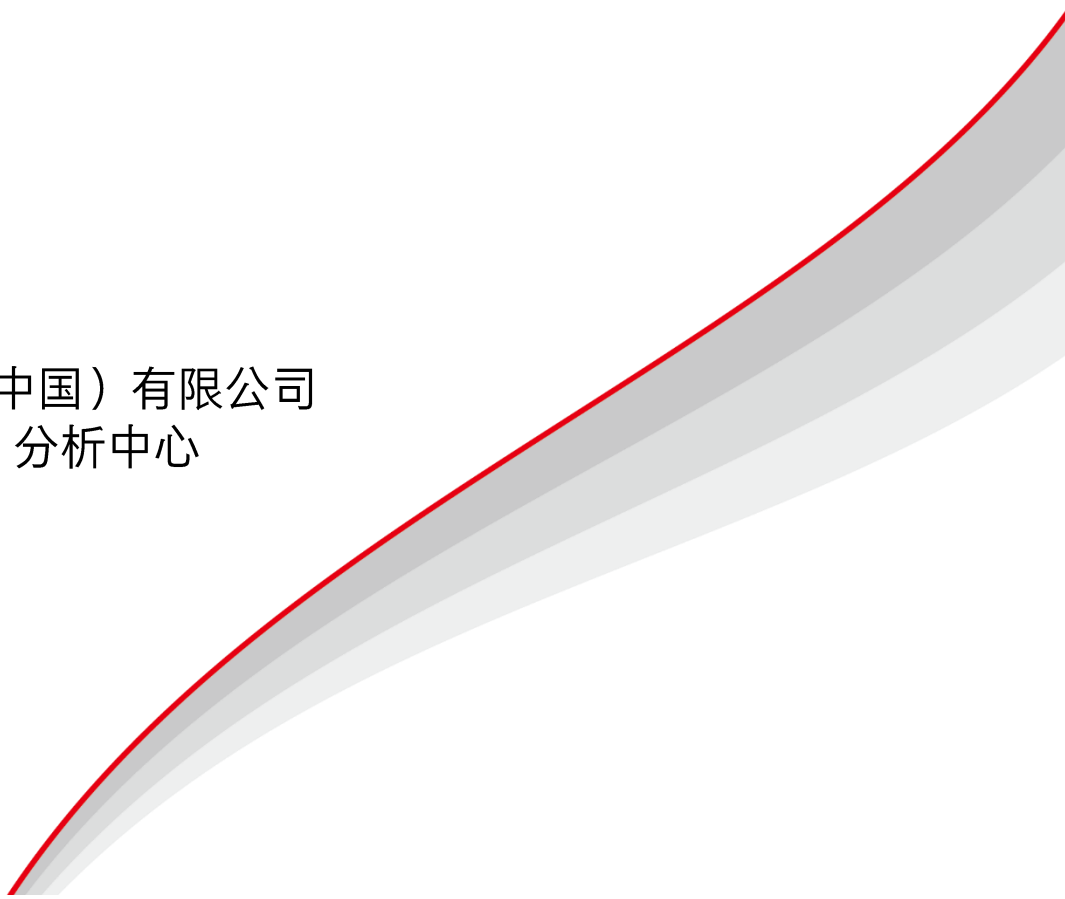


DFTPP 调谐指导说明

(适用于 GCMS-QP2050)

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、要求 Labsolutions 版本在 5.125 及以上，在系统配置窗口 MS 标签下，取消自动调谐结果评判的勾选（见图 1）。

