



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.192—2003

---

## 动物性食品中克伦特罗残留量的测定

Determination of 4-amino-3,5-dichloro- $\alpha$   
[(*tert*-butylamino) methyl]-benzyl alcohol  
(clenbuterol) residues in animal foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准修改采用了 EUR 15127-EN《兽药残留,动物性食品及制品——参考物质和分析方法,2nd Ed,Sg2.1、Cg2.3、Sg 2.4 和 Cy2.3 欧盟兽药残留方法:动物性食品中兽药残留的测定方法》(1994年英文第二版)。

本标准与欧盟《动物性食品中兽药残留的测定方法》Sg2.1、Sg2.3、Sg 2.4 和 Cy2.3 不同之处为:

——Sg2.1、Sg2.3、Sg 2.4 和 Cy2.3 为动物性食品中 $\beta$ -兴奋剂的多组分残留检测方法。

本标准仅提出动物性食品中克伦特罗单一组分残留的检测方法。

——Sg2.1 为牛尿液中 $\beta$ -兴奋剂的 GC-MS 筛选方法,Sg2.3 为牛尿液中 $\beta$ -兴奋剂的 ELISA 筛选方法,Sg 2.4 为牛肝、肾和肉中 $\beta$ -兴奋剂的 GC-MS 筛选方法,Cy2.3 为牛尿液中 $\beta$ -兴奋剂的 GC-MS 确证方法。本标准则提出从酶联免疫法(ELISA)筛选、高效液相色谱法(HPLC)定量到气质联机法(GC-MS)确证和定量的一套方法,以满足我国动物性食品中克伦特罗残留监控的需要。

——本标准中酶联免疫法(ELISA)筛选和气质联机法(GC-MS)的测定原理、操作过程和要求、主要技术参数及检测灵敏度与欧盟方法一致。本标准中的高效液相色谱法(HPLC)是根据实验资料及验证结果提出的。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位:中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、中国肉类食品综合研究中心、北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:吴永宁、苗虹、赵云峰、赵京玲、赵榕、吴国华、王凌琰。

## 引 言

克伦特罗,为强效选择性  $\beta_2$ -受体激动剂,有强而持久的松弛支气管平滑肌的作用,用于治疗哮喘。克伦特罗可促进动物生长,改善动物体内脂肪分配,并增加瘦肉率。20世纪90年代,我国错误地将其作为科研成果开始以饲料添加剂引入并推广,被俗称为“瘦肉精”。一连串因食用含克伦特罗的食物而引起的中毒事件发生后,使克伦特罗成了世界上普遍禁用的饲料添加剂。1997年以来,我国有关部门多次明令禁止畜牧行业生产、销售和使用盐酸克伦特罗。但我国各地克伦特罗中毒事件仍然频繁发生,说明非法使用克伦特罗现象依然存在。为了对畜禽产品中的克伦特罗开展监测,加强市场监督检查力度,预防中毒事件的发生,必须建立有效的检测方法。

我国在这方面的检测工作起步较晚,伴随着国际和国内对克伦特罗的禁用和监控要求,迫切需要发展适合我国国情的从筛选到确证的一套检测方法。为此,本标准提出了从酶联免疫法(ELISA)筛选、高效液相色谱法(HPLC)定量到气质联机法(GC-MS)确证和定量这一套方法来满足我国动物性食品中克伦特罗残留监控的需要。

## 动物性食品中克伦特罗残留量的测定

### 1 范围

本标准规定了动物性食品中克伦特罗的测定方法。

本标准适用于新鲜或冷冻的畜、禽肉与内脏及其制品中克伦特罗残留的测定。

本标准也适用于生物材料(人或动物血液、尿液)中克伦特罗的测定。

本方法检出限:第一法气相色谱-质谱法为  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ;第二法高效液相色谱法为  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ;第三法酶联免疫法为  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。线性范围:第一法气相色谱-质谱法为  $0.025 \text{ ng} \sim 2.5 \text{ ng}$ ;第二法高效液相色谱法为  $0.5 \text{ ng} \sim 4 \text{ ng}$ ;第三法酶联免疫法为  $0.004 \text{ ng} \sim 0.054 \text{ ng}$ 。

### 第一法 气相色谱-质谱法(GC-MS)

### 2 原理

固体试样剪碎,用高氯酸溶液匀浆。液体试样加入高氯酸溶液,进行超声加热提取,用异丙醇+乙酸乙酯(40+60)萃取,有机相浓缩,经弱阳离子交换柱进行分离,用乙醇+浓氨水(98+2)溶液洗脱,洗脱液浓缩,经N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺(BSTFA)衍生后于气质联用仪上进行测定。以美托洛尔为内标,定量。

### 3 试剂

- 3.1 克伦特罗(clenbuterol hydrochloride),纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 3.2 美托洛尔(metoprolol),纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.3 磷酸二氢钠。
- 3.4 氢氧化钠。
- 3.5 氯化钠。
- 3.6 高氯酸。
- 3.7 浓氨水。
- 3.8 异丙醇。
- 3.9 乙酸乙酯。
- 3.10 甲醇:HPLC级。
- 3.11 甲苯:色谱纯。
- 3.12 乙醇。
- 3.13 衍生剂:N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺(BSTFA)。
- 3.14 高氯酸溶液( $0.1 \text{ mol/L}$ )。
- 3.15 氢氧化钠溶液( $1 \text{ mol/L}$ )。
- 3.16 磷酸二氢钠缓冲液( $0.1 \text{ mol/L}$ ,  $\text{pH}=6.0$ )。
- 3.17 异丙醇+乙酸乙酯(40+60)。
- 3.18 乙醇+浓氨水(98+2)。
- 3.19 美托洛尔内标标准溶液:准确称取美托洛尔标准品,用甲醇溶解配成浓度为  $240 \text{ mg/L}$  的内标储备液,贮于冰箱中,使用时用甲醇稀释成  $2.4 \text{ mg/L}$  的内标使用液。
- 3.20 克伦特罗标准溶液:准确称取克伦特罗标准品,用甲醇溶解配成浓度为  $250 \text{ mg/L}$  的标准储备液,贮于冰箱中,使用时用甲醇稀释成  $0.5 \text{ mg/L}$  的克伦特罗标准使用液。