

## 一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法

### 技术领域

本发明涉及提取分析技术领域，具体涉及一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法。

### 背景技术

猪牛羊鸡等畜禽肉以及猪肝、鸡肝等畜禽副产品是人类摄取高质量蛋白、脂肪以及必须氨基酸等营养素的主要来源，是人们一日三餐中的主要食品原料之一，随着我国居民生活水平的不断提高，人们对动物源食品消费需求量也日益增长。兽药的特别功效包括疾病防治与生长改良促进等，兽药在保护食品动物生长、提高产业收益、保障动物源食品储存质量等方面起到了至关重要的作用。然而，兽药是一柄“双刃剑”，合理使用可大大缓解人口增长与食物供给之间矛盾，而超量使用则不仅直接影响食品安全，还间接影响生态环境和动物源食品贸易。兽药残留安全问题是动物源食品安全中的主要问题，食品中兽药安全问题已经受到政府部门的高度重视和人民群众的广泛关注。

但是，畜禽肉及副产品基质复杂，而各类残留兽药含量甚微且极性差别大，因而如何从畜禽产品中提取得到多种兽药残留并进行检测是很困难的。传统的兽药残留检测方法包括酶联免疫法、液相色谱法、液质联用法等，但多数仅能针对具有同类基本结构的少量兽药进行检测，难以实现对不同化学结构的大批量兽药同时检测。

中国发明专利申请 CN111060638A 公开了一种动物性食品中 207 种兽药及添加物的筛查与确证方法，提出了一种利用 UHPLC-Q/ Orbitrap 同时检测 207 种兽药化合物的方法，然而，其检测的兽药化合物种类仍然不能覆盖部分激素、大环内酯类抗生素以及玉米赤霉醇类化合物等主流的兽药种类，无法满足实际应用的需求。因而，仍然有必要提出其他对兽药化合物的种类覆盖更加全面的检测方法。

### 发明内容

本发明的目的在于提出一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法，采用简单、低成本的方法，对畜禽产品中兽药残留的进行快速提取，提取所采用的的吸附剂和溶剂可以重复使用，降低成本，便于实现工业化应用，提取效率高，速度快，具有广阔的应用前景。

本发明的技术方案是这样实现的：

本发明提供一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法，包括以下步骤：

S1.将待测样品冷冻干燥，粉碎，获得样品粉末；

S2.将低共熔溶剂与吸附剂 1、吸附剂 2、吸附剂 3 混合均匀，获得提取混悬液；

S3.将步骤 S1 制得的样品粉末加入步骤 S2 制得的提取混悬液中，加热搅拌提取，磁铁分离，获得混合吸附剂，剩余混合液过滤，固体洗涤，干燥，获得提取后的样品；

S4.将步骤 S3 中的滤液加入乙醇水混合液稀释，然后加入萃取液萃取，分离萃取液，剩余液体减压除去乙醇和水，获得再生的低共熔溶剂，重复使用；

S5.将步骤 S3 中的混合吸附剂分别用乙醇、二氯甲烷和石油醚洗脱，将洗脱液与步骤 S4 中的萃取液混合，减压除去溶剂，获得提取得到的兽药，洗脱后的固体洗涤干燥，重复使用。

作为本发明的进一步改进，步骤 S2 中所述低共熔溶剂包括氢键受体和氢键供体，所述氢键受体选自氯化胆碱和甜菜碱中的至少一种，所述氢键供体选自尿素、硫脲、苯乙酸、苹果酸、柠檬酸、丁二酸、乙二醇、甘油、丁二醇、木糖醇、氨基酸、葡萄糖、果糖、三氟乙酰胺中的至少一种；所述吸附剂 1 为长链烷基改性磁性二氧化硅，吸附剂 2 为氨基和巯基复合改性磁性二氧化硅；吸附剂 3 为氧化石墨烯包覆改性磁性二氧化硅。

作为本发明的进一步改进，所述低共熔溶剂与吸附剂 1、吸附剂 2、吸附剂 3 的质量比为 100-120:3-5:2-4:5-7。

作为本发明的进一步改进，所述低共熔溶剂为氯化胆碱和柠檬酸，摩尔比为 1:1。

作为本发明的进一步改进，所述吸附剂 1 为将磁性二氧化硅与长链硅烷改性制得；所述吸附剂 2 为将磁性二氧化硅与复合硅烷偶联剂改性制得，所述复合硅烷偶联剂包括带有氨基的硅烷偶联剂和带有巯基的硅烷偶联剂；所述吸附剂 3 为将磁性二氧化硅与氧化石墨烯改性制得。

作为本发明的进一步改进，所述磁性二氧化硅的制备方法如下：

T1.将乙醇、氨水、水混合均匀，加入正硅酸乙酯，加热搅拌反应，制得纳米二氧化硅球；

T2.将步骤 T1 制得的纳米二氧化硅球加入水中，惰性气体保护下，加入氯化铁和氯化亚铁，加入氨水，加热搅拌反应，离心，洗涤，干燥，惰性气体保护下煅烧，制得磁性二氧化硅。

