



オンライン SPE-GC システム SPL-W100

簡易マニュアル
(サイエックス社 LCMS 用)

株式会社アイスティサイエンス

目次

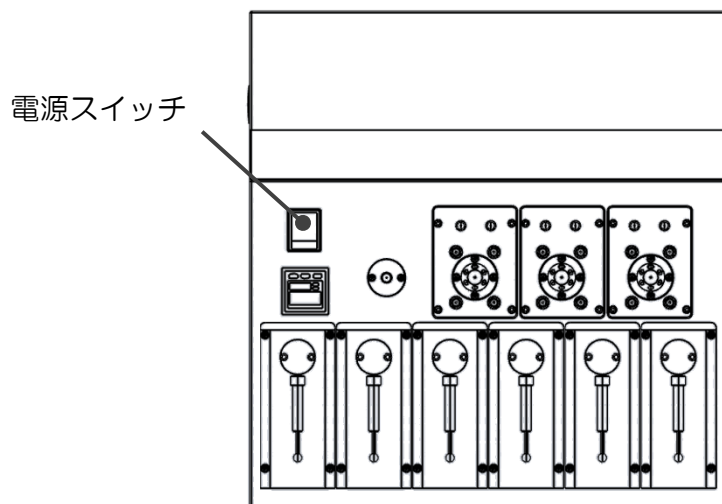
使用手順.....	1
1 本体の電源を入れる.....	2
2 ソフトウェアを立ち上げる	3
3 溶媒を準備してセットする	5
4 試料をバイアルトレイにセットする	7
5 固相カートリッジ (Flash-SPE) を固相トレイにセットする	9
6 SPE-LC メソッドの実行(シーケンスの実行)	11
7 LC(MS)メソッド編集と実行.....	17
8 分析終了後の装置シャットダウンについて	22

使用手順

1. 本体の電源を入れる (SPL-W100)
↓
2. ソフトウェアを立ち上げる
↓
3. 溶媒を準備してセットする
↓
4. 試料をバイアルトレイにセットする
↓
5. 固相カートリッジ (Flash-SPE) を固相トレイにセットする
↓
6. SPE-LC メソッドを実行する
↓
7. LC (MS) メソッドを実行する
↓
8. 分析終了後のシャットダウンについて

1 本体の電源を入れる

送液部（コントローラ）にある電源スイッチを ON (I) にします。
電源を入れると、送液部および本体（ロボットアーム）側にも電源が供給されます。
(電源が入っていない状態では、ロボットアームのロックは解除されています。)

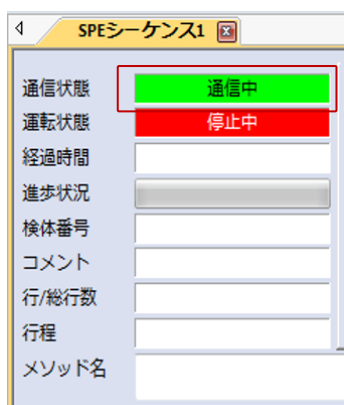


2 ソフトウェアを立ち上げる

SPL-W100 制御ソフト[SGLI-STUDIO]を起動します。
デスクトップにある SGI-STUDIO のショートカットアイコンをダブルクリックしてソフトを起動します。



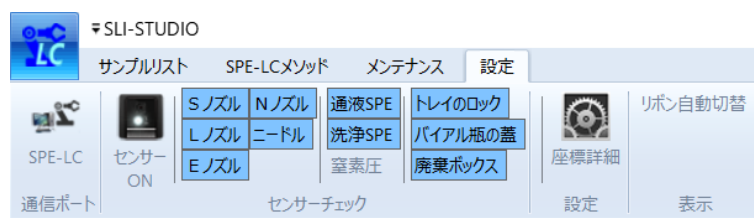
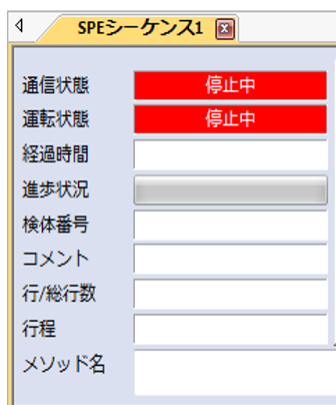
起動後、シーケンスタブの上部にある通信状態を確認します。SPL-W100 との通信が正常に行われていれば、通信状態に「通信中」と表示され、ウィンドウが緑色の表示になります。



※通信状態が「停止中」となっている場合

通信状態が赤色で「停止中」の表示になっている場合、装置の電源が入っているか、通信用のケーブルが抜けていないか、または、パソコンのCOMポート設定が正しく行われているかを確認してください。ポート設定については、設定タブの通信ポートにある「SPE-LC」アイコンをクリックし、「USB Serial Port」と表示されたCOMポートの番号を正しく振り分けてください。

SPL-W100 簡易マニュアル (島津社 LCMS 用)

