

## 饲料中盐酸克伦特罗的检测

盐酸克伦特罗，俗称“瘦肉精”，是一种选择性  $\beta_2$ -肾上腺素受体激动剂，对心脏以及神经有刺激作用，临床上用于防治哮喘和支气管痉挛。将其添加到饲料中，猪食用后在代谢过程中促进蛋白质合成，加速脂肪的转化和分解，提高了猪肉的瘦肉率，因此称为“瘦肉精”。但其在肌肉特别是在内脏中会有高浓度的残留，对人与动物的肝、肾及神经系统有一定的毒副作用，欧美各国已禁止将盐酸克伦特罗作为饲料添加剂使用，我国农业部已发文作出同样规定。

盐酸克伦特罗做 HPLC 分析时不需要衍生，利用  $\beta$ -肾上腺素能激动剂分子可与 C18 或 C8 固定相分子相互作用，应用反相柱检测  $\beta$ -激动剂类物质，具有检测精密度高，专属性强，假阳性低的优点。

目前，我国已将 HPLC 法作为检测饲料中盐酸克伦特罗残留的半确证法。本文根据 NY438-2001《饲料中盐酸克伦特罗的测定》，采用日立 Primaide 高效液相色谱仪和紫外检测器，检测猪饲料中的盐酸克伦特罗，重现性好，检测灵敏度高。

- 仪器

- 1) 四元梯度泵 PM1110
- 2) 自动进样器 PM1210
- 3) 柱温箱 PM1310
- 4) 紫外检测器 PM1410
- 5) PM 色谱工作站。

- 色谱条件

色谱柱：Hitachi LaChrom C18(5 $\mu$ m) 4.6mmI.D.x150mmL

柱温：30°C

流速：1.0 mL/min

检测波长：243nm

进样量：15 $\mu$ L

流动相：0.05%磷酸水溶液：乙腈=89：11

- 标准溶液制备

准确称取一定量盐酸克伦特罗标样于 10ml 容量瓶，用甲醇超声溶解并定容，作为贮备液；稀释成浓度为 2 $\mu$ g/ml 的标准品溶液，用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，进样测定。

### ● 样品溶液制备

- 1、称取约 5g 饲料样品于 100mL 三角瓶中，准确加入 100ml 提取液（0.5% 偏磷酸溶液：甲醇=80:20），超声提取 15min 后振摇 15s，静置，取上清液于离心管中，4000 转/分钟离心 10min；用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，进样测定。
- 2、净化：移取离心过上清液 10ml，置 150ml 分液漏斗中滴加 2M 氢氧化钠溶液，充分振摇，调 pH=11~12，分别加 30、25ml 乙醚萃取两次，醚层通过无水硫酸钠干燥，并用乙醚定容至 50ml。准确移取 25ml 于 50ml 烧杯中，置通风橱内，50 $^{\circ}$ C 水浴蒸干，残渣用 2ml 0.02M 盐酸溶解后，置 SPE 小柱上，分别用 1ml 含 2% 氨水的 5% 甲醇水溶液和含 2% 氨水的 30% 甲醇水溶液淋洗，最后用甲醇洗脱，洗脱液 45 $^{\circ}$ C 氮气吹干，残渣中再加入 2ml 0.02M 盐酸超声溶解，用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，进样测定。

### ● 实验结果

#### 1、标样测定

根据 NY438-2001 的色谱条件进行测定，得到的盐酸克伦特罗的峰形很好，因此选择该比例进行实验，出峰时间为 12.62min，图 1 为盐酸克伦特罗标样的色谱图。

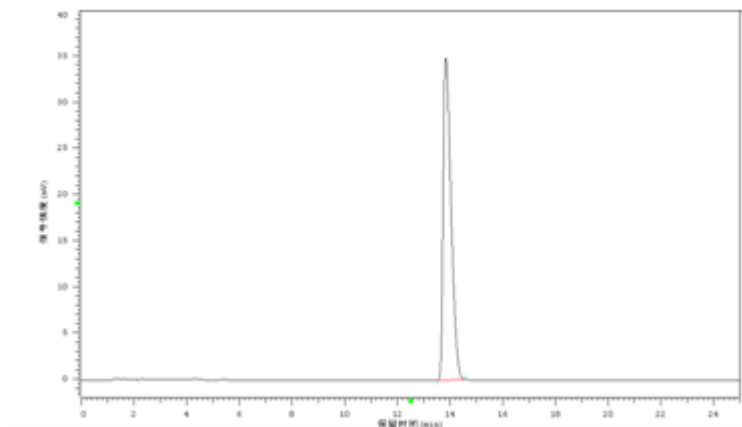


图 1 盐酸克伦特罗标样色谱图

天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.  
  
中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202  
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

2、重复性实验

对盐酸克伦特罗标准溶液重复进样 6 次，6 针峰面积的相对标准偏差为 0.07%，重现性很好，结果见下表

表 1 盐酸克伦特罗标样 6 针峰面积的重现性

	Rep-1	Rep-2	Rep-3	Rep-4	Rep-5	Rep-6	Average	SD	RSD(%)
Area	686754	686780	686077	686050	686678	687273	686602	467	0.07

3、饲料样品检测

某猪饲料样品经前处理后测定，在 12.62min 未检测到盐酸克伦特罗残留，实验结果见图 2。

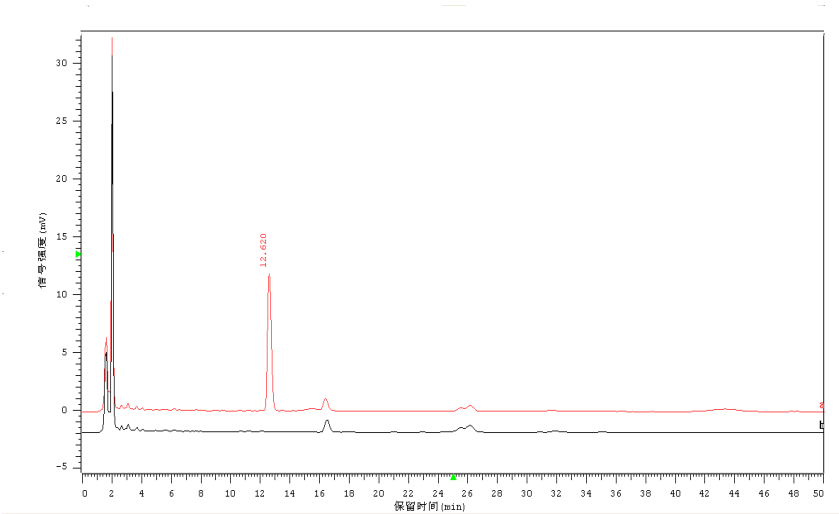


图 2 饲料样品与加标样品重叠色谱图

● 结论

采用日立 Primaide 高效液相色谱仪四元梯度配紫外检测器，准确测定了违禁药物盐酸克伦特罗的含量。在上述色谱条件下，可以使被测样品中各峰很好的分离，重现性良好。对饲料样品中该项目进行了检测，未检测到盐酸克伦特罗残留，方法简便实用，专属性好，适用于常规限量检测。