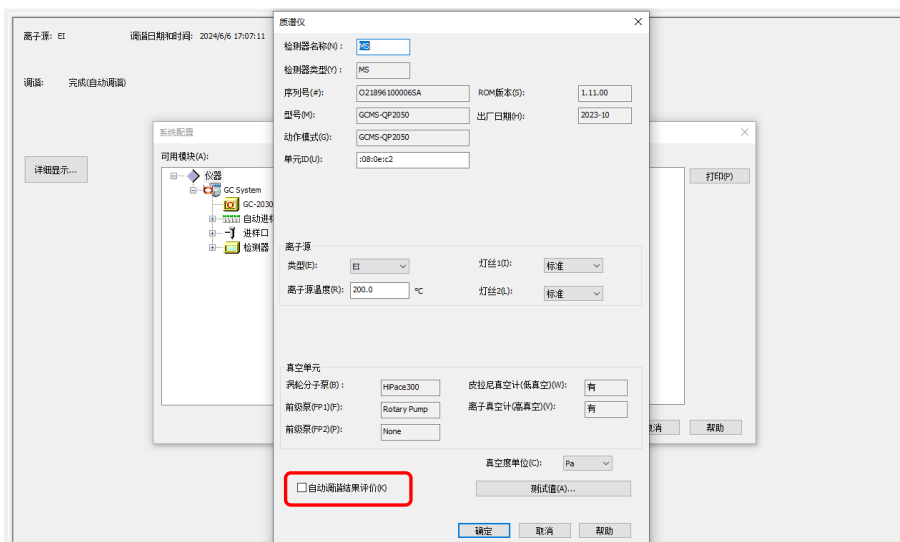


图 1

2、Labsolutions 实时分析软件，下载 DFTPP-Scan-QP2050.qgm（该方法可自行编辑或调用岛津提供的方法见附件），待仪器就绪后，点击调谐窗口，然后选择文件下拉菜单打开调谐文件，打开 DFTPP_QP2050 模板（路径：C:\Labsolutions\Tuning\GCMS\DFTPP_QP2050），弹出对话框（见图 2），点击确定。

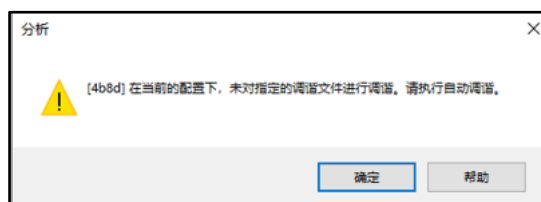


图 2

3、点击助手栏自动调谐开始（见图 3），弹出对话框，点击执行（见图 4），开始自动调谐，调谐完毕，另存调谐文件。

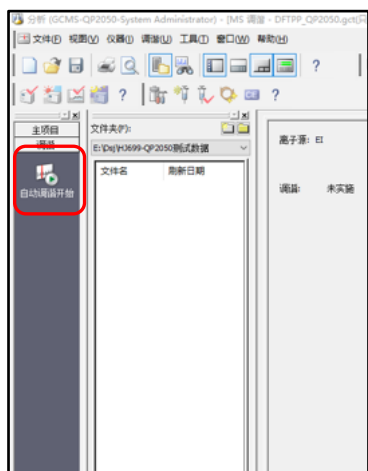


图 3

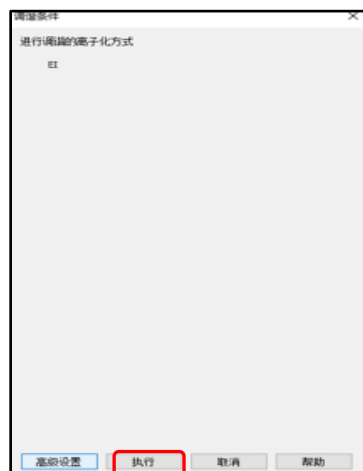


图 4

4、使用 DFTPP-Scan-QP2050.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，进行定量积分，确定结果试图-化合物结果表 DFTPP 被识别。方法下拉菜单 QA/QC 参数（见图 5），弹出的 QA/QC-MS 对话框常规选择未知-质谱检查-勾选检查（见图 6），点击标准-选择默认宏-在弹出的对话框选择对应的 DFTPP 评判标准（见图 7，默认宏里边有 4 个 DFTPP 评判标准），将方法另存为 DFTPP-Scan-QP2050-评判.qgm，在弹出的选择方法参数对话框 MS 数据处理勾选 QA/QC 参数(P)（见图 8）。

