

水系高速GFC(高速ゲルろ過)用充てんカラム

TSK-GEL SWタイプ

# 取扱説明書



東ソー株式会社

TOSOH

## ご使用前に



- ；本製品を使用する前に、必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください。
  - ；この取扱説明書は、手近な所に大切に保管し、必要なときにいつでも取り出せるようにしてください。
  - ；製品本来の使用法および取扱説明書で指定した使用法を守ってください。
  - ；本書の安全に関する指示に対しては、指示内容を理解の上、必ず従ってください。
- 以上の指示を必ず厳守してください。  
指示に従わないと、けがや事故の恐れがあります。

### 【取扱説明書について】

- ；取扱説明書の内容は、製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります。
- ；取扱説明書の全部または一部を無断で転載、複製することは禁止しています。
- ；取扱説明書を紛失したときは、弊社営業担当者までお問い合わせください。
- ；取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが、万一不審な点や誤り、記載漏れに気づいたときは、お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください。

## 安全上のご注意

- ご使用の前に、この「安全上のご注意」をよくお読みのうえ、正しくお使いください。
- この項目は、いずれも安全に関する内容ですので、必ず守ってください。
- 「警告」「注意」の意味は次のようになっています。

 <b>警告</b>	取扱いを誤った場合、使用者が死亡または重傷を負う可能性が想定されるもの。
 <b>注意</b>	取扱いを誤った場合、使用者が傷害を負う可能性が想定されるものまたは物的損害の発生が想定されるもの。

### ご使用時

#### **警告**

- **火気厳禁**
  - 引火性のある溶媒を使用する場合、火気の使用は厳禁です。火災、爆発の原因になります。

#### **注意**

- **換気に注意を**
  - 引火性、毒性のある溶媒を使用する場合、十分換気をししないと火災、爆発、中毒の原因になります。
- **液漏れに注意を**
  - 溶媒等の液漏れは、感電、中毒、薬傷、火災、腐食などの原因になります。液漏れの場合は、適切な保護具を付けた上で、液を取り除いてください。

## 注意

### ● 保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は、保護メガネ、手袋などの保護具をご使用ください。薬傷を負う恐れがあります。

### ● 取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると、カラムの性能を損なうことがあります。取扱いには十分注意してください。

### ● 適切な使用方法を

- 本カラムは分離、精製等に用いるもので、それ以外の目的には使用しないでください。

### ● 圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は、カラムの性能を損なう原因になります。又、カラム材質により破裂、飛散等の可能性があります。規定以上の圧力にならぬように注意してください。適切な保護具を付けた上で、十分注意して作業をおこなってください。

### ● 分離精製物の取扱いに注意を

- 得られた分離精製物または精製溶液を製品および中間体として使用する場合は、十分にその安全性の確認をおこなってご使用ください。

### ● 処分には適切な処理を

- 廃棄する場合は、産業廃棄物として適切な処理をおこなってください。

## 【その他の注意】

- 本書は大切に保存してください。また、ご利用者が代わる場合には次のご利用者にお渡しください。

## 取扱い上のご注意（出荷溶媒に関する注意）

応急措置	眼に入った場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>；流水で15分以上洗眼する。その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう。</li> <li>；医師の手当てを受ける。</li> </ul>
	皮膚に付着した場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>；水等で洗い流す。</li> </ul>
	吸入した場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>；空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこなう。</li> </ul>
	飲み込んだ場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>；口腔を水洗し、医師の手当てを受ける。</li> </ul>
取扱いおよび保管上の注意	取扱い時の保護具	<ul style="list-style-type: none"> <li>；取扱いの際は安全メガネを着用する。</li> </ul>
	保管温度条件	<ul style="list-style-type: none"> <li>；<math>-10 \sim 0</math>℃で凍結することがあるので保管温度に注意する。</li> </ul>
廃棄上の注意	処分方法	<ul style="list-style-type: none"> <li>；0.05%のアジ化ナトリウムが含まれていますので、廃棄する場合は多量の水で薄めるようにしてください。</li> </ul>
	一般的な留意事項等	<ul style="list-style-type: none"> <li>；処分作業は取扱い及び保管上の注意事項に留意しておこなう。</li> </ul>

□出荷溶媒：0.1mol/lりん酸緩衝液+0.1mol/l  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ +0.05% $\text{NaN}_3$ (pH6.7)

