



# Lux HPLC 色谱柱

## 保养与使用提示

### 一般信息

Phenomenex 制造的每支 Lux 色谱柱都经过单独准备和检测。每支色谱柱都附带一份质量保证证书 (CQA)，证书中说明了测试条件、工作温度和色谱柱详细信息。将色谱柱详细信息 (例如规范和性能测试结果) 输入您的信息管理系统，即可轻松地进行跟踪和参考。您可以在以下网址获取色谱柱质量文档的电子副本：[www.phenomenex.com.cn/mysupport](http://www.phenomenex.com.cn/mysupport)

### 检验

收到色谱柱后，请验证您手上的色谱柱是您所订购的色谱柱 (即规格、粒径和填料均是您选择的值)。此外，也要检查色谱柱是否在运输期间产生损伤。检查后应立即测试色谱柱以验证性能，并将测试结果记录到您的色谱柱信息管理系统中。

### 色谱柱特性

	Lux 固定相	手性选择剂	粒径 (μm)	孔径 (Å)	pH 稳定性	出厂溶剂	建议模式
常规	Cellulose-1	纤维素-三 (3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5、10、20	1000	2-9	正己烷/2-丙醇 (90:10)	正相 极性有机 反相 SFC
	Cellulose-2	纤维素-三 (3-氯-4-甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5、10、20	1000	2-9		
	Cellulose-3	纤维素-三 (4-甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5、10、20	1000	2-9		
	Cellulose-4	纤维素-三 (4-氯-3-甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5、10、20	1000	2-9		
	Amylose-1	直链淀粉-三 (3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5	1000	2-9		
	Amylose-2	直链淀粉-三 (5-氯-2-甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5	1000	2-9		
固定化	i-Cellulose-5	纤维素-三 (3,5-二氯苯基氨基甲酸酯)	3、5	1000	2-9		
	i-Amylose-1	直链淀粉-三 (3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5	1000	2-9		
	i-Amylose-3	直链淀粉-三 (3-氯-5-甲基苯基氨基甲酸酯)	3、5	1000	2-9		
	AMP	专有	3	1000	1-11.5	乙腈/水 (85:15)	反相

### 色谱柱安装

您的液相色谱系统的初始设置对确保色谱柱性能至关重要：

确保您的液相色谱系统满足以下条件：

1. 密封、管线和进样器清洁
2. 已预充管线 (没有干燥的管线或气泡)
3. 基线稳定
4. 压强一致

使用 HPLC 级、与色谱柱的出厂溶剂混溶的流动相冲洗液相色谱系统泵和管线。

流动相起始条件检查清单：

1. 使用前，确保 HPLC 级流动相已混合均匀、过滤和脱气。
2. 确保色谱柱出厂溶剂、液相色谱系统内的剩余溶剂和流动相溶剂混溶。

将流速设置为 0.1 mL/min (适用于 2.1-4.6 mm 内径)，安装色谱柱，确保箭头方向与流动方向一致。将流速升高至 0.2 mL/min (2.1 mm 内径) 或 1.0 mL/min (4.6 mm 内径)，保持 5-10 分钟。使用小烧杯收集溶剂。

停止流量并擦洗色谱柱的出样口端以移除任何颗粒，然后再连接到检测器。

将接头/管件安装到出样口端，并以较低的流速 (约 0.2 mL/min) 通过至少 10 倍于色谱柱容积的溶剂，同时监测背压。

1. 压强稳定说明流速一致，压强波动则说明系统中存在气体。
2. 压强大范围波动可能会冲击和损坏色谱柱，因此，监测压强至关重要。

监测压强和检测器信号，在两者均稳定后，色谱柱可以投入使用。

## SFC 色谱柱安装

1. 将色谱柱安装在 SFC 仪器柱温箱室中
2. 将 SFC 仪器背压调节器设置为大约 80-100 bar，并在使用前用至少十倍于色谱柱容积的 SFC 流动相平衡色谱柱
3. SFC 流动相一种比较好的起始选择是 CO<sub>2</sub>/甲醇或 CO<sub>2</sub>/乙醇（体积比为 80:20），带或者不带添加剂均可。
4. 4.6mm 内径色谱柱的最佳流速为 3-6 mL/min。我们建议将流速逐渐升高到 3 mL/min，以免背压超过 300 bar (4300 psi)。

## 溶剂切换

在从一种流动相转换到另一种时，必须采用适当的色谱柱清洗程序。在清洗时必须仔细考虑不同流动相成分的混溶性。建议将 Lux 涂层色谱柱专门用于正相、反相或极性有机模式。不建议在不同的运行条件下来回切换。

