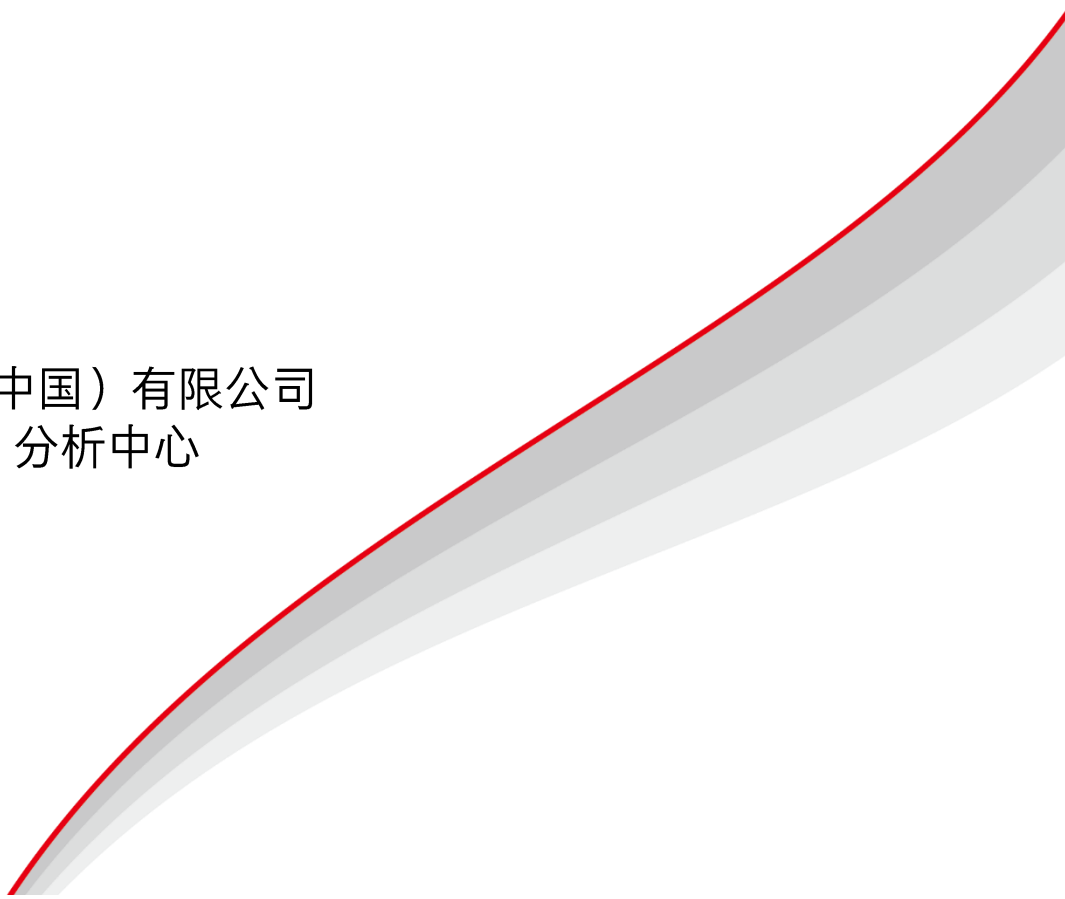


DFTPP 调谐指导说明

(适用于单四极杆 GCMS)

岛津企业管理（中国）有限公司
分析计测事业部 分析中心



一、DFTPP 调谐背景

在环境标准中测试半挥发性有机物会涉及 DFTPP（十氟三苯基磷）调谐，目前关于 DFTPP 调谐有 3 个评判标准（详见图 1、图 2、图 3）。比如 HJ 699-2014《水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》中 DFTPP 调谐按照图 1 EPA 8270C/D1 离子丰度标准进行评判，HJ 952-2018《土壤和沉积物 多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法》中 DFTPP 调谐按照图 2 EPA 8270D2 离子丰度标准进行评判。目前国内环境标准参考图 3 EPA 8270E 的还没有查到，预计下一波新修制定的环境半挥发性有机物标准会参考 EPA 8270E。

3 个评判标准中 EPA 8270C/D1 条件是最苛刻的，最难通过。EPA 8270D2 在 EPA 8270C/D1 的基础上放宽了 m/z 51、127、197 等离子的丰度，比如 m/z 51 由 198 的 30-60%变成了 198 的 10-80%，评判更容易通过。EPA 8270E 在 EPA 8270D2 基础上去掉了 m/z 51 和 127（m/z 51 和 127 在评判时不容易通过），对于 DFTPP 调谐更友好。