## 取扱い上のご注意 (充てん剤に関する注意)

応急措置	眼に入った場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 流水で15分以上洗眼する。その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう。</li> <li>； 医師の手当てを受ける。</li> </ul>
	皮膚に付着した場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 水等で洗い流す。</li> </ul>
	吸入した場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこなう。</li> </ul>
	飲み込んだ場合	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 口腔を水洗し、医師の手当てを受ける。</li> </ul>
取扱いおよび保管上の注意	換気	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 換気設備などで換気する。</li> </ul>
	取扱い時の保護具	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 取扱いの際は保護メガネおよび防じんマスクを着用する。</li> </ul>
廃棄上の注意	処分方法	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 廃棄は焼却処分による。</li> </ul>
	一般的な留意事項等	<ul style="list-style-type: none"> <li>； 処分作業は取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう。</li> </ul>

□難燃性充てん剤（化学修飾シリカゲル）；

- ・ 品名：TSKgel G2000SW<sub>XL</sub>, G3000SW<sub>XL</sub>, G4000SW<sub>XL</sub>, G2000SW, G3000SW, G4000SW, G2000SW<sub>XL</sub> PEEK, G3000SW<sub>XL</sub> PEEK, G4000SW<sub>XL</sub> PEEK, SuperSW2000, SurerSW3000
- TSKguardcolumn SW<sub>XL</sub>, SW, SW<sub>XL</sub> PEEK, SuperSW

## 目 次

1. はじめに	1
2. ご使用前に	1
3. カラム各部の名称	1
4. 装置へのセットと注意	2
5. カラムの保存法	4
6. 溶媒の選択	5
7. 使用流速	7
8. 使用および保存温度	8
9. 試料溶液の調製	9
10. 理論段数, 非対称係数の測定	9
11. ガードカラム	10
12. トラブル発生時の処置法	12
13. 品質規格および保証	14
14. おわりに	17

## 1. はじめに

この度は、東ソーTSK-GELをお買いあげありがとうございました。

TSK-GEL SWタイプは、多種多様な水溶性物質への応用のために「東ソー」が開発した高性能、水系高速GFC用充てんカラムです。タンパク質、酵素などの分離、分析に適するように設計されております。

この高性能カラムの性能を十分に発揮させて、効果的にご使用いただくために、ご使用前にこの取扱説明書をよくお読みのうえ、正しくご使用くださいますようお願いいたします。

## 2. ご使用前に

まず、梱包状態およびカラムの外観に異常はないか確かめてください。



図1 梱包外観図

つぎに、カラムと別に次の品物が入っていますので、ご確認ください。

- ； 取扱説明書…………… 1 通
- ； 検査票（INSPECTION DATA）…………… 1 通

## 3. カラム各部の名称

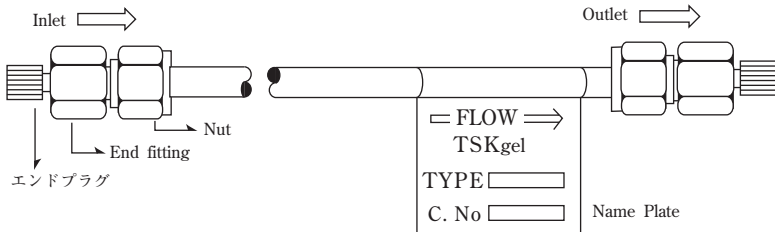


図2 カラムの見取図

## 4. 装置へのセットと注意

### 4-1 カラム部品の接続方式

すべてスエジロック方式で、インチ規格です。

### 4-2 カラムの通液方向

図2に示した矢印の方向、すなわちネームプレート上のFLOWの矢印のとおり请使用してください。逆方向に長時間液を流すと、カラムの性能が低下します。

### 4-3 気泡の混入防止

カラムを装置にセットする際、また取りはずす際に、カラム内に空気を入れないよう十分注意を払い、必ず装置の全配管系の気泡を除いた後、カラムを装置にセットしてください。カラム内に気泡を入れますとチャネリング等により性能が低下します。

### 4-4 カラムの接続

#### 4-4-1 エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てくる場合

カラムは装置の全配管系の気泡を除いたことを確認して接続しますが、カラムの入口側のエンドプラグをはずしたとき、エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てくれば、先に述べたように気泡をカラムに入れないように注意しながら装置に接続してください。

#### 4-4-2 エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合

カラム入口側のエンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合には、カラム出口側エンドフィッティングと装置を接続し送液ポンプにより溶媒を送り、逆流しによって入口側エンドフィッティング付近の気泡を溶媒で押し出してください（この際、急激な加圧、あるいは送液は、カラムの性能が低下しますので、溶媒はゆっくり送り込んでください。）