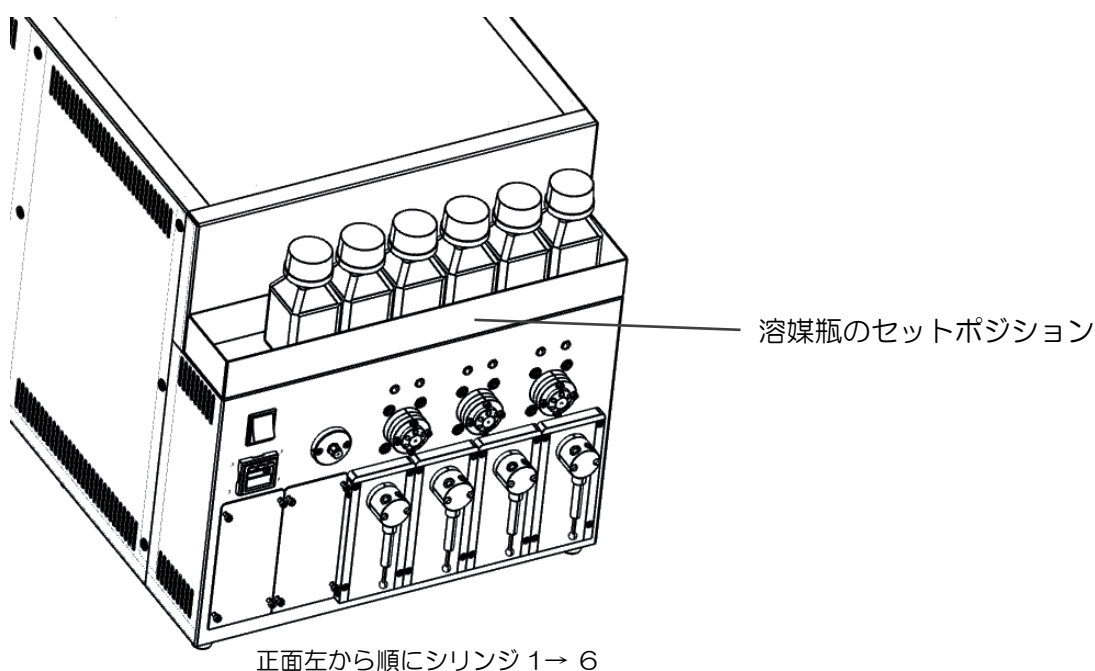


SPL-W100 接続ポート



3 溶媒を準備してセットする

溶媒瓶に溶媒を準備し、送液部のボトルラックにセットします。各シリンジポンプに繋がっている PTFE 製チューブの先端をキャップの穴から差し込みます。チューブの先端が底に着くまでしっかりと差し込んでください。



標準使用溶媒

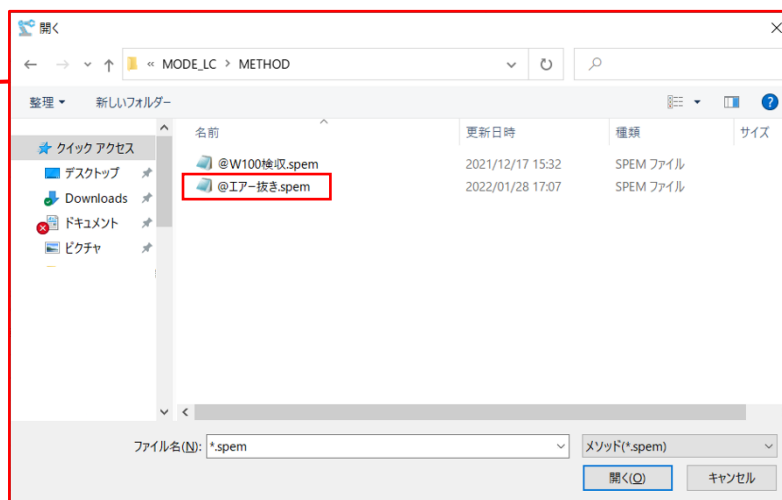
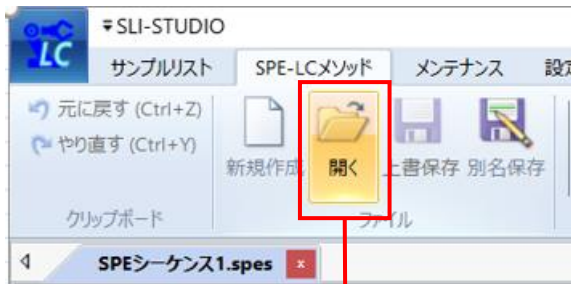
- シリンジ 1: —
- シリンジ 2: アセトリル
- シリンジ 3: 水
- シリンジ 4: —
- シリンジ 5: アセトリル/水=1/1
- シリンジ 6: 水

また、運転の開始時には溶媒ラインのエア抜きを行ってください*。

エア抜きは「@エア抜き.spem」メソッドを運転して行います。

※1 日の使用開始時や、前回の運転から時間が開いている場合、溶媒ラインの気泡が抜けるまでエア抜きを十分に行ってください。

SPL-W100 簡易マニュアル (島津社 LCMS 用)



