**液质联用分析原始记录（磺胺类12项）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **任务号** | |  | | **检测日期** |  |
| **样品类别** | | **水产品** | | **检测地点** | **301室** |
| **检测方法** | | **农业部1077号公告-1-2008** | | **温/湿度** |  |
| **检出限** | | **各单体均为1.0 μg/kg** | | **定量限** | **各单体均为2.0 μg/kg** |
| **仪器名称及编号** | | **液质联用仪**  **AS347** | | **仪器型号** | **AB Sciex Triple**  **Quad 5500** |
| **天平编号** | |  | | **定容体积*V1*** | **1.00 mL** |
| **色谱条件** | **色谱柱** | **BEH C18**  **2.1 mm×50 mm**  **粒径1.7 μm** | | **柱温** | **30.0 ℃** |
| **流动相** | **A:0.1%HCOOH（含5.0 mmol/L醋酸铵） B:CH3CN** | | **洗脱程序** | **0~10min，B相由5%增加至25%；**  **10~12min，B相为90%；**  **12~14min，B相为5%。** |
| **流速** | **0.300 mL/min** | | **进样体积** | **1.00 μL** |
| **质谱条件** | **离子化模式** | **电喷雾离子源**  **正离子模式** | | **扫描模式** | **MRM** |
| **定性定量**  **离子对** | **磺胺嘧啶:251→156\*, 251→108； 磺胺噻唑:256→156\*, 251→108；**  **磺胺甲基嘧啶:265→156\*, 265→172； 磺胺二甲基嘧啶:279→186\*, 279→156；**  **磺胺甲噻二唑:271→156\*, 271→108； 磺胺氯哒嗪:285→156\*, 285→108；**  **磺胺间甲氧嘧啶:281→156\*, 281→215； 磺胺多辛:311→156\*, 311→108；**  **磺胺甲基异恶唑:254→156\*, 254→108； 磺胺异恶唑:268→156\*, 268→108；**  **磺胺间二甲氧嘧啶:311→156\*, 311→108； 磺胺喹噁啉: 301→108\*, 301→156。** | | | |
| **标准溶液** | **标准工作液浓度(ng/mL)** |  | | **标准工作液**  **编号** |  |
| **内标及**  **加入量** | **磺胺多辛-D3** |  | **标准工作液**  **有效期** |  |
| **磺胺间二甲氧嘧啶-D6** |  |
| **试剂空白C0** | |  | | **计算公式** |  |

**注：ND表示未检出；\*表示定量离子对。**

**检测人： 　 校核人： 　 审核人：**

**液质联用分析原始记录附表Ⅰ（磺胺类12项）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **任务号** | |  | | **检测日期** | |  | |
| **序号** | **样品编号** | **取样量**  **m ( g )** | **样液测定结果*Cs*** | | **样品残留量*X*** | | **备注** |
| **磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺多辛、磺胺甲基异恶唑、磺胺异恶唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉** | | **磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺氯哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺多辛、磺胺甲基异恶唑、磺胺异恶唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉** | |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |
|  |  |  | 未检出□ 检出□ | | 未检出□ 检出□ | |  |

**注：在对应结果□内打√选择；若结果为“检出”需填写附表Ⅱ。**

**检测人： 　 校核人： 　 审核人：**

**液质联用分析原始记录附表Ⅱ（磺胺类12项）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **任务号** |  | | | | **检测日期** |  | | |
| **样品编号** | **检测项目** | **定性判定** | | | | **定量结果** | | **备注** |
| **相对离子丰度（%）** | | | **是否阳性** | **样液测定结果**  ***Cs*（ ）** | **样品残留量*X*（ ）** |
| **样品** | **标液** | **偏差** |
|  | 磺胺嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |  |
| 磺胺噻唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺甲基嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺二甲基嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺甲噻二唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺氯哒嗪 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺间甲氧嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺多辛 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺甲基异恶唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺异恶唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺间二甲氧嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺喹噁啉 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 总量 | | | | | |  |
|  | 磺胺嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |  |
| 磺胺噻唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺甲基嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺二甲基嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺甲噻二唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺氯哒嗪 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺间甲氧嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺多辛 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺甲基异恶唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺异恶唑 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺间二甲氧嘧啶 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 磺胺喹噁啉 |  |  |  | 是□ 否□ |  |  |
| 总量 | | | | | |  |
| **定性要求** | 在同样测试条件下，样品中各组分主要定性离子的相对丰度与浓度接近的标准工作溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过以下规定的范围，则可判定为样品中存在对应的待测物：⑴相对离子丰度＞50%，允许相对偏差±20 %；⑵相对离子丰度20～50（含）%，允许相对偏差±25%；⑶相对离子丰度10～20（含）%，允许相对偏差±30%；⑷相对离子丰度≤10%,允许相对偏差±50%。 | | | | | | | |

**注：ND表示未检出;在对应结果□内打√。**

**检测人： 　 校核人： 　 审核人：**