#### 4-4-3 気泡が出ないことを確認したら

カラム入口側エンドフィッティングより気泡が出ないこと、および溶媒がにじみ出ることを確認した後、カラムを正常な通液方向にして、入口側エンドフィッティングと装置を接続してください。

### 4-5 複数のカラムをセットする場合

上記で接続したカラムの出口側エンドフィッティングを装置の配管系のカラム接

続口と考えて、次のカラムを上記要領でつぎつぎと接続してください（カラムとカラムの接続は、1/16インチリードパイプを用いますが、デッドボリウムを少なくするため、リードパイプの長さを短くしてください。また、リードパイプは、エンドフィッティングいっばいに差し込んだ状態でフェラルを固定してください。リードパイプとエンドフィッティングの間にすき間があると、溶媒の流れが乱れ、分離能が低下します。）

#### 4-6 一般的なカラムの接続順序

オーバーロードしやすい高分子側を先に分離、カラム内濃度を減少させる目的でポアサイズの大きい順におこないます。最後にカラムの出口は、装置の検出器の入口に接続してください。

#### 4-7 測定開始前

カラムのセット終了後、測定を開始しますが、その際、先にも述べましたように急激な加圧、送液は、カラムの性能が低下しますので避けてください。とくに急激な圧力の立上がりを示す送液ポンプを使用される場合、注意してください。

#### 4-8 脈流対策

このカラムは、脈流に対して非常に影響を受けやすいので十分に注意してください。送液ポンプは、脈動のないものを選んでください。もし脈動のあるポンプをご使用の場合は、パルスダンパ（アキュムレータ）をポンプ吐出側に接続して、脈動を消去してください。

#### 4-9 測定終了後

##### 4-9-1 測定温度が室温より高い場合

測定終了後、すぐにポンプを止めないで、カラムの温度が室温に下がるまで送液を続けてください。温度が高いままポンプを止めると、溶媒の収縮によりカラム内に気泡を引き込むことがあります。

##### 4-9-2 測定が終了し、翌日も同一カラム系で測定される場合

全配管系の漏れがなければ、装置内にセットしたままで、翌日使用されてもかまいません。ただし、次の測定まで3日以上になる場合には、4-9-3項に示す操作をおこない、カラムを保存してください。

##### 4-9-3 短期保存の場合（3日～1週間以内）

カラムを装置からはずし、両端をカラム納入時と同じようにエンドプラグを使っ

て封をして保存してください。

#### 4-9-4 長期保存の場合（1週間以上）

次の測定までの期間が長期にわたる場合には、微生物の発生や、腐食性イオンの存在により、ステンレスカラムが腐食し、カラム性能低下が考えられます。

これらの対策として、0.05%アジ化ナトリウムを添加した蒸留水またはハロゲンイオン等の腐食性イオンを含まない緩衝液を用いて、表1に示す流速以下で置換し、両端をエンドプラグで封をして保存してください。

表1 溶媒置換流速

カラム	カラムサイズ内径(mm)×長さ(cm)	流速 (ml/min)
SW <sub>XL</sub> シリーズ	7.8×30, 6.0×4.0	0.5
SW シリーズ	7.5×30, 7.5×60, 7.5×7.5	0.5
SW シリーズ	21.5×30, 21.5×60, 21.5×7.5	3.0
Super SWシリーズ	4.6×30	0.2

## 5. カラムの保存法

### 5-1 保存方法

4-9項にもとづいて保存してください。

### 5-2 保存時の温度

温度差の小さい場所（恒温室）に保存してください。

### 5-3 直射日光

避けてください。

### 5-4 腐食性ガス

発生しない安全な場所に保存してください。

## 6. 溶媒の選択

### 6-1 使用溶媒への置換

SWタイプカラムの出荷時の溶媒は分析カラム、ガードカラムとも、0.05%アジ化ナトリウムおよび0.1mol/l硫酸ナトリウムを添加した0.1mol/lりん酸緩衝液(pH6.7)です。使用溶媒に置換してご使用ください。溶媒交換流速は、表1の流速以下でおこなってください。また、頻繁な溶媒交換はカラム性能低下を早めますので不必要な溶媒交換は避けてください。