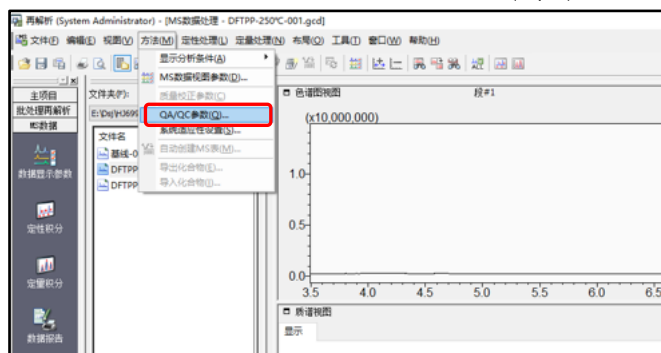


图 5

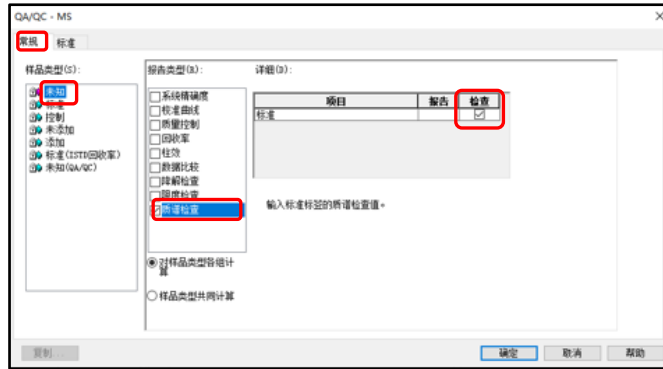


图 6

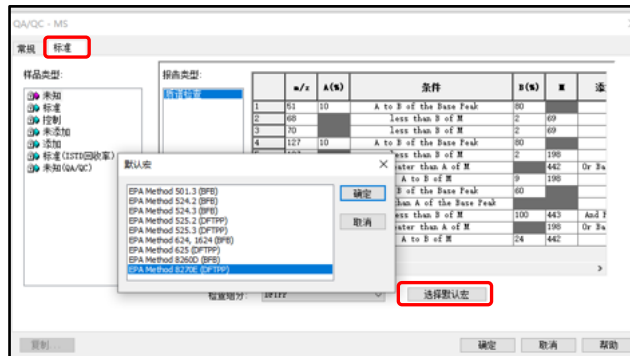


图 7

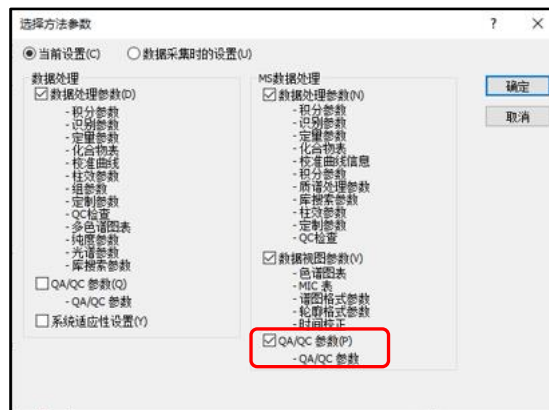


图 8

6、点击助手栏批处理再解析，点击文件-新建批处理文件，方法文件选择 DFTPP-Scan-评判.qgm，数据文件选择 DFTPP 数据，然后点击设置按钮，按照下图 8 所示，设定 QA/QC 参数。最后保存批处理文件，运行批处理文件。

