



# 中华人民共和国国家标准

GB 31659.6—2022

## 食品安全国家标准 牛奶中氯前列醇残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

National food safety standard—  
Determination of cloprostenol residues in milk—Liquid chromatography—  
tandem mass spectrometric method

2022-09-20 发布

2023-02-01 实施



中华人民共和国农业农村部  
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布  
国家市场监督管理总局

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。

# 食品安全国家标准

## 牛奶中氯前列醇残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本文件规定了牛奶中氯前列醇残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。  
本文件适用于牛奶中氯前列醇残留量的检测。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试样中残留的氯前列醇,用乙腈提取,混合阴离子交换固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱负离子模式测定,外标法定量。

### 5 试剂和材料

以下所用的试剂,除特别注明外均为分析纯试剂;水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 5.1 试剂

- 5.1.1 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ):色谱纯。
- 5.1.2 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 5.1.3 甲酸( $\text{CH}_2\text{O}_2$ )。
- 5.1.4 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。
- 5.1.5 乙酸铵( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ):色谱纯。

#### 5.2 标准品

- 5.2.1 氯前列醇(Cloprostenol,  $\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{ClO}_6$ , CAS号:40665-92-7),含量 $\geq 98\%$ 。

#### 5.3 溶液配制

- 5.3.1 0.1%甲酸溶液:取甲酸 1 mL,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.3.2 5%氨水溶液:取氨水 50 mL,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.3.3 2%甲酸乙腈溶液:取甲酸 20 mL,用乙腈稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.3.4 0.1 mol/L 乙酸铵溶液:称取乙酸铵 7.70 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.3.5 5 mmol/L 乙酸铵溶液:取 0.1 mol/L 乙酸铵溶液 50 mL,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 5.3.6 乙腈乙酸铵溶液:取乙腈 30 mL,加 5 mmol/L 乙酸铵溶液至 100 mL,混匀。

#### 5.4 标准溶液制备

- 5.4.1 标准储备液:取氯前列醇钠对照品约 10 mg,精密称定,加乙腈适量使溶解并稀释定容至 10 mL 容量瓶,配制成浓度为 1 mg/mL 的氯前列醇标准储备液。-18℃以下保存,有效期 3 个月。