### 6-2 溶媒の選択

溶媒の選択にあたっては、カラムの安定性、試料の溶解性および安定性、試料と充てん剤の相互作用の消去などを考慮する必要があります。

#### 6-2-1 使用可能pH範囲

SWタイプゲルは、シリカゲルを基材としていますので、高いpHにおいて、徐々に溶解されます。低いpHにおいては、ステンレスカラムの安定性の面および充てん剤の安定性の面から限界があります。

pH2.5～7.5の範囲でご使用ください。

#### 6-2-2 塩水溶液または緩衝液

通常の塩水溶液および緩衝液系で安定です。GFCにおいては、試料と充てん剤とが相互作用を有することなく、試料の溶液中での分子の大きさのみによって、分離されるのが理想です。試料中のイオン性不純物の存在、試料と充てん剤との相互作用の抑制などを考慮し、塩水溶液または緩衝液で測定するのが一般的です。

代表的な使用溶媒を表2に示します。

表2 代表的な使用溶媒

塩水溶液 および 緩衝液	硫酸ナトリウム水溶液、酢酸アンモニウム水溶液、りん酸2水素カリウム水溶液、ギ酸アンモニウム水溶液
	りん酸緩衝液、トリス酢酸緩衝液、酢酸緩衝液、クエン酸緩衝液

なお、塩類の添加による粘度上昇および、温度変化などによる塩の析出を避けるために、溶媒の塩の濃度は0.5mol/l以下が一般的です。ただし、試料によって用いることのできない塩水溶液がありますので注意してください。

さらに、ステンレスカラムの場合耐久性の面から、塩類として、ハロゲンイオン

を含むもの（塩化ナトリウム、塩化カリウム等）は極力避けてください。

### 6-2-3 有機溶媒

SWタイプ充てん剤は、上記のように水溶媒系のほかに、試料によってメタノール、アセトニトルなどの水溶性有機溶媒およびその水溶液での測定が可能です。

ただし、溶媒の粘度に十分注意して、流速の設定をおこなってください。

出荷時溶媒は6-1に記したように塩を添加したりりん酸緩衝液ですので、いったん蒸留水に置換した後には有機溶媒を含む溶媒に交換してください。

また、溶媒中の有機溶媒の濃度を变化させる場合には、十分に流速を下げて（好ましくは、グラジェントをかけて）徐々に変化させるようにしてください。急激な変化を与えるとカラムの性能が低下する原因となります。

有機溶媒を含む水溶液に塩類を添加する場合には、塩の析出に十分注意してください。

### 6-2-4 可溶化剤やタンパク質変性溶液

SDS、塩酸グアニジン、尿素などの水溶液で使用できます。膜タンパク質など、通常の水溶液には溶解性乏しい試料の測定に有効です。

ただし、これらの系では、標準的な水溶性での溶媒と比較してカラム寿命が短くなる傾向があります。これらの系で用いたカラムは、他の系では用いないようにしてください。

また、タンパク質は変性状態において、分子サイズが大きくなりますので、カラムのグレード（ポアサイズ）選定に注意してください。

### 6-3 溶媒中の不溶分の除去

溶媒中に不溶分があると、カラムフィルタの目づまりによる圧力損失の増加、トップオフ現象（カラム溶液入口側にすき間の空く現象）の発生などのトラブルの原因となります。

溶媒をマイクロポアフィルタ（0.45  $\mu\text{m}$ など）でろ過精製するか、ポンプ吸引側あるいは吐出側流路にフィルタをセットすることをおすすめします。

### 6-4 脱気操作

溶媒の置換時（とくに有機溶媒添加系への置換時）および測定時に溶媒から気泡を発生し、カラム内へ気泡を混入することがあります。この気泡の発生を防ぐために、溶離液は十分に脱気をおこなってください。

## 7. 使用流速

### 7-1 流速設定について

使用流速は、分離能、測定時間、カラム耐久性などを考慮して選択されます。流速が高いほど測定時間は短くなりますが、分離能は逆に流速が低いほど向上し、この傾向は、タンパク質のような大きな分子になるほど顕著に認められます。またカラム耐久性の面からは、一般に流速が低い方が好ましく、トップオフ現象を起こしにくい利点があります。

### 7-2 適正流速

表3に示すように、総合的にみて通常使用されるりん酸緩衝液系による測定においては、分析用カラムで0.5~1.0ml/min (SuperSWカラムは、0.10~0.35ml/min)、分取用カラムで3~6ml/minが一般的です。表3に示す最大流速以上および最大圧力以上でのご使用は避けてください。