作为本发明的进一步改进，步骤 T1 中所述乙醇、氨水、水、正硅酸乙酯的质量比为 150-170:3-5:10-12:15-20，所述加热搅拌反应的温度为 35-45℃，时间为 10-12h；步骤 T2 中所述纳米二氧化硅球、氯化铁、氯化亚铁、氨水的质量比为 100: 6.4-6.6:2.4-2.6:2-4，所述加热搅拌反应的温度为 60-70℃，时间为 3-5h，所述煅烧的温度为 400-500℃，时间为 1-3h。

作为本发明的进一步改进，所述长链硅烷选自十二烷基三甲氧基硅烷、十二烷基三乙氧基硅烷、正癸基三甲氧基硅烷、十八烷基三甲氧基硅烷、十六烷基三甲氧基硅烷中的至少一种；所述带有氨基的硅烷偶联剂选自 A-1100、KH550、KBM-403、KH602、KH792 中的至少一种，所述带有巯基的硅烷偶联剂选自巯丙基三甲氧基硅烷、3-巯基丙基甲基二甲氧基硅烷、KH580、KH590 中的至少一种，所述复合硅烷偶联剂为 KH792 和 KH580 的混合物，质量比为 5-7:2-4。

作为本发明的进一步改进，步骤 S3 中所述样品粉末、提取混悬液的质量比为 2:3-7，所述加热搅拌提取的温度为 50-70℃，时间为 20-30min。

作为本发明的进一步改进，步骤 S4 中所述滤液、乙醇水混合液、萃取液的体积比为 50-70:30-50:80-120，所述萃取液为二氯甲烷和环己烷的混合液，体积比为 7-10:3-5。

本发明具有如下有益效果：

本发明制备了三种吸附剂，包括吸附剂 1 为长链烷基改性磁性二氧化硅，吸

附剂 2 为氨基和巯基复合改性磁性二氧化硅；吸附剂 3 为氧化石墨烯包覆改性磁性二氧化硅。其中，吸附剂 1 由于有长链烷基链改性，可以分离提取兽药中带有烷基链类、脂类或蛋白质等类物质，吸附剂 2 由于带有氨基和巯基，可以通过协同氢键等范德华作用力提取分离兽药中的有机酸、糖类及脂肪酸等杂质，同时，巯基对于含硫兽药有更好的吸附性能，两种基团具有协同增效的作用，吸附剂 3 由于有氧化石墨烯改性，石墨烯六元环的结构可以通过形成大  $\pi$  键，可以分离提取兽药中的带有苯环、双键等结构的物质。通过吸附剂 1、吸附剂 2、吸附剂 3 三者的组合吸附，通过协同作用，能够将禽畜产品中极大部分的兽药残留分离提取得到，同时，这三种吸附剂由于进行了磁性改性，便于分离，分别采用乙醇、二氯甲烷和石油醚进行极性、非极性的萃取，将吸附剂上提取得到的兽药分离出来，一方面可以使得吸附剂再生重复使用，降低成本，另一方面将兽药残留萃取下来，便于后续检测分析。

另外，本发明还采用了低共熔溶剂进行分离纯化，低共熔溶剂具有制备简单、溶解性好、热稳定性高、提取效率高、价格低廉且无毒的优点，同时，对许多黄酮类、多酚类、甾醇类等兽药化合物的提取效果很好，便于实现畜禽产品中兽药残留的快速提取。

本发明采用简单、低成本的方法，对畜禽产品中兽药残留的进行快速提取，提取所采用的的吸附剂和溶剂可以重复使用，降低成本，便于实现工业化应用，提取效率高，速度快，具有广阔的应用前景。

### 具体实施方式

下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

### 制备例 1 磁性二氧化硅的制备

方法如下：

T1.将 150 重量份乙醇、3 重量份氨水、10 重量份水混合均匀，加入 15 重量份正硅酸乙酯，加热至 35℃，搅拌反应 10h，制得纳米二氧化硅球；

T2.将 100 重量份步骤 T1 制得的纳米二氧化硅球加入 500 重量份水中，氮气保护下，加入 6.4 重量份氯化铁和 2.4 重量份氯化亚铁，加入 2 重量份氨水，加热至 60℃，搅拌反应 3h，离心，洗涤，干燥，氮气保护下，400℃煅烧 1h，制得磁性二氧化硅。

### 制备例 2 磁性二氧化硅的制备

方法如下：

T1.将 170 重量份乙醇、5 重量份氨水、12 重量份水混合均匀，加入 20 重量份正硅酸乙酯，加热至 45℃，搅拌反应 12h，制得纳米二氧化硅球；

T2.将 100 重量份步骤 T1 制得的纳米二氧化硅球加入 500 重量份水中，氮气保护下，加入 6.6 重量份氯化铁和 2.6 重量份氯化亚铁，加入 4 重量份氨水，加热至 70℃，搅拌反应 5h，离心，洗涤，干燥，氮气保护下，500℃煅烧 3h，制得磁性二氧化硅。