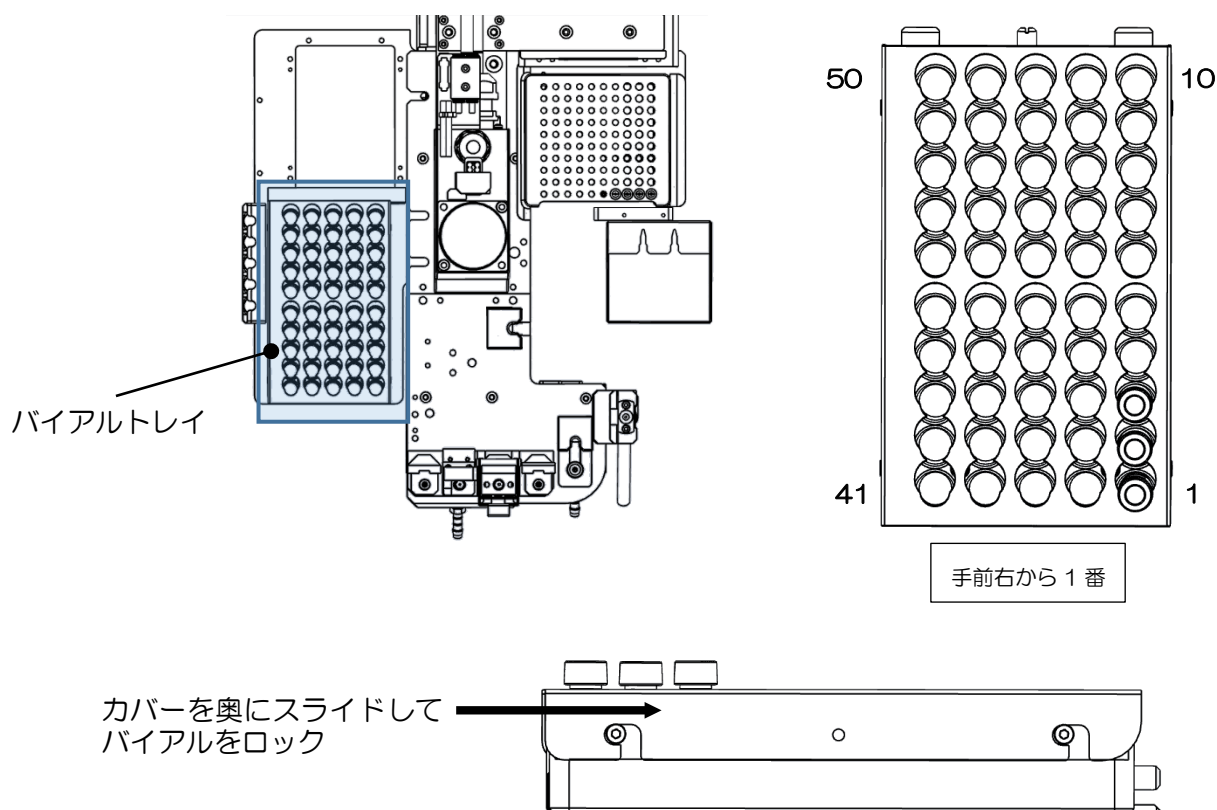
開いたメソッド画面で実行ボタンを押してメソッドを実行してください。

No	command	ポジション														シリンジ 量(μ) 流速(μ/s)						バルブ			コメント	行程					
		原点	試料	過液	洗浄	溶出	固相	発露	ノズル格納	1	2	3	4	5	6	1	2	3													
		P	P0	P1	P2	P3	P4	P5	P6	PL	PS	PE	PN	PF	PM	50μL	流速	250μL	流速	150μL	流速	100μL	流速	250μL			流速				
1	原点復帰									L	S	E	N	F	M											H	H	H			
2	洗浄カートリッジでニードル洗浄				E																										
3	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											250	50	L	250	50	L					100	20	L	250	50	L	H	H	H	H
4	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											-250	50	R	-250	50	R					-100	40	R	-250	40	R	H	H	H	H
5	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											250	50	L	250	50	L					100	20	L	250	50	L	H	H	H	H
6	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											-250	50	R	-250	50	R					-100	40	R	-250	40	R	H	H	H	H
7	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											250	50	L	250	50	L					100	20	L	250	50	L	H	H	H	H
8	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											-250	50	R	-250	50	R					-100	40	R	-250	40	R	H	H	H	H
9	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											250	50	L	250	50	L					100	20	L	250	50	L	H	H	H	H
10	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											-250	50	R	-250	50	R					-100	40	R	-250	40	R	H	H	H	H
11	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											250	50	L	250	50	L					100	20	L	250	50	L	H	H	H	H
12	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											-250	50	R	-250	50	R					-100	40	R	-250	40	R	H	H	H	H
13	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											250	50	L	250	50	L					100	20	L	250	50	L	H	H	H	H
14	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出											-250	50	R	-250	50	R					-100	40	R	-250	40	R	H	H	H	H
15	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					100	20	L				H	H	H	H
16	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					-100	40	R				H	H	H	H
17	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					100	20	L				H	H	H	H
18	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					-100	40	R				H	H	H	H
19	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					100	20	L				H	H	H	H
20	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					-100	40	R				H	H	H	H
21	シリンジ▲でμLを流速◆μL/sで吸出																					100	20	L				H	H	H	H

4 試料をバイアルトレイにセットする

試料を 1.5mL バイアルに準備し、バイアルトレイのロック板を手前側に引いてからバイアルセットしてください。バイアルをセットしたらロック板を奥側へ押し込み、バイアルを固定してください。バイアル番号は右側手前が 1 番になり、奥へ順に進みます。最大 50 検体の試料をセットすることができます。

(本体俯瞰図)

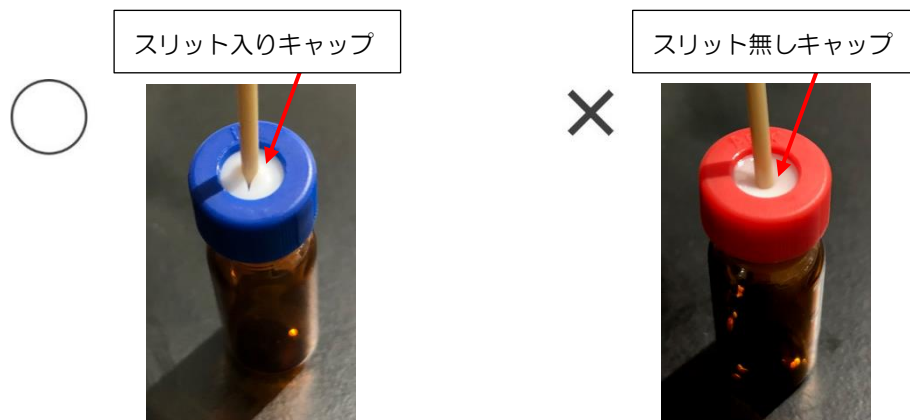


▲ 注意

サイエックス社の LCMS をご使用の場合、LC オートサンプラにダミーのバイアルをセットしてください。SPL-W100 を使用する時もオートサンプラが動作しますので、空のバイアルをオートサンプラのトレイにセットしてください。

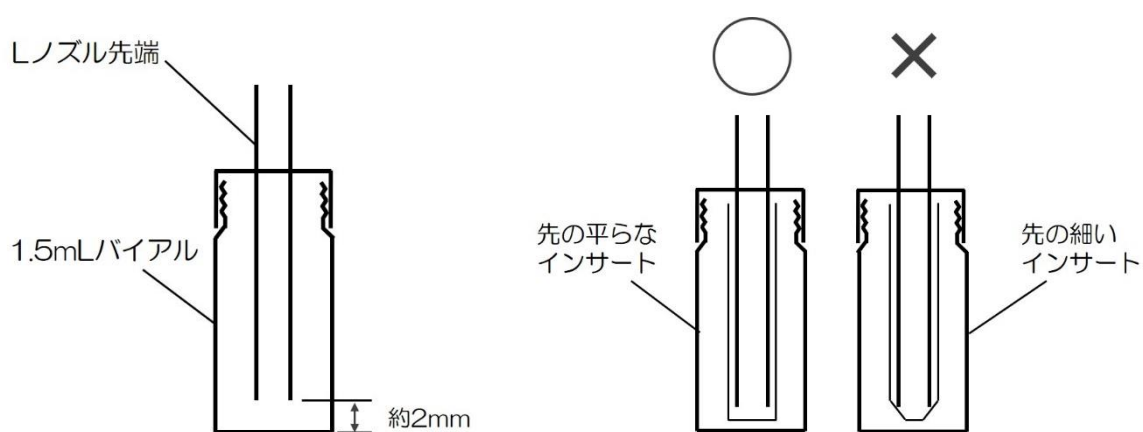
▲ 注意

試料を L ノズルで吸引する場合、スリットの無いシリコン製や PTFE 製のセプタムはノズルが挿さらないので使用しないでください。スリット付きセプタムもしくはアルミ製のセプタムをご使用ください。