### 7-3 溶媒の粘度

使用溶媒の粘度が低ければ、流速を高めにすることができます。逆に溶媒の粘度が高ければ、流速を低目に設定してください。

水-アルコール混合溶媒系、塩酸グアニジンや尿素水溶液を用いる場合、および、通常の水溶液系でも測定温度が低い場合には、低目の流速を選定してください。

とくに10℃以下の低温では、カラムの劣化が起りやすいので、十分に注意してください。

表3 使用流速

品名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	適正流速 (ml/min)	最大流速 (ml/min)	最大圧力損失(カラム1本あたり) (MPa)	
				カラム長30cm	カラム長60cm
TSKgel G2000SW <sub>XL</sub> TSKgel G3000SW <sub>XL</sub> TSKgel G4000SW <sub>XL</sub>	7.8×30	0.5×1.0	1.2	7.0 7.0 3.5	— — —
TSKgel G2000SW TSKgel G3000SW TSKgel G4000SW	7.5×30, 7.5×60	0.5~1.0	1.2	2.0 2.5 1.5	4.0 5.0 3.0
TSKgel G2000SW TSKgel G3000SW TSKgel G4000SW	21.5×30, 21.5×60	3.0~6.0	8.0	1.0 1.5 1.0	2.0 3.0 2.0
TSKgel SuperSW2000 TSKgel SuperSW3000	4.6×30	0.10~0.35	0.40	12.0	—

備考：これらの流速は通常の緩衝液またはそれに近い粘性を有する水溶性溶媒での使用条件です。

## 8. 使用および保存温度

### 8-1 使用温度範囲

分析タイプカラム、分取タイプカラムともに好ましくは10℃以上30℃以下でご使用ください。10℃以下の測定の場合は、カラム保護のため、流速を低くしてください。

### 8-2 加温状態で測定される場合

溶媒はよく脱気してご使用ください。加温状態での測定が終了したら、カラムの保護のため4-9-1項の注意を必ず守ってください。

### 8-3 保存温度

カラムは、室温にて保存してください。

カラムを0℃以下の場所に放置した場合には、凍結の可能性があります。カラムの劣化の原因となりますので、これは絶対に避けてください。

## 9. 試料溶液の調製

### 9-1 試料の調整

溶離液を用い、注入直前に調整してください。

### 9-2 試料溶液中に不溶分、ゲル分がある場合

遠心分離やマイクロポアフィルタ (0.45  $\mu\text{m}$  など) によるろ過精製を必ずおこなってください。肉眼では見ることはできなくとも、不溶分が存在する可能性があります。(試料は、マイクロポアフィルタでろ過されることをおすすめします)。

### 9-3 試料溶液の組成

試料液の塩濃度、pH、有機溶媒の添加量を溶離液にあわせてください。

また、溶離液と混合することによって、不溶性物質を生成するような試料は、注入できませんので注意してください。

## 10. 理論段数，非対称係数の測定

カラムの理論段数，非対称係数および測定条件は、検査票 (INSPECTION DATA) 記載のとおりです。

### 10-1 理論段数計算法

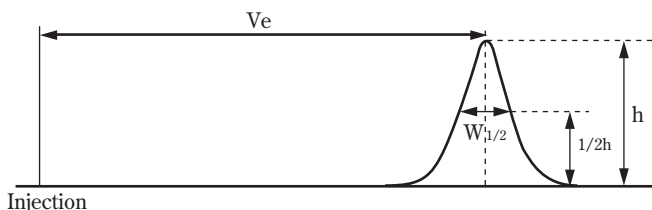


図3 TSK-GEL理論段数計算法

カラムの理論段数は、半値幅法により計算をおこなっており、カラム当りの段数で表示してあります。

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

$V_e$  : 溶出時間 (min)

$W_{1/2}$  : ピーク半値幅 (min)

$h$  : ピーク高さ

$N$  : カラム当りの理論段数

## 10-2 非対称係数計算法

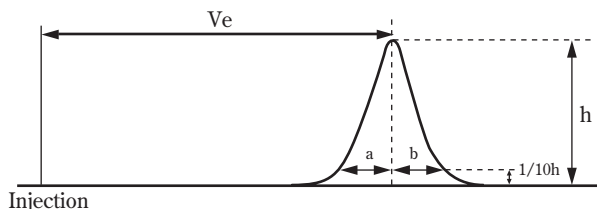


図4 TSK-GEL 非対称係数計算法

カラムの非対称係数は、 $1/10h$ 法により計算をおこなっています。

$$As=b/a$$

$As$ : 非対称係数

なお、カラム検定は、デッドボリュームを小さくした当社HLC装置で測定しております。

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合、あるいは注入量を多くした場合は、規格値よりも低い理論段数および大きい非対称係数を示すことがありますので、注意してください。