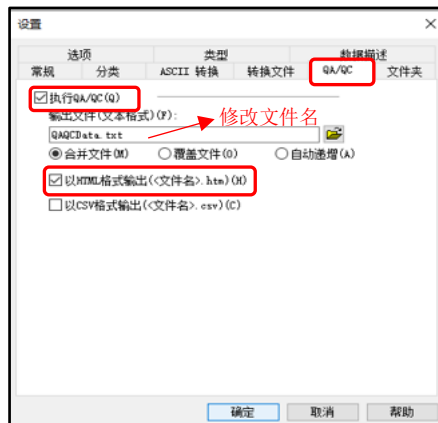


图 9

7、按照下图，先切换到所有数据窗口，鼠标右键点击刷新，看到新生成 2 个数据文件（见图 10）。双击打开其中 htm 文件，可以查看调谐是否通过以及哪项指标未通过的信息（见图 11）。

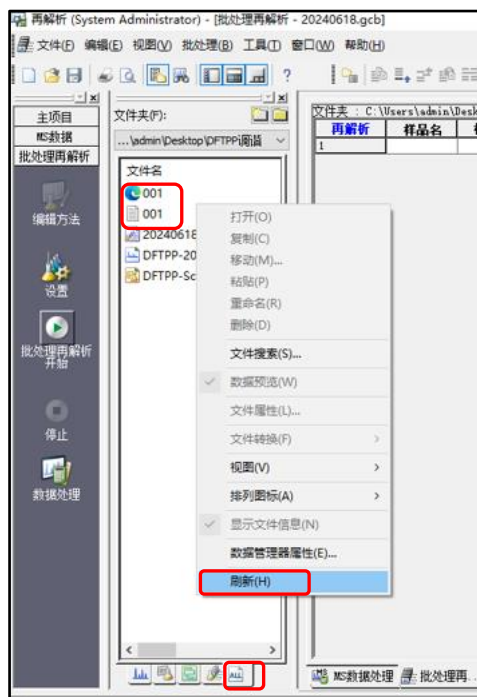


图 10

质谱检查

- 数据值 1

数据	数据文件路径	样品名	样品ID	分析日期/时间	数据文件的状态
数据1:	C:\Users\admin\Desktop\DFTPP调谐\DFTPP-200°C-20240618-008.gcd			2024/6/18 12:19:42	Normal

- [结果] 化合物名: DFTPP

质量数	质谱检查评定标准	相对强度	状态
51	30 - 60% of mass 198	32.309990	通过
68	Less than 2% of mass 69	1.232880	通过
70	Less than 2% of mass 69	0.970965	通过
127	40 - 60% of mass 198	41.405118	通过
197	Less than 1% of mass 198	0.260119	通过
198	Base peak, 100% relative abundance	100.000000	通过
199	5 - 9% of mass 198	6.482789	通过
275	10 - 30% of mass198	14.984052	通过
365	Greater than 1% of mass 198	1.001976	通过
441	Present but less than mass 443	73.256282	通过
442	Greater than 40% of mass 198	65.595343	通过
443	17 - 23% of mass 442	18.941595	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。

调谐条件

灯丝 1 2

目

调谐项目

分辨率调整
质谱峰半峰宽[FWHM] 0.60

灵敏度调整
目标 m/z 264

质量校正

质量类型校正

<input checked="" type="checkbox"/>	m/z	强度比(%)	<input checked="" type="checkbox"/>	m/z	强度比(%)
<input checked="" type="checkbox"/>	50	0.50	<input checked="" type="checkbox"/>	69	100.00
<input checked="" type="checkbox"/>	119	10.00	<input checked="" type="checkbox"/>	131	50.00
<input checked="" type="checkbox"/>	219	60.00	<input checked="" type="checkbox"/>	264	15.00
<input checked="" type="checkbox"/>	414	3.00	<input checked="" type="checkbox"/>	502	2.50

针对FT/MS、BFB的优化
需要设置用于FT/MS或BFB的质量类型。
详细信息请参考帮助。

离子化电压 70 V
发射电流 60 uA
转换打拿极 10 kV

返回 执行 取消 帮助