▲ 注意

L ノズルまたは S ノズルがバイアル瓶へ挿入される深さは、バイアルの底から約 2 mm 上の位置に設定しています。1.5 mL のバイアルに直接試料を入れる場合、300 μ L 以下では設定した試料量を吸引できない場合がありますのでご注意ください。試料量が少ない場合は、底が平らになっているインサートをご使用ください。先端が細くなっていたり、スプリングが付いているインサートは、ノズルの先が底面に当たり試料が上手く吸引できないことがありますので使用しないでください。

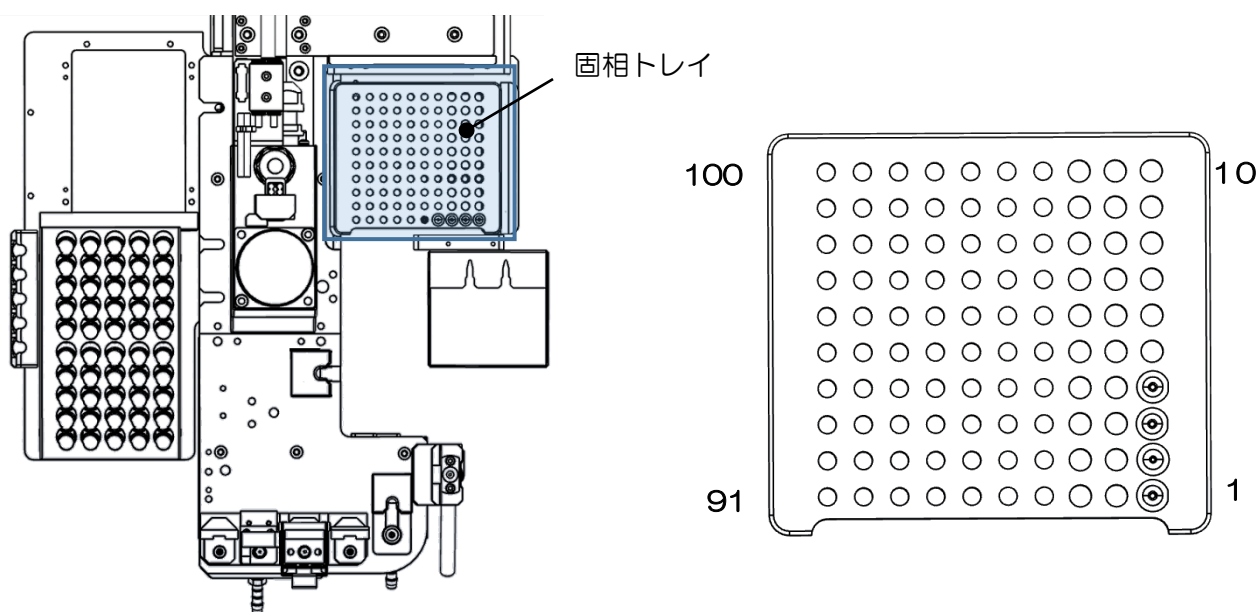


バイアルにノズルを挿入した図

5 固相カートリッジ (Flash-SPE) を固相トレイにセットする

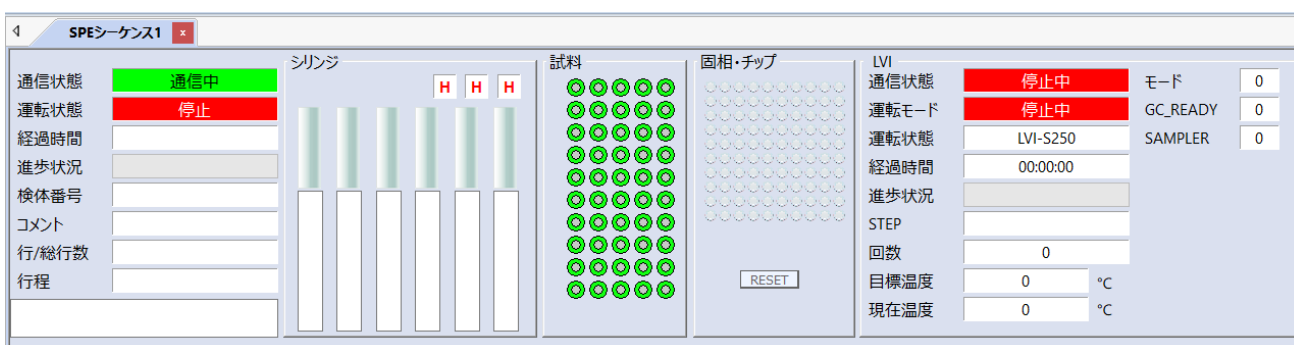
専用固相カートリッジ[Flash-SPE (アイスティサイエンス社製)]をトレイにセットします。固相カートリッジ右側手前が1番となり、奥に向かって順番に使用していきます。固相カートリッジがセットされていない番号はロボットが検知し、次のセットされた番号まで自動で進んでいきます。最大 100 個のカートリッジをトレイにセットできます。

(本体俯瞰図)



▲ 注意

固相カートリッジの使用した番号は、ソフトウェアで自動メモリーされます。(使用した番号は黒色で表示されます。) 固相カートリッジを再セットした場合は、ソフト画面のリセットボタンを押し、メモリー情報をリセットしてください。



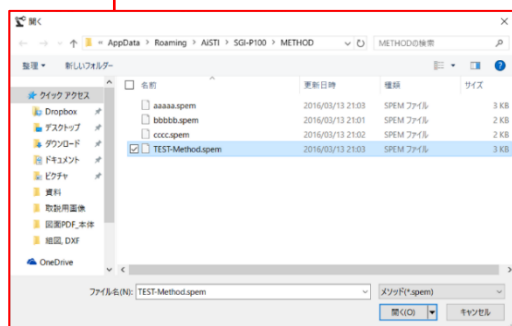
▲ 注意

固相カートリッジの使用した番号はメモリーされますが、固相カートリッジの残数が検体数に対して不足している場合でもエラー表示はされませんので、シーケンスに必要な固相カートリッジを予めセットしてください。