DFTPP KEY IONS AND ION ABUNDANCE CRITERIA ^{a,b}	
Mass	Ion Abundance Criteria
51	30-60% of mass 198
68	< 2% of mass 69
70	< 2% of mass 69
127	40-60% of mass 198
197	< 1% of mass 198
198	Base peak, 100% relative abundance
199	5-9% of mass 198
275	10-30% of mass 198
365	> 1% of mass 198
441	Present but less than mass 443
442	> 40% of mass 198
443	17-23% of mass 442

图 1 EPA 8270C/D1（12 个离子丰度要求）

DFTPP KEY IONS AND ION ABUNDANCE CRITERIA ^{a,b}	
Mass	Ion Abundance Criteria
51	10-80% of Base Peak
68	< 2% of mass 69
70	< 2% of mass 69
127	10-80% of Base Peak
197	< 2% of mass 198
198	Base peak, or > 50% of Mass 442
199	5-9% of mass 198
275	10-60% of Base Peak
365	> 1% of mass 198
441	present but < 24% of mass 442
442	Base Peak, or > 50% of mass 198
443	15-24% of mass 442

图 2 EPA 8270D2（12 个离子丰度要求）

DFTPP KEY IONS AND ION ABUNDANCE CRITERIA ^{a,b}	
Mass	Ion Abundance Criteria
68	<2% of <i>m/z</i> 69
69	Present
70	<2% of <i>m/z</i> 69
197	<2% of <i>m/z</i> 198
198	Base peak or present
199	5-9% of <i>m/z</i> 198
365	>1% of Base Peak
441	<150% of <i>m/z</i> 443
442	Base peak or present
443	15-24% of <i>m/z</i> 442

图 3 EPA 8270E (10 个离子丰度要求)

二、DFTPP 调谐过程

1、注册 EPA 调谐程序 (要求 GCMS solution 版本在 4.45SP1 以上), 在 C:\GCMSsolution\Regist 里找到 Tuning_for_DFTPP_BFB.REG (见图 4), 双击 Tuning_for_DFTPP_BFB.REG 文件, 出现的对话框选择是, 最后出现图 5 的对话框, 点击确定后关闭。



 Tuning_Default.reg	2017/10/5 13:49	注册表项	1 KB
 Tuning_for_DFTPP_BFB.REG	2017/10/5 13:49	注册表项	1 KB

图 4

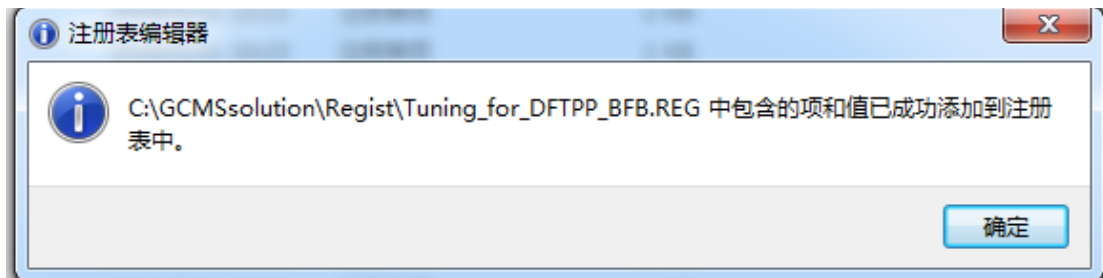


图 5

2、GCMSsolution 实时分析软件，点击调谐按钮，然后选择工具下拉菜单选项（见图 6），进入调节选项卡，勾选调节调谐设置，以用于 DFTPP 或 BFB（见图 7），最后点击确定。

