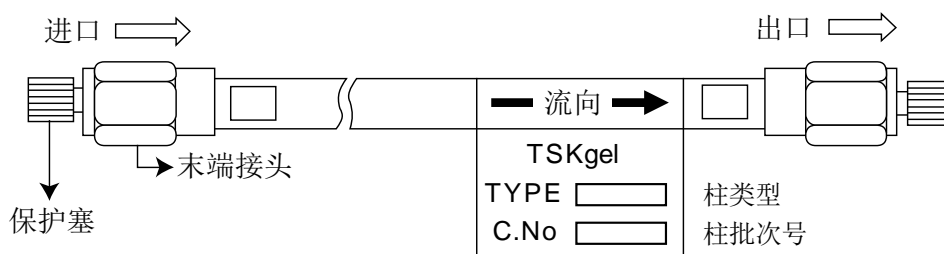


图 2 色谱柱部件

## 4. 安装色谱柱

### 4-1 连接色谱柱部件

确认柱标牌上的产品名称正确无误。每根色谱柱都配有一个连接螺母用于连接 1/16 英寸的管路。连接螺母以美国标准的压缩接头和金属环方式设计的。

### 4-2 进液方向

根据图 2 中色谱柱柱标牌上的或蚀刻的箭头方向确认色谱柱的进液方向。仅可从进口侧向色谱柱注入溶剂。只有按色谱柱上标示的进液方向进行进液时，才能获得色谱柱的最佳分辨率。

### 4-3 防止气泡进入色谱柱

请使用流动相清除管路中的所有空气，这有助于防止空气进入色谱柱。管路中的空气会对柱效造成严重损害。

### 4-4 色谱柱的连接顺序

系统中需要同时安装样品柱和参比柱时，请先安装参比柱。

### 4-5 连接样品柱

确认系统可以顺畅地走液。从色谱柱取下保护塞，小心的将色谱柱进口连接到设备上。请将管路完全插入压缩接头后再拧紧，确保死体积降到最小。请务必将设备中的死体积降到最小。溶剂从色谱柱的出口侧流出后，将色谱柱出口连接到检测器。然后以 0.2 mL/min 或以下的流速注入溶剂，避免色谱柱经受剧烈的压力变化。

### 4-6 连接多根色谱柱

如上所述，使用色谱柱出口侧的末端接头顺次连接多根色谱柱时，请先连上端，后连下端（请使用 1/16 英寸管路连接色谱柱）。为了减少死体积，请使用小截面的管路并将其完全插入末端接头后再拧紧金属环。如果连接后，管路和末端接头之间存在缝隙，则会干扰溶剂的进液，降低分辨率。

## 4-7 测定之前

色谱柱对压降的脉动式变化很敏感，所以请使用没有脉冲的泵。

## 4-8 避免脉动式进液

本款色谱柱很容易受到脉动式进液的影响。请使用没有脉冲的泵。如果必须使用脉动式泵，请在泵的出口侧连接脉冲阻尼器（抵抗管），抵消脉动。

## 5. 色谱柱的维护

### 5-1 测定之后

#### 5-1-1 高温条件下测定

不要在测定结束后，立刻停泵。请继续注入流动相，直至色谱柱的温度降至 20 °C~30 °C 之间。如果在柱温较高时停泵，则可能会由于溶剂收缩，导致空气被吸入色谱柱。

#### 5-1-2 短期保存时

如果需要每天使用色谱柱，可直接流动相保存色谱柱。如果三天以上（含三天）不使用色谱柱，请按 5-2 节的内容保存色谱柱。

#### 5-1-3 使用的溶剂是盐溶液时

请使用超纯水以 0.2 mL/min 的速度清洗系统。超纯水的使用量应大于色谱柱和整个管路系统的体积的总和。

#### 5-1-4 长期保存时（三天或以上）

如果长时间不使用色谱柱，请按 5-2 节的内容保存色谱柱。

## 5-2 保存色谱柱

### 5-2-1 保存方法

请按以下操作保存色谱柱。请使用超纯水清洗色谱柱系统。然后请从设备上取下色谱柱，并使用保护塞封住色谱柱的末端。

### 5-2-2 保存温度

请在温度相对稳定（20 °C~30 °C）的环境下保存色谱柱。保存时，请勿冷冻色谱柱。

## 5-3 阳光直射

请勿将色谱柱直接暴露在阳光下。

## 5-4 腐蚀性气体

色谱柱的保存位置应避免腐蚀性气体。

## 6. 溶剂的选择和准备

### 6-1 替换溶剂

TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱的出厂溶剂为超纯水。使用前，请使用适当的分析用流动相以 0.2 mL/min 或以下的速度替换该溶剂。注意，溶剂成分剧烈变化或频繁替换溶剂可能会降低色谱柱的寿命。