6 SPE-LC メソッドの実行(シーケンスの実行)

[シーケンステーブルの編集]

次に編集した SPE-LC メソッドファイルを読み込み、シーケンス運転を実行します。SPE シーケンスタブ中の SPE メソッド名の列をダブルクリックすると、「METHOD」フォルダが展開します。読み込むメソッドファイル (.spem) を選択し、「開く」をクリックします。



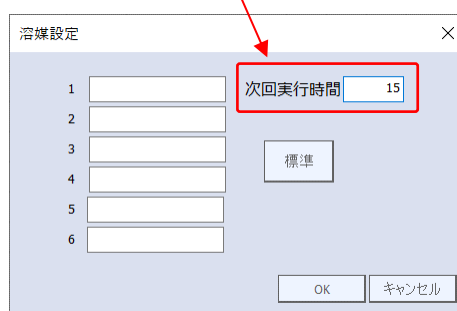
シーケンスの選択行にメソッドが読み込まれます。また、ここでは前処理メソッドの実行開始から次回前処理メソッド実行開始までの時間を設定します。

(LC の分析時間 + 3分の時間を目安に入力します。)

ステップ	実行 ▼	検体 No	SPE		検体情報			先 処 理	後 処 理	次回
			メソッド名	コード	依頼者	検体名	(min)			
1	<input type="checkbox"/>	1	test1						15	
2	<input type="checkbox"/>									
3	<input type="checkbox"/>									
4	<input type="checkbox"/>									
5	<input type="checkbox"/>									

※次回実行時間の保存

次回実行時間の設定は、SPE-LC メソッドファイルを読み込み、SPE-LC メソッドメニューにある「溶媒名」をクリックします。表示されたウィンドウの次回実行時間に数値を入力し、メソッドを保存します。シーケンス画面でメソッドを読み込んだときには、ここに入力した時間が反映されます。



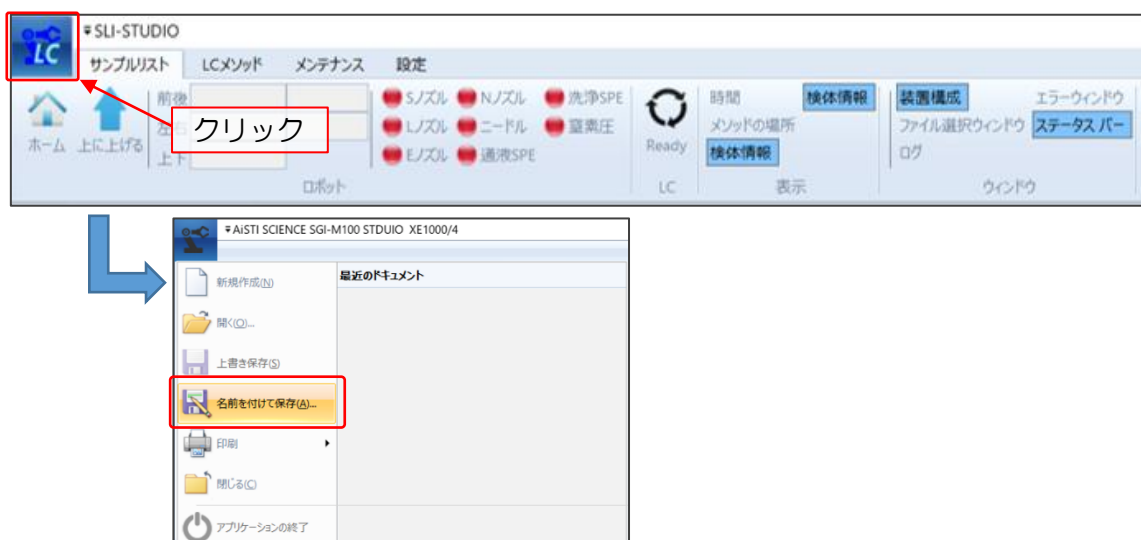
必要な試料数分だけシーケンス行を登録します。試料ごとに異なるメソッドを使用する場合は、検体 No. ごとにメソッドを選択します。上と同じメソッドを選択する場合は、必要な行数を選択してから、右クリックを押して「下へコピー」または「連続コピー」を行います。

「下へコピー」：上の行と同じ内容がコピーされます。

「連続コピー」：上の行と同じ内容がコピーされますが、検体 No. が連続番号となるようにコピーされます。

ステップ	実行	検体 No.	SPE	検体情報			先処理	後処理	次回 (min)
			メソッド名	コード	依頼者	検体名			
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	test1				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	15
2	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
3	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
4	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
5	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
6	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
7	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
8	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
9	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
10	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
11	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
12	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
13	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

シーケンスの編集が出来たら、シーケンスを保存します。左上のアイコンをクリックするとウィンドウが表示されますので、ファイル名を付けてシーケンスを保存します。ファイルは「SEQUENCE」フォルダに保存されます。

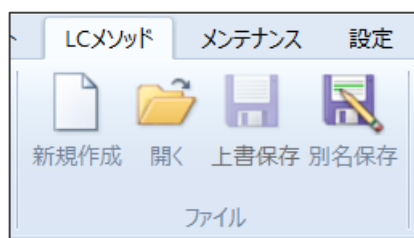


シーケンスファイルの保存が終わったら、シーケンスを実行します。実行列のチェックボックスに✓を入れます。「実行」部分をクリックすると、入力した行全てに✓が入ります。

ステップ	実行 ▼	検体 No	SPE	検体情報			先 処理 ▼	後 処理 ▼	次回 (min)
			メソッド名	コード	依頼者	検体名			
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	test1	1	1	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	15
2	<input checked="" type="checkbox"/>	2	test1	2	2	2	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	15
3	<input checked="" type="checkbox"/>	3	test1	3	3	3	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	15
4	<input checked="" type="checkbox"/>	4	test1	4	4	4	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	15
5	<input checked="" type="checkbox"/>	5	test1	5	5	5	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	15
6	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