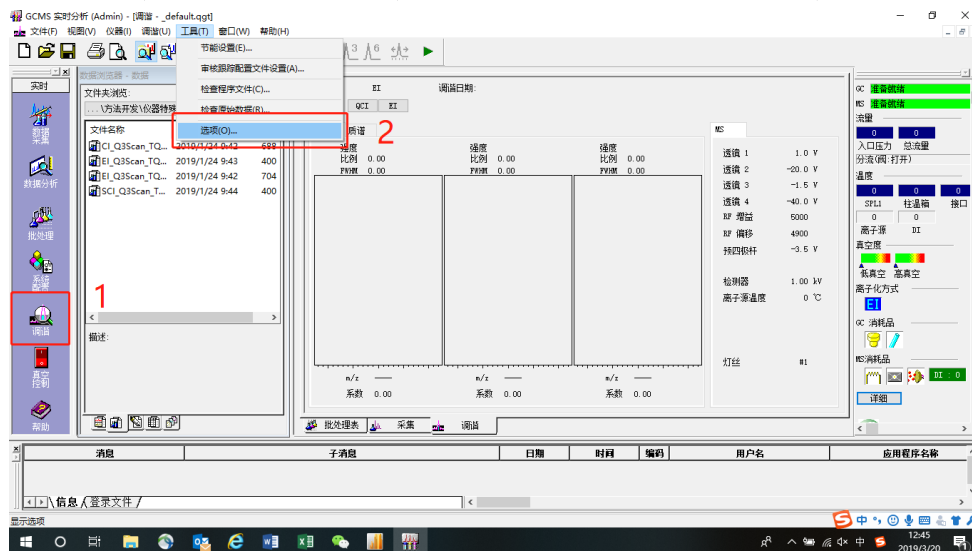


图 6

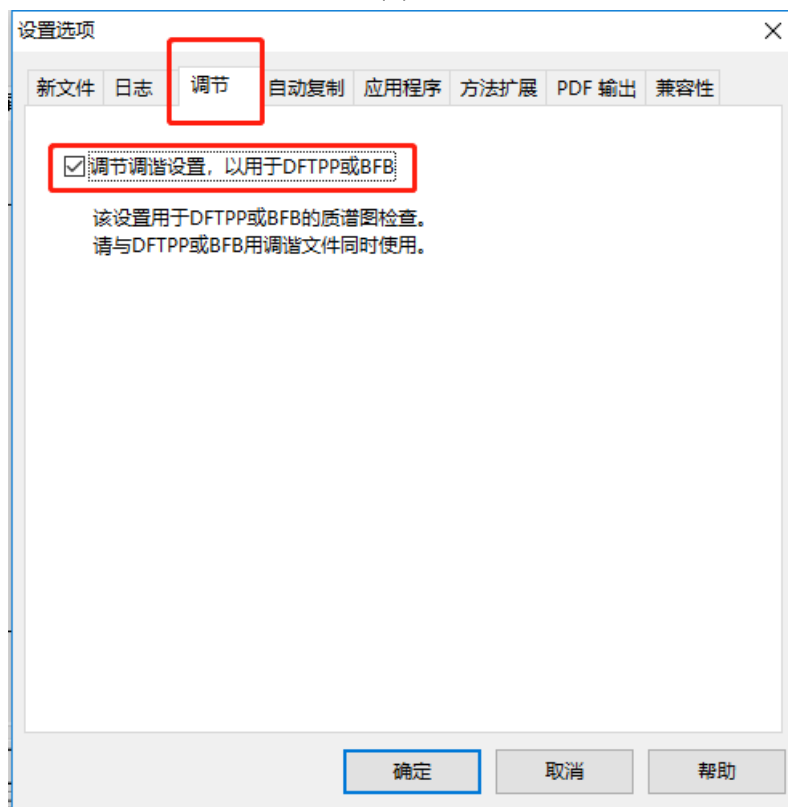


图 7

3、GCMS solution 实时分析下载 DFTPP-Scan.qgm，待仪器就绪后，调谐界面调用 DFTPP_QP2020 模板（见图 8），点击开始自动调谐，调谐完毕，另存调谐文件。

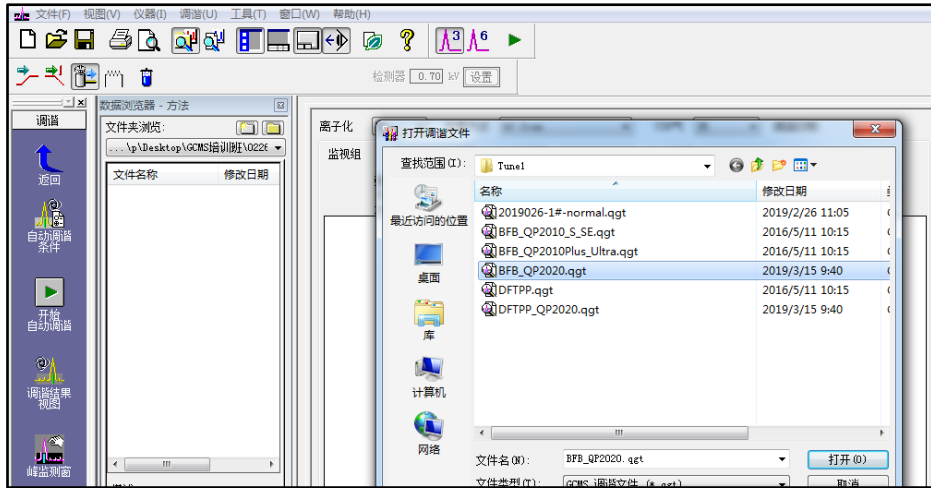


图 8

- 4、使用 DFTPP-Scan.qgm 方法文件测试一针 5 ppm 或 10 ppm DFTPP 标液（5ppm 或 10 ppm 为推荐浓度，DFTPP 标液推荐使用的溶剂为二氯甲烷）。
- 5、打开采集的 DFTPP 数据，点击定量，下拉菜单选择 QA/QC（见图 9），DFTPP-Scan.qgm 中已经设定了质谱检查的评判标准（评判标准对应的是图 1 EPA 8270C/D1），最后点击确定（见图 10），会弹出质谱检查结果（见图 11）。