## 11. ガードカラム

4～9項において、トラブル発生を防止するための基本的な注意について示しましたが、試料中に充てん剤に吸着する物質が存在する場合、それがカラムの入口側に吸着され、しだいに蓄積し、カラムの段数低下、性能変化の原因となります。このようなとき、分析カラムの入口側にあらかじめガードカラムをセットしておいた場合、ガードカラムを交換することで吸着物質により劣化した性能を元の状態に戻すことが可能となります。より確実にトラブル発生を防ぐためにガードカラムを是

非，ご利用ください。

ただし，ガードカラムは，分析用カラムではありませんので，ガードカラムのセッ  
ットにより分離能が向上することを目的としておりません，あくまでもトラブル防  
止対策としてご利用ください。

#### 11-1 ガードカラムの設置効果

- a 脈流，異常流速，圧力の増減による本体カラムのトップオフ防止。
- s 吸着性物質のカットによる本体カラムの汚染防止。
- d 不溶性物質のカットによる本体カラムの保護。

#### 11-2 ガードカラムの種類と選択

表4にガードカラムの仕様を示します。

表4 ガードカラムの種類

品番	品名	対象カラム 内径(mm)×長さ(cm)	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)
08543	TSKguardcolumn SW <sub>XL</sub>	TSKgel G2000SW <sub>XL</sub> ~TSKgel G4000SW <sub>XL</sub> (7.8×30)	6.0×4.0
05371	TSKguardcolumn SW	TSKgel G2000SW ~TSKgel G4000SW (7.5×30, 7.5×60)	7.5×7.5
05758	TSKguardcolumn SW	TSKgel G2000SW ~TSKgel G4000SW (21.5×30, 21.5×60)	21.5×7.5
18762	TSKguardcolumn SuperSW	TSKgel SuperSW2000, SW3000 (4.6×30)	4.6×3.5

#### 11-3 ガードカラムの交換

ガードカラムは，吸着容量に限界があり，寿命があります。本体カラムに汚染が  
およぶ前に，早めに交換することが必要です。交換の頻度は，使用目的（分析か分  
取か），試料の性質（主成分の性質，不純物の性質や量など），試料負荷量，溶離液，  
流速などの種々の要因に依存し，画一的に示すことはできません。

使用中におけるカラム系の圧力上昇は，ガードカラムのエンドフィッティングの  
つまりや，ゲルの汚染を反映しますので，ある程度の圧力上昇が認められたなら交  
換するのも一つの方法です。

一般的には，測定データに変化が認められるようになった場合は，ただちに取り  
替えてください。

## 12. トラブル発生時の処置法

TSK-GEL使用中もし下記のようなトラブルが発生した場合、以下の手順にしたがってチェックをし、適切な処置をおこなってください。処置が適切であれば、元通りに近い分離能に回復することもあります。カラムの寿命、吸着物質、気泡の混入、乾燥、凍結等が原因の場合には、元通りの分離能は得られませんので、カラムの取扱いには十分な注意を払ってください。

### 12-1 カラムエンドフィッティングトラブル

試料を注入後、急激に流量が低下した場合、同一流量でカラム購入時より大きく圧損が増大した場合、あるいはエンドフィッティングのスエジロックが破損した場合12-1-1～12-1-3項の処置や確認をおこなってください。

#### 12-1-1 つまり物の押し出し

カラムを装置より取りはずし、出口側エンドフィッティングをポンプ側に配管接続し通常の流速で送液して、入口側エンドフィッティングにつまったものをカラム外に押し出してください。この操作でつまったものが取れない場合、あるいはエンドフィッティングが破損した場合は、12-1-2項の手順にしたがってエンドフィッティングの交換をおこなってください。

#### 12-1-2 エンドフィッティングの交換

新しいエンドフィッティングを用意し、つまったエンドフィッティングを交換します。この際、ゲルが外部に漏れないよう細心の注意を払ってください。カラムトップにすき間ができた場合は12-2-2項を参照し、トップオフゲルを用いてすき間に充てんしてください。

#### 12-1-3 エンドフィッティングの交換後

交換が終わりましたら、4-5-2項を参考にして、新しいエンドフィッティング側の気泡を取り除いた後、理論段数を測定し、段数の低下が起っていないか確認してください。

### 12-2 分離能が急激に低下した場合

カラム系の理論段数を測定してください。吸着物の影響が考えられず段数が正常であれば試料に原因があると思われますので、新しく試料を作り直してください。

もし理論段数が異常であれば、カラムの性能低下と考えられますので、まずカラ

ム1本1本の理論段数を測定してください。その際、それぞれのカラムは気泡がはいらないように、エンドフィッティングにエンドプラグをしておいてください。性能低下のカラムが見つかりましたら下記の処置をおこなってください。