### 6-2 选择溶剂

选择溶剂时，务必要考虑色谱柱的稳定性、样品的溶解度以及如何消除样品与填料之间的相互作用。



### 6-2-1 pH 值范围

20 °C~30 °C环境下，TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱适用的 pH 值的范围较大，为 2.0~12.0。硅胶基质的 SW 系列色谱柱适用的 pH 值范围为 2.5~7.5，与之相比，PW 系列色谱柱则在高 pH 值范围内具有更好的稳定性。

### 6-2-2 盐溶液和缓冲溶液

虽然有些非离子化合物可以使用蒸馏水进行测定，不过考虑到样品中可能存在离子杂质，一般都会使用盐溶液或缓冲溶液进行测定，从而抑制样品与填料之间的相互作用。代表性流动相如下所示。

盐溶液：硫酸钠水溶液，乙酸钠水溶液，磷酸二氢钠水溶液，醋酸铵水溶液，甲酸铵水溶液

缓冲溶液：磷酸盐缓冲溶液，Tris-HCl 缓冲溶液，Tris-醋酸盐缓冲溶液，柠檬酸盐缓冲溶液，

醋酸盐缓冲溶液

水溶液的盐浓度一般应该保持在 0.5 mol/L 以下，防止粘度上升（盐增多引起）和沉淀（温度变化引起）。另外，使用不锈钢色谱柱时，为了延长色谱柱的寿命，应尽量避免接触卤离子。如果使用了此类盐溶液进行了测定，请在测定后，按照 5-1-3 节的内容清洗色谱柱。

### 6-2-3 有机溶剂

TSKgel SuperMultiporePW 系列色谱柱可以使用水溶性有机溶剂的水溶液，如甲醇、乙醇和乙腈。TSKgel SuperMultiporePW 系列色谱柱可以在一般的水溶性有机溶剂中保持稳定的物理性质和化学性质，而且可以在甲醇、乙醇、乙腈、甲酸、二甲基亚砷等的水溶液中进行测定。关于有机溶剂的浓度，为了减小填料膨胀，最好能够将浓度保持在 20 % 以下。但是，如果能够小心地更换溶剂，也可以使用 50 % 的有机溶剂。更改流动相中有机溶剂的浓度时，由于浓度剧烈变化可能会降低柱效，所以请降低流速逐步更换溶液（最好使用梯度方式）。如果需要大幅度变更浓度（例如，0 %→30 %~50 %），请采用梯度法逐渐增加有机溶剂的浓度。

### 6-3 脱气

应对溶剂进行脱气，确保溶剂可以顺畅地注入到色谱柱。

## 7. 流速

TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱推荐流速如表 1 所示。采用水溶液进行测定时，流动相不同，使用的流速和压降也不同。不论使用的是哪种色谱柱，使用的流速和压降都不可超过表 1 中的数值。

表 1 最大流速和压降

产品名称	色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	推荐流速 (mL/min)	最大流速 (mL/min)	最大压降/柱 (MPa)
TSKgel SuperMultiporePW-N	6.0 × 1.5	0.3~0.6	0.6	4.5
TSKgel SuperMultiporePW-M				2.7
TSKgel SuperMultiporePW-H				0.9
TSKgel SuperOligoPW				5.0

## 8. 温度

### 8-1 使用温度

TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱的使用温度为 10 °C~80 °C。

### 8-2 高温条件下测定

使用前，请对溶剂脱气。高温条件下的测定结束后，请务必按照第 5-1 节的内容进行操作，保护色谱柱。

### 8-3 高温条件下测定的优点

主要优点如下。

- (1) 高温条件下，有助于降低溶剂粘度。
- (2) 高温条件下，理论塔板数比 20 °C~30 °C 时高，且分辨率也会提高。

## 8-4 低温条件下的测定

低温条件下的测定有诸多缺点。主要与高温测定时的优点相反。另外，低温测定时溶剂和样品的粘度相较于 20 °C~30 °C 时会更高，所以请降低流速。

## 9. 准备样品

### 9-1 样品含有不溶物和胶状物时

分析前，请使用微孔过滤器（例如，0.45 μm）过滤样品。即使在样品溶液中看不到任何杂质，也可能存在不溶物质。推荐使用微孔过滤器过滤样品。

### 9-2 样品溶液的成分

请将样品溶液的盐浓度、pH 值以及有机溶剂的浓度调整得与平衡溶液一致。当采用梯度洗脱时，请按初始流动相调整样品溶液。如果样品的盐浓度较高，进样前请脱盐。如果样品溶液与流动相混合时会产生不溶物，则不应使用该样品溶液进样分析。