### 正相到极性有机或反相

要将色谱柱从正相安全地转移到极性有机或反相条件，请使用以下程序：

1. 将流速设为 0.5 mL/min
2. 使用 10 倍于色谱柱容积的甲醇/乙醇（体积比为 90:10）冲洗色谱柱
  - a. 例如，为 250 x 4.6mm 色谱柱使用 25 mL
3. 使用至少 10 倍于色谱柱容积的新流动相活化色谱柱。

\*\*如果您的反相流动相缓冲液的盐在甲醇和/或乙醇中不混溶，请在甲醇/乙醇步骤后使用水简单地冲洗色谱柱，然后使用 10 倍于色谱柱容积的反相或极性有机流动相活化色谱柱。

### 反相到正相

在 Lux 色谱柱（i-Amylose-1、i-Amylose-3 和 i-Cellulose-5 除外）处于反相模式后，不建议从反相切换回正相。

### 极性有机到正相

在 Lux 色谱柱（i-Amylose-1、i-Amylose-3 和 i-Cellulose-5 除外）处于极性有机模式后，不建议切换到正相模式。

### 正相、极性有机或反相到 SFC

1. 使用甲醇/乙醇（体积比为 90:10）并将流速设为 0.5 mL/min。
2. 在切换到 CO<sub>2</sub> 之前，使用至少 10 倍于色谱柱容积的溶剂冲洗。
3. 使用 SFC 溶剂活化时，将流速降低至 0.3 mL/min，直至甲醇/乙醇冲出。

### SFC 到正相、极性有机或反相：

1. 使用甲醇/乙醇（体积比为 90:10）并将流速设为 0.5 mL/min。
2. 使用至少 10 倍于色谱柱容积的溶剂冲洗，直至 CO<sub>2</sub> 被吹出。
3. 然后，使用至少 10 倍于色谱柱容积的新流动相活化。

## 典型流速、背压、温度：

下面是常见规格的 Lux HPLC 色谱柱的一些典型值。这些数字不是绝对值，并且在不同的液相色谱系统、运行参数和样品分析物/基质下可能不同。以下的数值经由己烷和 IPA 组成的溶剂系统创建。

粒径 (μm)	内径 (ID)	典型流速	典型压强 (PSI)		
			50 mm	150 mm	250 mm
3	2	0.2	250	550	不适用
3	3	0.4	不适用	725	不适用
3	4.6	0.5	250	400	550
5	4.6	0.5	150	230	300
5	10	2.5	不适用	不适用	780
5	21.2	20	不适用	435	670
5	30	40	不适用	570	830
5	50	50	750	850	1200

### 背压上限

- Lux 液相色谱分析柱的建议最大压强为 4500 psi (310 bar)，AXIA™ 制备柱为 3625 psi (250 bar)，不过，压强限值取决于您的运行参数和系统，并且可能发生变化。

### 温度上限

- Lux 液相色谱柱的建议温度上限不超过 50°C，不过，温度限值取决于您的运行参数，并且可能发生变化。

## 流动相兼容性

Lux 手性固定相（i-Cellulose-5、i-Amylose-3 和 i-Amylose-1 除外）在制造过程中涂有含多糖衍生物的硅胶。因此，即使为痕量，也必须避免使用任何会溶解多糖衍生物的溶剂，如下所述：

- 四氢呋喃、丙酮、氯化烃类、乙酸乙酯、二甲亚砜、二甲基甲酰胺、N-甲基甲酰胺、甲苯、甲基乙基酮和甲基叔丁醚等。
- Lux i-Cellulose-5、i-Amylose-3 和 i-Amylose-1 的固定化部分可以耐受注射到色谱柱上的强极性有机溶剂（例如 DMSO、DCM、乙酸乙酯、MtBE 和 THF），能够显著增强色谱柱的耐用性。

Lux 色谱柱在使用含有下述浓度水平添加剂的流动相时，能提供一致的结果。不过，如果将色谱柱与这些添加剂配合使用，色谱柱柱效可能会出现一定程度的下降。因此，我们建议将色谱柱专用于含有碱性添加剂的流动相。

对于碱性样品或酸性手性化合物，要实现手性分离并确保正确的峰形，有时候需要适当的流动相改性剂。

1. 二乙胺、乙醇胺和丁胺 (0.1-0.5%) 可用于碱性分析物
2. 三氟乙酸或乙酸 (0.1-0.2%) 可用于酸性分析物。
3. 也可使用碱性和酸性流动相添加剂的混合物（例如二乙胺乙酸盐或三氟醋酸盐）。