シーケンス実行ボタンを押して、シーケンスを実行します。実行列に✓が入っている行が順に実行されます。また、途中でシーケンスを中止するには中止ボタンを押します。一時停止ボタンを押すと、一時的にメソッド実行を停止し、もう一度ボタンを押すと再開します。



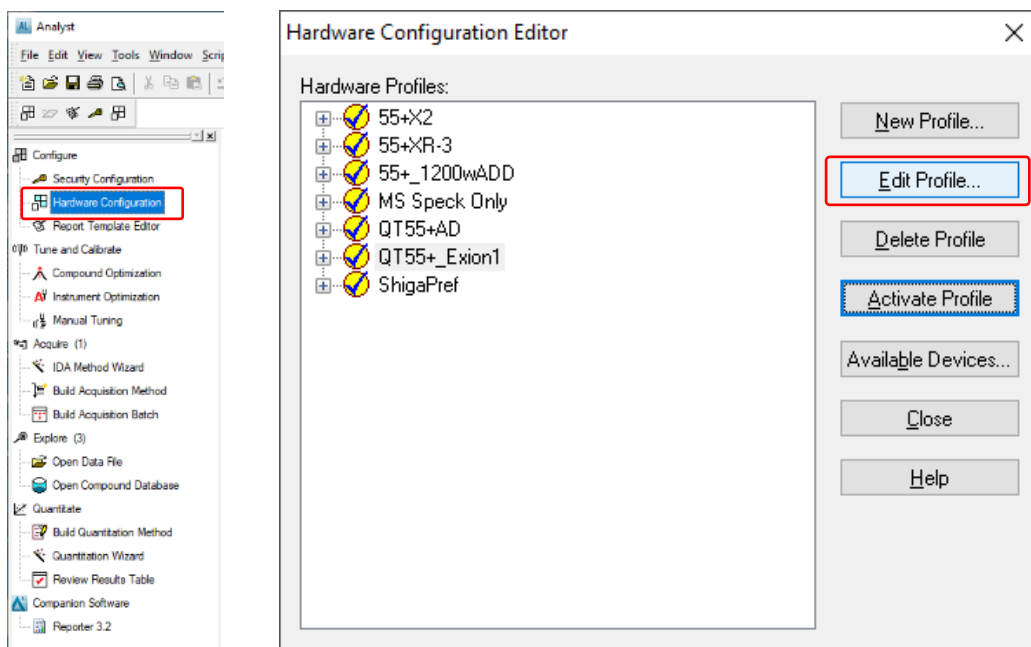


SPE-LC メソッドの編集は以上となります。

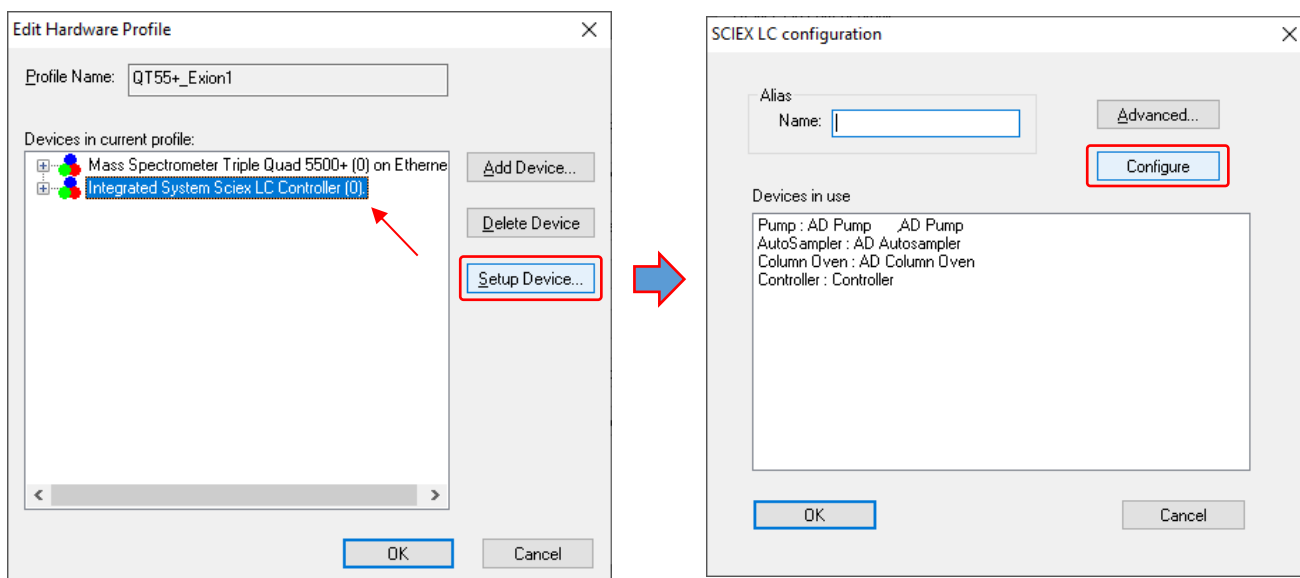
7 LC(MS)メソッド編集と実行

[環境設定]

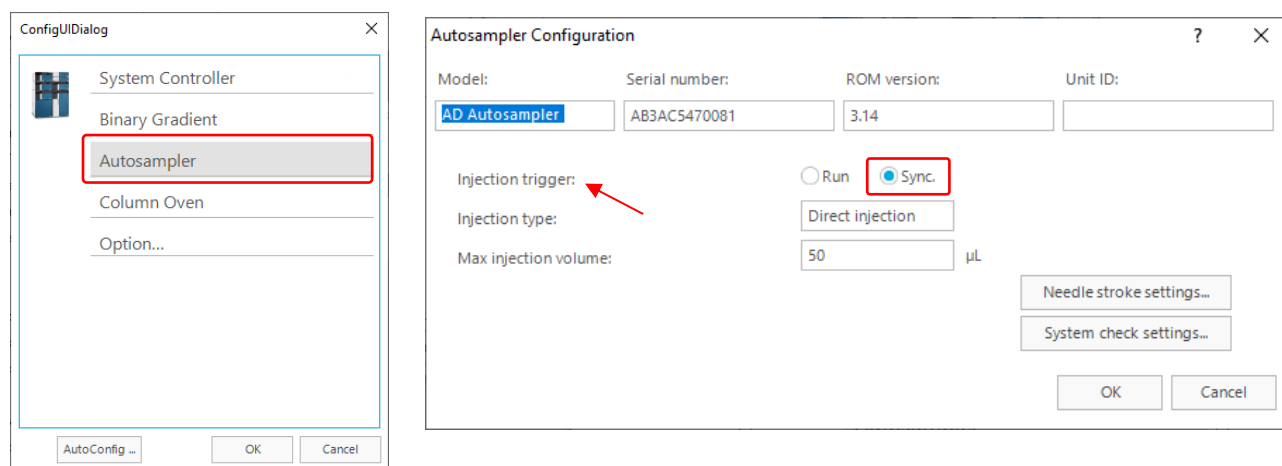
SPL-W100 を使用する時の環境設定を変更します。「Hardware Configuration」を開き、使用する装置構成を選択した状態で、「Edit Profile」をクリックします。



