

使用条件及质量标准

OPERATING CONDITIONS and SPECIFICATIONS

TSKgel® Aminopak

分析柱					连接方式/连接部件
货号	产品名	色谱柱尺寸 内径 (mm) × 长度 (cm)	粒径 (μm)	柱身材质	
0013181	TSKgel Aminopak	4.6 × 12	7	不锈钢	Ferrule 方式 1/16 英寸管路
0018434	Ammonia Trap Column	4.0 × 10	20		

该 OCS 表记载了色谱柱简易使用条件及方法。详细的使用方法请参阅使用说明书。

A. 使用条件及方法

- 出厂溶剂 70mmol/L 柠檬酸缓冲溶液 + 0.5% β -硫-二甘醇 + 0.01% *n*-辛酸 + 0.1% Brij-35 (pH4.6)
- 最大压降、最大流速及溶剂替换流速

货号	产品名	色谱柱尺寸 内径 (mm) × 长度 (cm)	最大压降 (MPa)	最大流速 (mL/min)	溶剂替换流速 (mL/min)
0013181	TSKgel Aminopak	4.6 × 12	8.0	0.4	≤0.3
0018434	Ammonia Trap Column	4.0 × 10	2.5		
注 柱压根据流动相的种类 (缓冲溶液、盐浓度以及有机溶剂浓度)、柱温以及梯度条件不同而不同。 如果超过最大压降, 请降低流速。					

- 使用条件 氨基酸分析 (茚三酮法以及 OPA 法)
注 茚三酮法以及 OPA 法的标准测量条件请参照下面的参考资料。
- 流动相 (1) 水、盐溶液以及缓冲溶液
(2) 含 20% 以下水溶性有机溶剂的溶液
(3) pH 2.0~14.0
注 1 请用钠盐配制洗脱液或清洗液。建议使用超纯水或同等级别的水。建议使用特级或 HPLC 级别的有机溶剂或试剂。
注 2 使用含有有机溶剂的溶液时, 请注意盐析。
- 使用温度范围 25~80 °C
- 保存 (1) 步骤:
1) 使用下面记载的再生液清洗色谱柱后, 请替换成第 1 缓冲溶液。
2) 从仪器上卸下色谱柱, 用保护塞密封色谱柱两端, 然后进行保存。
注 请注意溶剂替换流速。
(2) 保存温度: 15~30 °C
- 废弃注意事项 填料为可燃性苯乙烯-二乙烯基苯共聚物。
废弃时, 请参阅使用说明书中记载的注意事项。

Brij 是 Croda Americas LLC 的注册商标。
TSKgel 是东曹株式会社在中国、日本、美国、欧盟等的注册商标。

B. 质量标准

该色谱柱的质量标准如下: 检测条件和检测结果, 记载在柱盒内的 INSPECTION DATA SHEET 中。

货号	产品名	色谱柱尺寸 内径 (mm) × 长度 (cm)	理论塔板数	不对称因子
0013181	TSKgel Aminopak	4.6 × 12	≥ 1250	1.00~1.35



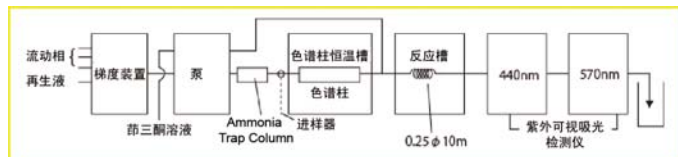
参考资料 一氨基酸的分析条件一

1. 茚三酮法

1-1 仪器构成及部件

- 流动相泵
- 反应液泵（往复型或同等的泵）
- 梯度装置（时间设定阶梯梯度）
- 色谱柱恒温槽（55℃）
- 反应槽（110℃）
- 紫外可视吸光检测仪 2台（440nm及570nm）
- 记录器或数据处理仪
- 反应管（内径0.25mm×长度10m 不锈钢制）
- Ammonia Trap Column
- 进样器（300μL以下）