カラム系の分離能が急激に低下する原因としては、12-2-1~12-2-3項が考えられます。

#### 12-2-1 エンドフィッティングにゴミ等がつまり、流路に乱れを生じる場合

12-1項を参考にして、エンドフィッティングの洗浄または交換後、理論段数を測定してください。

#### 12-2-2 カラム入口側のすき間（トップオフ）

急激な加圧、最大流速以上の流速がかかった場合、4-9項の脈流対策に対し考慮をしなかった場合、あるいは頻繁な溶媒交換をおこなった場合は、カラムの入口側にすき間（トップオフ）が生じる場合があります。

理論段数が極端に低下し（各グレードで通常の段数の30%以下）、かつ単分散試料のピークの形が大きくテーリングした場合、カラム入口側にすき間が空いたと考えられます。入口側のエンドフィッティングを取り外し、すき間があいていましたら、トップオフゲルを充てんしてください。性能が回復することがあります。性能が回復しない場合は、そのカラムは再生不能です。新しいカラムを準備してください。トップオフゲルは、表5に示します。

表5 トップオフゲル

品番	品名	ゲル量
08544	TSKtopoffgel SW <sub>XL</sub>	1 ml
06819	TSKtopoffgel SW	1 ml

備考：トップオフゲルの出荷時溶媒は0.05%、NaN<sub>3</sub>水溶液です。

#### 一 トップオフゲル充てん法一

1. カラム入口を上部にし、カラムを垂直に立てて固定します。
2. 入口側エンドフィッティングを取り外します。
3. エンドフィッティングにトップオフゲルスラリーを入れ、図5のようにアスピレーターを用いてゲルケーキを作ります。
4. ミクロスパーテルを用いて、このゲルケーキをトップオフに充てんします。

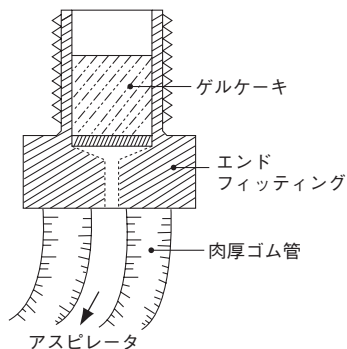


図5 充てん法

5. エンドフィッティングにのこったゲルを除去します。
6. エンドフィッティングをカラムに取りつけてます。

### 12-2-3 吸着物質が蓄積した場合

この場合は、12-3項を参考にしてください。

試料の吸着を避けるために、ガードカラムをセットされることをおすすめします。

### 12-3 使用中に試料が吸着して溶出しないうち、または溶出がいちじるしく遅れる場合

長時間繰り返して測定しているうちに、溶出挙動がいちじるしく変化する場合がありますが、このような現象は、試料中の微量吸着成分が充てん剤表面に蓄積し表面状態が変化したために起こるものと考えられます。このような場合、性質の異なる溶媒で洗浄することにより分離能が回復することがあります。

下記に吸着の代表例を示します。

#### 吸着現象と洗浄法

1. イオン性吸着（イオン性物質の除去）  
塩濃度を上げて適切なイオン強度にする。
2. 疎水性吸着（疎水性吸着物質の除去）  
水溶性有機溶媒を添加した溶離液を用いる（0.05mol/lりん酸緩衝液+30%アセトリル混合溶液，メタノール混合溶液，ジオキサン混合溶液など。）
3. 水素結合性吸着（溶解性の小さいタンパク質等の除去）  
尿素を添加した溶離液を用いる。
4. 塩基性物質の吸着  
酸性水溶液（りん酸緩衝液pH2.5）を用いる。  
これらの方法は、かなりきびしい条件ですので、上記の方法をすべておこないますと、頻繁な溶媒交換となり、カラムの劣化の原因となります。試料をよくご検討のうえ、最も適した方法で洗浄をおこなってください。

## 13. 品質規格および保証

### 13-1 検査票（INSPECTION DATA）

カラムの検定結果は検査票に記載のとおりです。

理論段数はカラム当りの理論段数、圧力は検定流速での圧力を表示してあります。検定条件は以下に述べます。

### 13-1-1 検定溶媒および出荷時溶媒

0.1mol/lりん酸緩衝液+0.1mol/lNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+0.05%NaN<sub>3</sub> (pH6.7)