デバイスの中から LC を選択し、「Setup Device」をクリックし、開いたウィンドウの「Configure」をクリックします。



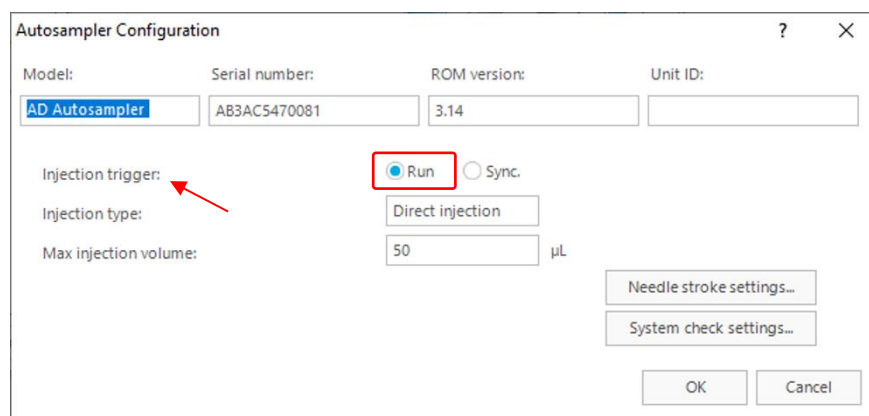
オートサンプラをクリックしてコンフィグ画面を開きます。「Injection trigger」の設定を「Sync.」にし、OK ボタンを押します。



以上で環境設定は完了となります。

※LC オートサンプラで注入する場合

SPL-W100 を使用せず LC オートサンプラを使用する場合には、オートサンプラのコンフィグレーションから、「Injection trigger」の設定を「Run」に変更してください。



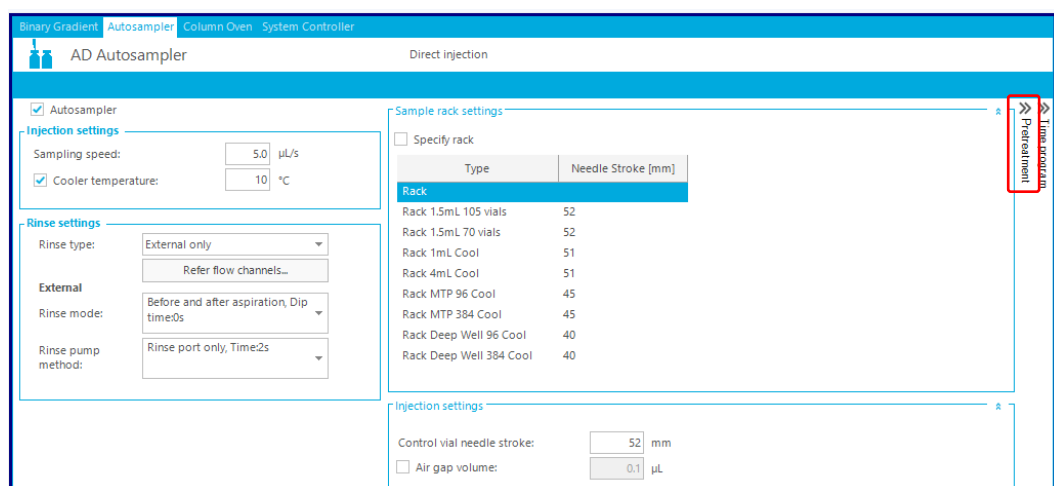
[メソッド編集]

メソッド編集画面を開き、各項目を設定します。

(※ 画像はチェックアウトサンプル分析時の例になります。)