1-2 流程图



茚三酮法标准流程图

注 进样器之后的管路，请使用内径0.25mm的1/16英寸不锈钢管。

1-3 流动相与再生液

流动相组成

试剂名称	第1缓冲溶液	第2缓冲溶液	第3缓冲溶液
柠檬酸三钠 2水合物	19.6g/L	19.6g/L	14.7g/L
柠檬酸	28.0g/L	14.0g/L	—
乙醇	80mL/L	—	—
β-硫二甘醇	5.0mL/L	5.0mL/L	—
正辛酸	0.1mL/L	0.1mL/L	0.1mL/L
30% Brij-35	3.3mL/L	3.3mL/L	3.3mL/L
四硼酸钠 10水合物	—	—	9.5g/L
氯化钠	—	—	35.1g/L
pH	3.26	4.30	9.40

注 请使用盐酸调整pH。

再生液：0.2mol/L 氢氧化钠水溶液

1-4 反应液

茚三酮溶液

使用氨基酸自动分析用茚三酮溶液

清洗液

0.1mL/L 正辛酸水溶液

1-5 测定条件

样品进样量	： 推荐范围（10~300μL）	
流动相流速	： 0.4mL/min	
色谱柱温度	： 55℃	
反应液流速	： 0.4mL/min	
反应温度	： 110℃	
流动相切换时间	： 第1缓冲溶液	0~11分
	： 第2缓冲溶液	11~22分
	： 第3缓冲溶液	22~45分
	： 再生液	45~50分

第1缓冲溶液平衡时间：30分以上（请保持一致）

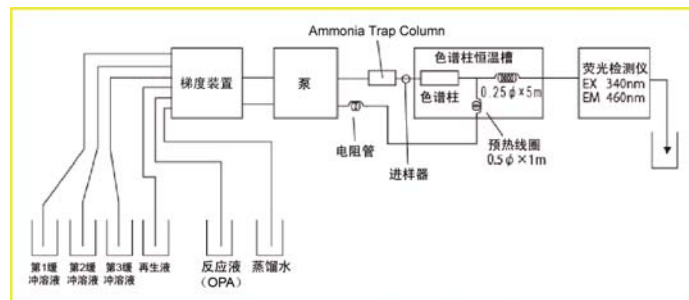
注 流动相的切换时间，需要根据仪器的型号、管路体积及填料的批次进行调节。

2. OPA 法

2-1 仪器构成及部件

- 流动相泵
- 反应液泵
- 梯度装置（时间设定阶梯梯度）
- 色谱柱恒温槽（反应槽兼用、55℃）
- 荧光检测仪
- 记录器或数据处理仪
- 三向分支模块、电阻管、S-T三通、预热线圈（内径0.5mm×长度1m 氟树脂管）、反应线圈（内径0.25mm×长度5m 氟树脂管）
- Ammonia Trap Column
- 进样器（100μL以下）

2-2 流程图



OPA 法标准流程图

注 进样器之后的管路，请使用内径0.25mm的1/16英寸不锈钢管。

2-3 流动相与再生液

流动相组成

试剂名称	第1缓冲溶液	第2缓冲溶液	第3缓冲溶液
柠檬酸三钠 2水合物	19.6g/L	19.6g/L	14.7g/L
乙醇	80mL/L	—	—
正辛酸	0.1mL/L	0.1mL/L	0.1mL/L
氯化钠	—	—	35.1g/L
四硼酸钠 10水合物	—	—	9.5g/L
pH	3.26	4.30	9.40

注 请使用盐酸调整pH。

再生液：8.0g/L 氢氧化钠+0.1mL/L 正辛酸水溶液

2-4 反应液

邻苯二醛（OPA）	1000mg/L
氢氧化钠	16g/L
硼酸	24.7g/L
巯基乙醇	2mL/L
乙醇	10mL/L
30% Brij-35	3mL/L

2-5 测定条件

样品进样量	： 推荐范围 10~100μL
流动相流速	： 0.4mL/min
色谱柱及反应温度	： 55℃
反应液流速	： 0.4mL/min
荧光检测仪	： 激发波长340nm、检测荧光波长460nm
流动相切换时间	： 和茚三酮法相同
第1缓冲溶液平衡时间	： 30~40分钟（请保持一致）

注 1 第1缓冲溶液平衡时间不宜过长或过短。

注 2 流动相的切换时间，需要根据仪器的型号、管路体积及填料的批次进行调节。

3. Ammonia Trap Column

作用 Ammonia Trap Column 用于将流动相中微量存在的氨引起的，第3缓冲溶液洗脱时出现的台形基线变动控制在最小限度。