## 色谱柱储存

储存前，务必确保您的色谱柱清洁。包括移除缓冲液、盐、样品和离子配对剂。建议的储存条件为：

- 反相：可以使用乙腈/H<sub>2</sub>O（体积比为 85:15）和甲醇替代乙腈。
- 正相：正己烷/2-丙醇（体积比为 9:1）。

## 延长色谱柱使用寿命的提示

- 要在长时间使用 Lux 色谱柱后进行再生或移除潜在污染物，我们建议用 100% 甲醇或乙醇并以适当的流速将色谱柱冲洗 2-3 小时。也可以使用反向冲洗清洗色谱柱。
- 利用固相萃取 (Strata®-XSPE 产品) 等样品制备技术或配件 (Phenex™ 针头式过滤器)，以便尽可能减少进入您的系统和色谱柱上的污染物。
- 使用合适的保护柱、保护柱系统 (SecurityGuard™) 在微粒阻塞您的色谱柱之前将其移除。
- 不要让色谱柱过载。进样合适的样品浓度和体积。请参见图表：典型载样量
- 在色谱柱的适当分离模式下工作。请参见色谱柱特性表，了解每种固定相适合的典型模式。
- 将您的色谱柱储存在合适的溶剂中。
- 以较低流速从一种混溶溶剂缓慢富集到另一种，正确执行溶剂切换：2.1mm 内径为 0.1mL/min，4.6mm 内径为 0.5mL/min。

## 测试色谱柱性能

测试色谱柱性能时，请使用制造商批准的测试混标。

### 正相

名称： 手性测试混标 5  
 货号： ALO-8412  
 单位容量： 2mL  
 组成： 反-二苯乙烯氧化物，0.5mg/mL，CAS [1439-07-2]  
 稀释液： 己烷/异丙醇 (90:10)

### 测试条件

流动相： 己烷/异丙醇 (90:10)  
 流速： 0.5mL/min  
 进样量： 2.0µL  
 检测： UV / 220nm

## 典型载样量

色谱柱类型	内径 (mm)	死体积估值 (mL)	典型流速 (mL)	典型和 (最大) 进样质量 (mg)	典型和 (最大) 进样量 (µL)
毛细管 (熔融石英)	0.32	0.0075	0.001 - 0.02	0.001 (0.01)	1 (10)
微孔	1.0	0.07	0.02 - 0.1	0.01 (0.1)	5 (25)
分析	4.6	1.5	0.5 - 2.0	0.1 (2.5)	10 (200)
半制备	10.0	7.3	5.0 - 20	1.0 (25)	50 (1000)
制备	20.0	29.2	10 - 200	5.0 (500)	200 (5000)

## 色谱柱保修

Phenomenex 保证其 HPLC 色谱柱符合声明的性能和质量水平，并且不存在材料和工艺缺陷。如果您出于任何原因而不满意，请致电您的 Phenomenex 技术代表。我们将竭尽全力解决您的问题，并让您满意。如果需要退回色谱柱，必须先向 Phenomenex 获得退回授权号。

## 免责声明

分析之前，应使用制造商建议的测试混标测试新色谱柱，并使用相同或合适的测试混标测试之前用过的色谱柱。更换溶剂时请记得重新平衡系统。请勿从一种溶剂切换到另一种不混溶的溶剂，并且也不应使用与两者都不混溶的中间溶剂。否则将损坏色谱柱。如果缓冲液/盐在第二种溶剂中不溶解，请勿在缓冲液/盐溶液之间来回切换。否则也会损坏色谱柱。切勿尝试移除色谱柱接头。这将导致保修无效。

## 色谱柱冲击

小心处理色谱柱。请勿掉落或者造成物理冲击。请勿以高流速开始泵送，而应在几分钟内缓慢增大流速。设置您的泵压强限值，在发生阻塞时为色谱柱提供保护。阻塞将产生空隙，这会降低色谱柱的性能。

## 色谱柱问题与支持

如果您有任何其他问题，请通过以下方式联系我们强大的技术团队：

电子邮件： [support@phxtechnical.zendesk.com](mailto:support@phxtechnical.zendesk.com)

实时聊天： <https://www.phenomenex.com.cn/chatcn>

如需了解有关 Lux UHPLC、HPLC 和制备色谱柱的详细信息，请访问 [www.phenomenex.com.cn/Lux](http://www.phenomenex.com.cn/Lux)

### 商标

Phenomenex、SecurityGuard、和 Strata 是 Phenomenex 的注册商标，AXIA、Lux 和 Phenex 是 Phenomenex 的商标。

© 2019 Phenomenex, Inc. 版权所有。