## 10. 理论塔板数和不对称因子的计算方法

### 10-1 理论塔板数的计算方法

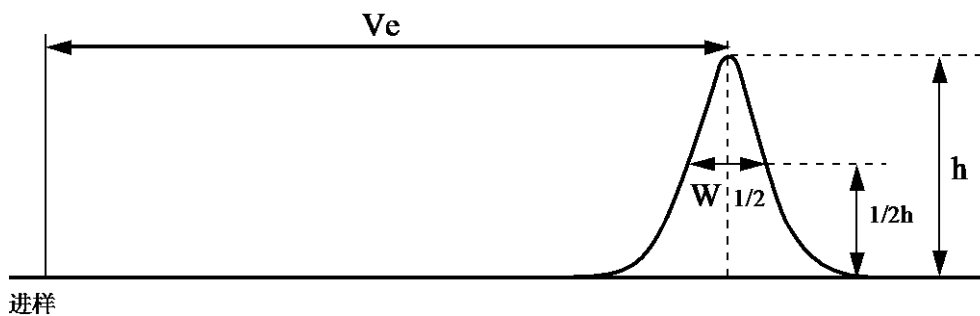


图 3 理论塔板数的计算方法

如图 3 中所示，通过半峰宽法计算色谱柱的理论塔板数。

$$N = 5.54 (V_e/W_{1/2})^2$$

$V_e$  : 洗脱时间 (min)

$W_{1/2}$  : 半峰宽

$h$  : 峰高

$N$  : 理论塔板数/柱

## 10-2 不对称因子的计算方法

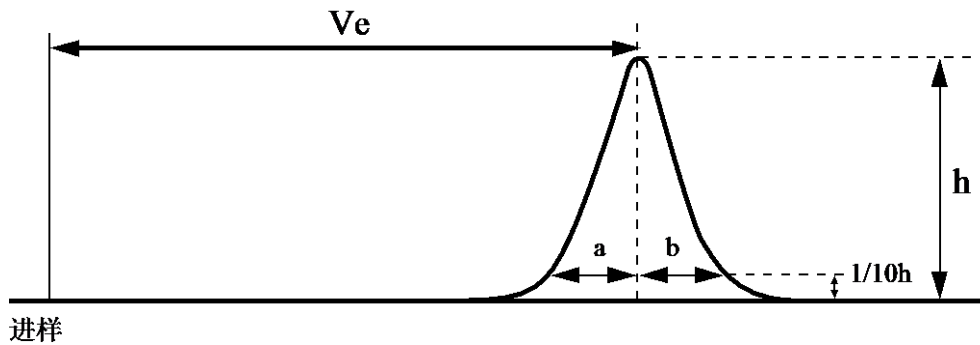


图 4 不对称因子的计算方法

通过  $1/10 h$  法计算色谱柱的不对称因子 ( $As$ )。

$$As = b/a$$

$As$ : 不对称因子

测定  $N$  和  $As$  时，仪器的死体积应尽可能的小。 $N$  和  $As$  及其测定条件如检测报告所示。

## 11. 保护柱

第 4~9 节概括了主要问题的应对方法。如果样品中出现了可能会被填料吸附的杂质，则会吸附在色谱柱的进口侧并逐渐聚集，导致理论塔板数减少，柱效降低。此时，在进样阀和分析柱之间安装保护柱，可以保护色谱柱的性能。如果保护柱上吸附了大量的杂质导致柱效降低，请更换保护柱。但是，不可将保护柱用于分析。安装保护柱后，不会增加分析柱的分辨率。

### 11-1 安装保护柱的效果

- (1) 通过清除样品中的吸附物和不溶物，可以防止污染分析柱。
- (2) 可以避免泵脉动引起的压降破坏分析柱。

## 11-2 保护柱的种类和选择

保护柱的具体规格如表 2 所示。

表 2 保护柱信息

货号	产品名称	色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	对应的分析色谱柱
0022793	TSKgel guardcolumn SuperMP (PW) -N	4.6×3.5	TSKgel SuperMultiporePW-N
0022794	TSKgel guardcolumn SuperMP (PW) -M		TSKgel SuperMultiporePW-M
0022795	TSKgel guardcolumn SuperMP (PW) -H		TSKgel SuperMultiporePW-H
0022796	TSKgel guardcolumn SuperOligoPW		TSKgel SuperOligoPW