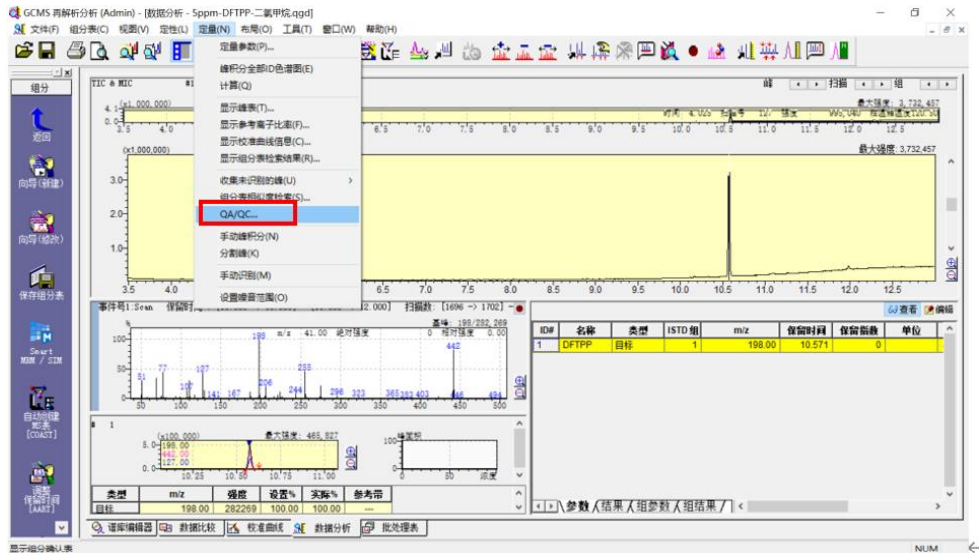


图 9

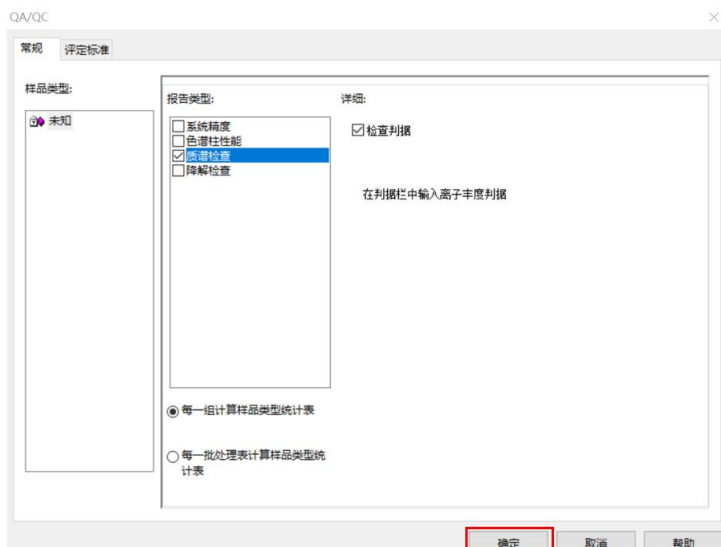


图 10

质谱检查

- 计数 1

数据	数据文件路径	样品名称	样品 ID	分析日期	数据文件状态
数据 1:	E:\HJ699\DFTPP测试\20240514\5ppm-DFTPP-二氯甲烷.qgd			2024/5/14 14:58:55	正常
- DFTPP

m/z	质谱检查评定标准	相对丰度	状态
51	30 - 60 percent of mass 198	30.865947	通过
68	Less than 2 percent of mass 69	1.285486	通过
70	Less than 2 percent of mass 69	0.305878	通过
127	40 - 60 percent of mass 198	43.994913	通过
197	Less than 1 percent of mass 198	0.429023	通过
198	Base peak, 100 percent relative abundance	100.000000	通过
199	5 - 9 percent of mass 198	6.860477	通过
275	10 - 30 percent of mass 198	21.712976	通过
365	Greater than 1 percent of mass 198	2.152911	通过
441	Present but less than mass 443	80.709515	通过
442	Greater than 40 percent of mass 198	83.017264	通过
443	17 - 23 percent of mass 442	19.294847	通过

图 11

备注：如果质谱检查 m/z 51 和 127 不通过 (m/z 51 小于 198 的 30%、127 小于 198 的 40%)，可以修改调谐参数 m/z 强度比，比如 m/z 50 强度比由 0.50 修改为 0.60-0.90，m/z 131 强度比由 50.00 修改为 60.00-80.00，这样有助于 m/z 51 和 127 比例的提升。

