

亲和色谱柱

TSKgel Tresyl-5PW

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
 警告	警告用户可能存在严重受伤或死亡的危险。
 注意	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。

目 录

1. 简介	1
2. 打开包装	1
3. 色谱柱部件	1
4. 安装及安全注意事项	2
5. 保存色谱柱	3
6. 溶剂	4
7. 耦合配体	4
8. 流速	6
9. 使用温度	6
10. 准备样品溶液	7
11. 故障排除	7
12. 质量保证	8

1. 简介

TSKgel Tresyl-5PW 是一款高性能活化型亲和色谱柱，适用于高分率分析。本说明书详细记载了有关如何正确使用和保存这类色谱柱的重要信息，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

3. 色谱柱部件

A) 不锈钢色谱柱

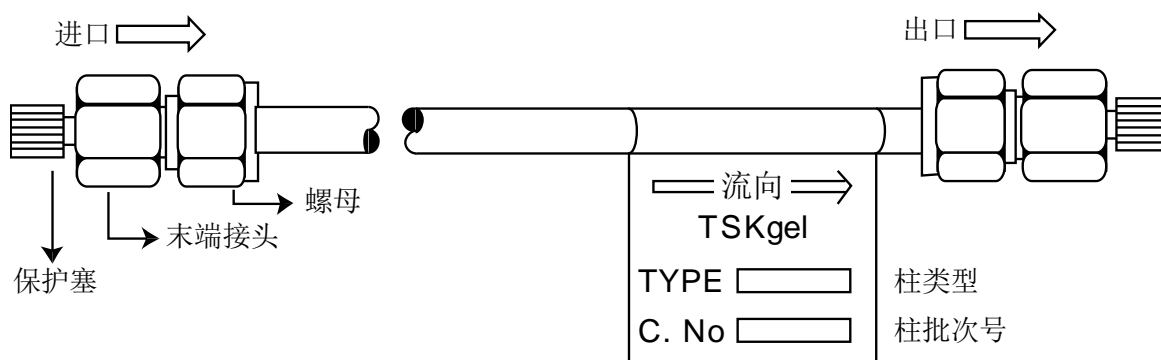


图 2 不锈钢色谱柱

B) 玻璃色谱柱

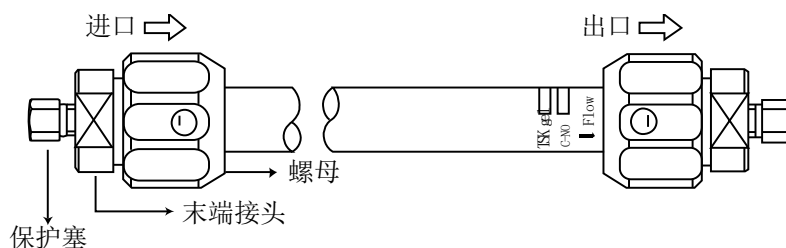


图 3 玻璃色谱柱

4. 安装及安全注意事项

4-1 连接

不锈钢色谱柱的连接方式为内锁型，而玻璃色谱柱的连接方式为 1/4-28UNF 法兰型连接。不锈钢色谱柱可使用 1/16 英寸的不锈钢管路，而玻璃色谱柱可使用 1/16 英寸的特氟龙管路。

4-2 进液方向

请按图 2 和 3 上标签所示的箭头方向使用色谱柱。长时间反向使用色谱柱会降低色谱柱的性能。

4-3 防止气泡

在设备上安装或取下色谱柱时，注意不要在色谱柱内混入气泡。安装色谱柱之前，请务必清除所有管路中的气泡。如果在色谱柱中混入了气泡，则会形成沟槽而降低色谱柱的性能。

4-4 安装

取下保护塞，确认色谱柱进口侧的末端接头上有溶剂漏出。确认漏出后，请将色谱柱连接到设备。没有确认到溶剂漏出时，请将色谱柱反向连接到设备。然后，以正常流速一半以下的速度注入溶剂，防止降低柱效。确认漏出的溶剂中没有气泡后，请按正确的流向连接色谱柱。

4-5 避免脉动式进液

本款色谱柱很容易受到溶剂脉动式进液的影响。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）以抵消脉动。所用阻尼器必须具有较高的耐腐蚀性。

4-6 测定

避免压力和进液流速剧烈变化，防止柱效降低。在高温条件下进行测定时，请勿在测定后立刻停泵。请继续注入溶剂，直至柱温降至室温为止。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。

4-7 长期保存

如果短期内不再使用色谱柱，请用含 0.02 %叠氮化钠的中性缓冲溶液保存色谱柱。请从设备上取下色谱柱，并使用保护塞封住色谱柱。

5. 保存色谱柱

5-1 保存方法

请参阅 4-7 节。

5-2 保存温度

将色谱柱保存在 4~10 °C 的冰箱中。请勿将色谱柱保存在 0 °C 以下环境中，以免冷冻色谱柱，降低柱效。

5-3 暴露于阳光直射

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

6-1 替换溶剂

色谱柱的出厂溶剂是丙酮。请先用超纯水清洗色谱柱，然后使用耦合缓冲溶液替换超纯水。

6-2 pH 值范围

耦合配体后，请在 pH 值 2.0~12.0 之间使用。

6-3 粘度

使用高粘度溶剂时，压降会升高，容易导致色谱柱、泵和管路等发生故障。

6-4 沸点

色谱柱的使用温度高于室温（25 °C）时，请留意溶剂的沸点。

6-5 杂质

请尽量使用高纯度溶剂，溶剂中的杂质可能会导致鬼峰。

6-6 有机溶剂水溶液

耦合配体后，建议不要使用浓度超过 20 % 的有机溶剂水溶液。

6-7 脱气

替换溶剂时可能会产生气泡（尤其是切换至含有有机溶剂的系统时）。使用前，应将溶剂充分脱气，防止形成气泡。

7. 耦合配体

7-1 清洗色谱柱

请先用超纯水清洗色谱柱，然后再使用耦合缓冲溶液清洗。清洗时的溶剂用量和流速，如表 1 所

示。

表 1 清洗时的溶剂用量

货号	色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	清洗溶剂用量		流速 (mL/min)
		超纯水 (mL)	耦合缓冲溶液 (mL)	
0014455	6.0×4.0	3	3	0.5
0014457	5.0×5.0			
0014456	7.5×7.5	10	10	0.8
0014458	8.0×7.5			