オートサンプラの前処理プログラムの設定

オートサンプラのパラメータ設定画面を開き、「Pretreatment」の設定画面を開きます。



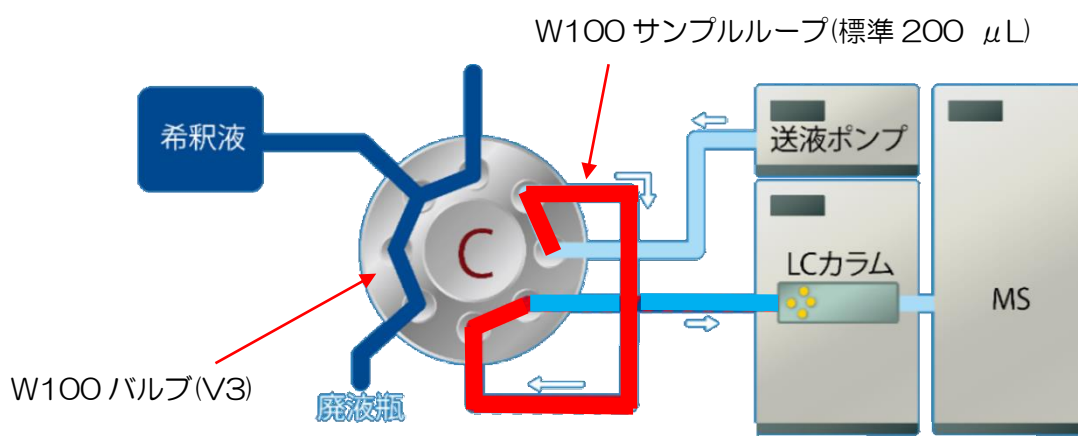
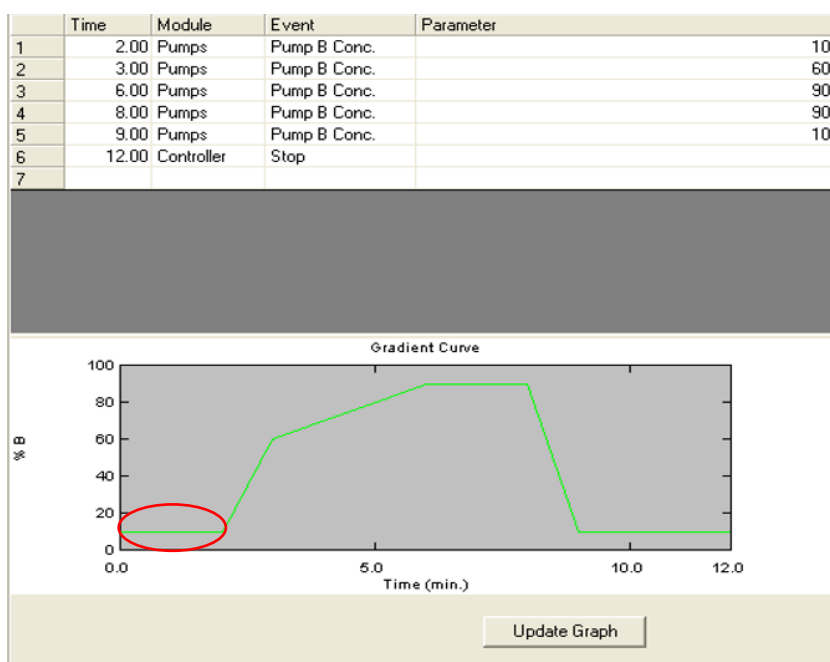
前処理プログラムコマンド「s.inj」の前に「event 1」を挿入し、「s.inj」の後ろに「event 0」コマンドを挿入します。

	コマンド
1	drinse
2	vialn rn,sn
3	nstrk ns
4	aspir iv,ss
5	drinse
6	injp
7	event 1
8	s.inj
9	event 0
10	purge.ml mv,rs
11	purgerp rv,rs
12	end
13	
14	

「s.inj」コマンドの前後に「event 1」と「event 0」コマンドを挿入

グラジエントプログラムの設定 (W100 使用時のポイント)

LC のポンプから送られた移動相は、W100 のサンプルループを通り LC カラムに送られます。(島津社オートサンプラ使用時にはサンプルループは通りません。)サンプルループの容量分だけ移動相を流す必要がありますので、LC がスタートしてから試料がカラムへ到達するまでの時間が遅くなります。グラジエントの初期濃度でのホールド時間を通常の注入よりも 1 分程度長く設定してください(流速により設定時間は異なります)。



その他の項目の設定

Pumps | Autosampler | Oven | Controller | Time Program

Pumping Mode:

Total Flow: mL/min

Pump B Conc: %

Pump B Curve:

Configured Pumps

Pump A: LC-20AD

Pump B: LC-20AD

Pump C: NONE

Pump D: NONE

Pressure Limits (Pump A, B)

Minimum: MPa

Maximum: MPa

MS | Advanced MS

Experiment: Scheduled MRM

Scan type:

Polarity

Positive

Negative

	Q1 Mass (Da)	Q3 Mass (Da)	Time (msec)	ID
1	195.000	138.000	497.0	
2	195.000	110.000	497.0	
3				

Total Scan Time (includes pauses): (sec)

Period Summary

Duration: (min) Delay Time: (sec)

Cycles: Cycle: (sec)

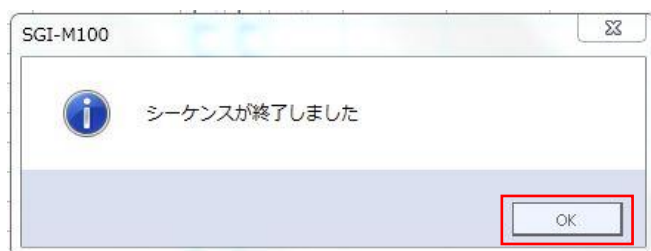
メソッドの編集が完了したら、ファイルを保存してください。

作成したメソッドファイルをバッチに登録し、実行してください。
(LCMS の測定は W100 からのスタート信号が入力された時点で開始されます)

8 分析終了後の装置シャットダウンについて

シーケンス運転の終了後、SPL-W100 をシャットダウンする場合には以下の操作を行います。

「シーケンスが終了しました」というメッセージが表示されるので、OK ボタンをクリックします。

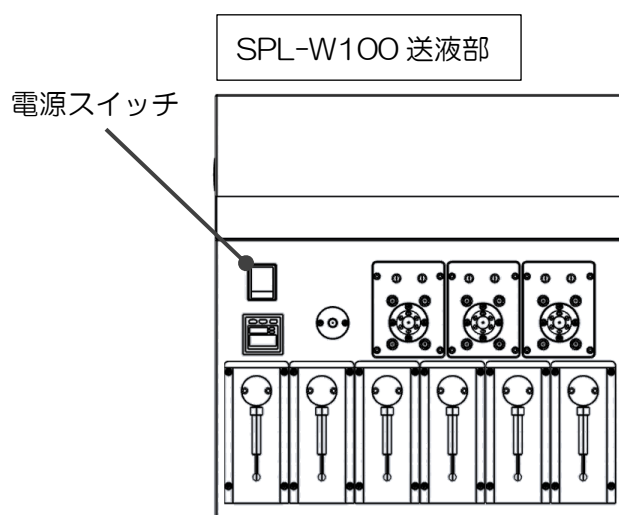


SPL-STUDIO のソフトを右上の×ボタンをクリックして終了させます。



送液部（コントローラ）にある電源スイッチを OFF（O）にします。

以上でシャットダウン操作が終了となります。



▲ 注意

バッテリーの消費について

SPL-W100 用コントローラには、ロボットの位置座標を記憶するための内蔵バッテリーが使用されています。本体の電源を切っている間はメモリーのためにバッテリーが消費されます。バッテリーの消費を抑えるには、本体の電源を切らずに常に ON にして頂くことをお勧めします。