### 13-1-2 検定流速

0.35ml/min : 4.6×30のカラムに対して

1.0 ml/min : 7.8×30, 7.5×30, 7.5×60のカラムに対して

6.0 ml/min : 21.5×30, 21.5×60のカラムに対して

### 13-1-3 検定試料および濃度

表 6 検定試料および濃度

品 名	試 料 名	濃 度
TSKgel G2000SW <sub>(XL)</sub> , SuperSW2000	Thyroglobulin (Bovine Type I)	0.2g/l
	Albumin (Bovine Serum)	1.0
	Ribonuclease-A (Bovine Pancreas)	1.0
	$\rho$ -Aminobenzoic Acid	0.01
TSKgel G3000SW <sub>(XL)</sub> , SuperSW3000	Thyroglobulin (Bovine Type I)	0.5g/l
	$\gamma$ -Globulin (Bovine Cohn Fraction II)	1.0
	Ovalbumin	1.0
	Ribonuclease-A (Bovine Pancreas)	1.5
	$\rho$ -Aminobenzoic Acid	0.01
TSKgel G4000SW <sub>(XL)</sub>	Thyroglobulin (Bovine Type I)	1.0g/l
	Ferritin (Horse Spleen)	2.0
	Ovalbumin	1.0
	$\rho$ -Aminobenzoic Acid	0.01

### 13-1-4 試料量

5  $\mu$ l : 4.6×30のカラムに対して

20  $\mu$ l : 7.8×30, 7.5×30, 7.5×60のカラムに対して

200  $\mu$ l : 21.5×30, 21.5×60のカラムに対して

### 13-1-5 検出器

装 置 : 東ソー製紫外可視検出器UV-8000, SuperSWは, UV-8020 (マイク  
ロセル付) およびレオダイン製8125インジェクターを使用.

検出波長 : 280nm

13-1-6 測定温度  
室 温

13-2 品質規格

SWタイプは、以下の規格で出荷されております。

表7 品質規格

品番	品 名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/COLUMN)	非対称係数
08540	TSKgel G2000SW <sub>XL</sub>	7.8×30	20,000	0.7~1.6
08541	TSKgel G3000SW <sub>XL</sub>		20,000	
08542	TSKgel G4000SW <sub>XL</sub>		16,000	
05788	TSKgel G2000SW	7.5×30	10,000	0.7~1.6
05789	TSKgel G3000SW		10,000	
05790	TSKgel G4000SW		8,000	
05102	TSKgel G2000SW	7.5×60	20,000	0.7~1.6
05103	TSKgel G3000SW		20,000	
05104	TSKgel G4000SW		16,000	
06727	TSKgel G2000SW	21.5×30	10,000	0.7~1.6
06728	TSKgel G3000SW		10,000	
06729	TSKgel G4000SW		8,000	
05146	TSKgel G2000SW	21.5×60	20,000	0.7~1.6
05147	TSKgel G3000SW		20,000	
05148	TSKgel G4000SW		16,000	
18674	TSKgel SuperSW2000	4.6×30	30,000	0.7~1.6
18675	TSKgel SuperSW3000		30,000	

13-3 保証

- ① 現品到着後、検査票並びにこの取扱説明書に記載の条件で、カラムの理論段数および非対称係数をチェックしてください。当社の責任で規格値を外れている場合には良品と交換いたします。
- ② 輸送中の事故などで、カラムに破損が認められる場合には良品と交換いたします。
- ③ 上記、品質不良につきましては、現品到着後、2週間以内にご連絡ください。2週間を過ぎた場合は良品としてお受取りいただいたものとみなします。

- ④ カラムの寿命については、保証の対象外といたします。
- ⑤ 商品の仕様は、改良のため予告なく変更することがあります。

## 14. おわりに

本取扱説明書の内容に関して、ご不明な点あるいはご質問等がありましたら、巻末の連絡先にご連絡ください。

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です。

HLC, TSK-GEL, TSKgel, TSKgel SuperMultipore,

BioAssist, Enantio, PStQuick,

エンバイロパック/Enviropak, トヨパール/TOYOPEARL, ToyoScreen,

TOYOPEARL GigaCap, トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap,

トヨパールパック/TOYOPEARLPAK, TOYOPAK



TOSOH

## 東ソー株式会社

### バイオサイエンス事業部

東京本社 営業部	☎ (03) 5427-5180	〒105-8623	東京都港区芝3-8-2
大阪支店 バイオサイエンスG	☎ (06) 6209-1948	〒541-0043	大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店 バイオサイエンスG	☎ (052) 211-5730	〒460-0003	名古屋市中区錦1-17-13
カスタマーサポートセンター	☎ (0120) 17-1200	〒252-1123	神奈川県綾瀬市早川2743-1

Printed in Japan