7-2 选择耦合缓冲溶液

0.5~1.0 M 的磷酸钾缓冲溶液 (pH 7~9) 或其他非胺缓冲溶液。

7-3 耦合配体

请在 4~25 °C 下, 使用泵注入配体溶液并循环一夜。流速如下所示:

色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	流速 (mL/min)
6.0×4.0, 5.0×5.0	0.2~0.5
7.5×7.5, 8.0×7.5	0.5~0.8

7-4 阻断剩余活性基团

耦合结束后, 按照耦合配体的方法, 使用 0.1 M Tris-HCl 缓冲溶液 (pH 8.0) 阻断色谱柱上剩余的活性基团。阻断时间如下所示:

色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	阻断时间 (hr)
6.0×4.0, 5.0×5.0	1.0
7.5×7.5, 8.0×7.5	3.0

也可以使用甘氨酸-NaOH 缓冲溶液 (pH 8.0) 或乙醇胺-HCl 缓冲溶液 (pH 8.0) 进行阻断。

8. 流速

8-1 选择流速

选择流速时, 应充分考虑分辨率、分析时间以及色谱柱的寿命。流速越高, 分析时间越短。相反, 较低的流速更有利于延长色谱柱的寿命, 防止柱头塌陷。

8-2 推荐流速

如表 2 所示, 请使用推荐的流速。请勿超过表 2 中限定的最大流速和压降。

8-3 选择粘度

溶剂的粘度越低, 可以选择较高的流速。如果使用的溶剂粘度较高, 请降低流速。

表 2 推荐流速

产品名称	货号	色谱柱尺寸 mm (I.D.) × cm (L)	最大流速 (mL/min)	推荐流速 (mL/min)	最大压降 (MPa)
TSKgel Tresyl-5PW	0014455	6.0×4.0	1.0	0.5~0.8	10
	0014457	5.0×5.0	1.0	0.5~0.8	10
	0014456	7.5×7.5	1.2	0.5~1.0	10
	0014458	8.0×7.5	1.2	0.5~1.0	10

注: 粘度与超纯水一致的缓冲溶液可以实现以上流速。

9. 使用温度

9-1 最佳使用温度

本色谱柱的最佳使用温度为 0 °C 以上 (实际使用温度取决于耦合配体的稳定性)。

9-2 高温条件下测定

使用前，请将溶剂充分脱气。高温条件下的测定结束后，请根据 4-6 项中的内容进行操作。

9-3 高温条件下测定的优点

- 1) 提升溶剂的温度可以降低粘度。
- 2) 与室温测定相比，提高了理论塔板数和分辨率。

9-4 低温条件下测定

由于溶剂或样品的粘度变大，因此调节流速低于室温操作时的流速。

10. 准备样品溶液

10-1 准备样品溶液

尽量将样品溶于平衡溶液。

10-2 样品前处理

请使用离心法或微孔过滤法预处理样品溶液。即使在样品溶液中看不到任何杂质，也可能存在不溶物质。

10-3 样品溶液的成分

请将样品溶液的 pH 值以及盐和有机溶剂的浓度尽可能配制得与平衡溶液一致。采用梯度洗脱时，请先将样品溶于平衡溶液。如果样品与流动相混合时产生不溶物，则不能使用平衡溶液来稀释或溶解样品。

11. 故障排除

使用 TSKgel 色谱柱时，按照以下说明可以避免某些问题的发生。但是，有些问题（如由色谱柱寿命、吸附物质、产生的气泡、填料干燥或溶剂凝固等引发的问题）一旦发生就无法清除，因此使用色

谱柱时应非常小心。

11-1 末端接头堵塞

如果压降增加，请从色谱柱逆向进液清洗末端接头。如果无法清除堵塞，则必须替换新的接头。

11-2 替换末端接头

请使用新的末端接头替换旧的接头，注意替换时请勿碰到下方的填料。替换后，请参照 4-4 节清除进口侧的空气。

11-3 清洗色谱柱

长时间重复使用色谱柱后，洗脱时间有时会发生剧烈变化。此时，选择清洗溶液清洗色谱柱比较有效。

以下为典型的清洗溶液：

- a) 0.1~0.2 N NaOH 溶液
- b) 20~40 %乙酸溶液
- c) 含有有机溶剂的缓冲溶液
- d) 含有尿素和中性表面活性剂的缓冲溶液（注意残留）

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。另外，该类色谱柱的清洗方法也取决于耦合配体的稳定性。一般而言，使用 a) 或 b) 溶液就可以将色谱柱清洗干净。

12. 质量保证

收到产品后，请立即确认色谱柱的外观并检查其性能。如有问题，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。

未经许可，禁止将任何色谱柱寄回东曹（上海）生物科技有限公司。

本书中的内容如有更改，恕不另行通知。

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。