## 11-3 更换保护柱

由于保护柱的吸附量有限，其寿命也比较短。必须在分析柱受到污染之前，更换保护柱。由于更换保护柱涉及到多种因素，如使用目的、样品性质（主要成分的性质、杂质的性质以及含量等）、样品进样量、溶剂、流速等，因此无法将更换保护柱的频率进行标准化规定。操作时压力上升表示保护柱的末端接头发生了堵塞或填料发生了污染，因此在压力升高到一定范围时，最好能够更换保护柱。一般而言，如果测定数据发生异常，应立即更换保护柱。

## 12. 故障排除

如果使用 TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱时发生了以下问题，请根据下述步骤采取适当的措施。采取适当的措施可以将分辨率恢复到初始状态。但是，如果问题是由色谱柱寿命、吸附物质、产生的气泡、干燥或溶剂凝固等引起的，则无法恢复。因此，操作色谱柱时，请务必小心。

## 12-1 如果分辨率剧烈降低

请测定色谱柱的理论塔板数 ( $N$ )。如果没有出现吸附物, 而且  $N$  正常, 则问题可能是由样品引起的。请准备新的样品。如果  $N$  异常, 则可能是由色谱柱的性能降低引起的。请测定每根色谱柱的理论塔板数。请在末端接头上使用保护塞, 防止空气进入色谱柱。如果色谱柱的分辨率剧烈下降, 可能是由 12-2 节列出的原因引起的。

## 12-2 清洗色谱柱

长时间使用色谱柱, 可能会逐渐聚集大量的强离子化合物或疏水性化合物。这会导致色谱分析行为异常、分辨率降低。注入与流动相性质不同的溶剂可以清除色谱柱上吸附的杂质。推荐的色谱柱清洗溶液如下所示。

吸附现象和清洗方法:

(1) 离子性吸附 (清除离子性杂质)

增加盐浓度, 达到适当的离子强度 (小于  $0.5 \text{ mol/L}$ )。

(2) 疏水性吸附 (清除疏水性杂质)

使用含有有机溶剂的水溶液清洗。

(3) 碱性杂质的吸附

使用酸性水溶液 (如乙酸缓冲液)。

如果采用以上所有方法, 则可能会由于频繁替换溶剂降低色谱柱的性能。请考虑杂质性质选择最佳的清洗方法。

## 13. 质量标准和质量保证

### 13-1 检测报告

有关色谱柱的检测条件和检测结果的内容, 请参见检测报告。理论塔板数是指单根色谱柱的柱效, 每根色谱柱的柱效是不同的。

### 13-2 质量标准

TSKgel SuperMultiporePW 系列和 TSKgel SuperOligoPW 色谱柱的出厂规格如表 3 所示。

### 13-3 质量保证

收到产品后，请根据 10 节的内容确认色谱柱的外观并检查其性能。如果产品无法达到表 3 中所记载的性能，请在两周内联系东曹销售代表或相关代理店。

注：色谱柱的寿命不属于保修范围。

表 3 质量标准

货号	产品名称	色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	理论塔板数 (TP/Column)	不对称因子
0022789	TSKgel SuperMultiporePW-N	6.0×15	16,000	0.7~1.6
0022790	TSKgel SuperMultiporePW-M		12,000	
0022791	TSKgel SuperMultiporePW-H		7,000	
0022792	TSKgel SuperOligoPW		16,000	

东曹（上海）生物科技有限公司  
上海市徐汇区虹梅路 1801 号 A 区

凯科国际大厦 1001 室

电话：021-3461-0856

传真：021-3461-0858

E-mail: info@tosoh.com.cn

网址: <http://www.separations.asia.tosohbioscience.com/home-cn>

TSKgel, TSKgel SuperMultipore, TSKgel STAT, BioAssist, Lipopropak, TOYOPEARL, ToyoScreen, TOYOPEARL GigaCap, TOYOPEARL

MegaCap, TOYOPAK 以及 EcoSEC 是东曹株式会社在日本, 中国, 美国, 欧盟等的注册商标。

HLC 是东曹株式会社在日本和中国的注册商标。

未经东曹株式会社的书面许可, 禁止影印或复印本书的全部或部分内容。

本书中的内容如有更改, 恕不另行通知。