### 制备例 3 磁性二氧化硅的制备

方法如下：

T1.将 160 重量份乙醇、4 重量份氨水、11 重量份水混合均匀，加入 17 重量份正硅酸乙酯，加热至 40℃，搅拌反应 11h，制得纳米二氧化硅球；

T2.将 100 重量份步骤 T1 制得的纳米二氧化硅球加入 500 重量份水中，氮气保护下，加入 6.5 重量份氯化铁和 2.5 重量份氯化亚铁，加入 3 重量份氨水，加热至 65℃，搅拌反应 4h，离心，洗涤，干燥，氮气保护下，450℃煅烧 2h，制得磁性二氧化硅。

### 制备例 4 吸附剂 1 的制备

方法如下：

将 10 重量份制备例 3 制得的磁性二氧化硅加入 100 重量份 70wt%的乙醇溶液中，加入 2 重量份长链硅烷，加热至 50℃，搅拌反应 1h，离心，洗涤，干燥，制得吸附剂 1。

### 制备例 5 吸附剂 2 的制备

方法如下：

将 10 重量份制备例 3 制得的磁性二氧化硅加入 100 重量份 70wt%的乙醇溶液中，加入 1.5 重量份复合硅烷偶联剂，加热至 40℃，搅拌反应 1h，离心，洗涤，干燥，制得吸附剂 2。

所述复合硅烷偶联剂为 KH792 和 KH580 的混合物，质量比为 6:3。

### 制备例 6

与制备例 5 相比，不同之处在于，复合硅烷偶联剂为单一的 KH792。

### 制备例 7

与制备例 5 相比，不同之处在于，复合硅烷偶联剂为单一的 KH580。

### 制备例 8 吸附剂 3 的制备

方法如下：

将 10 重量份制备例 3 制得的磁性二氧化硅加入 100 重量份 10mg/L 氧化石墨烯水分散液中，加热至 45℃，搅拌反应 1h，离心，洗涤，干燥，制得吸附剂 3。

### 实施例 1

本实施例提供一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法，包括以下步骤：

S1.将猪肉冷冻干燥，粉碎，获得样品粉末；

S2.将 100 重量份低共熔溶剂与 3 重量份制备例 4 制得的吸附剂 1、2 重量份制备例 5 制得的吸附剂 2、5 重量份制备例 8 制得的吸附剂 3 混合均匀，获得提取混悬液；

所述低共熔溶剂为氯化胆碱和柠檬酸，摩尔比为 1:1；

S3.将 20 重量份步骤 S1 制得的样品粉末加入 30 重量份步骤 S2 制得的提取混悬液中，加热至 50℃，搅拌提取 20min，磁铁分离，获得混合吸附剂，剩余混合液过滤，固体洗涤，干燥，获得提取后的样品；

S4.将 50 重量份步骤 S3 中的滤液加入 30 重量份乙醇水混合液（乙醇和水的体积比为 3:2）稀释，然后加入 80 重量份萃取液萃取，分离萃取液，剩余液体减压除去乙醇和水，获得再生的低共熔溶剂，重复使用；

所述萃取液为二氯甲烷和环己烷的混合液，体积比为 7:3；

S5.将步骤 S3 中的混合吸附剂分别用乙醇、二氯甲烷和石油醚洗脱，将洗脱液与步骤 S4 中的萃取液混合，减压除去溶剂，获得提取得到的兽药，洗脱后的固体洗涤干燥，作为吸附剂重复使用。

### 实施例 2

本实施例提供一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法，包括以下步骤：



S1.将鸡肉冷冻干燥，粉碎，获得样品粉末；

S2.将 120 重量份低共熔溶剂与 5 重量份制备例 4 制得的吸附剂 1、4 重量份制备例 5 制得的吸附剂 2、7 重量份制备例 8 制得的吸附剂 3 混合均匀，获得提取混悬液；

所述低共熔溶剂为氯化胆碱和柠檬酸，摩尔比为 1:1；

S3.将 20 重量份步骤 S1 制得的样品粉末加入 70 重量份步骤 S2 制得的提取混悬液中，加热至 70℃，搅拌提取 30min，磁铁分离，获得混合吸附剂，剩余混合液过滤，固体洗涤，干燥，获得提取后的样品；

S4.将 70 重量份步骤 S3 中的滤液加入 50 重量份乙醇水混合液（乙醇和水的体积比为 3:2）稀释，然后加入 120 重量份萃取液萃取，分离萃取液，剩余液体减压除去乙醇和水，获得再生的低共熔溶剂，重复使用；

所述萃取液为二氯甲烷和环己烷的混合液，体积比为 10:5；

S5.将步骤 S3 中的混合吸附剂分别用乙醇、二氯甲烷和石油醚洗脱，将洗脱液与步骤 S4 中的萃取液混合，减压除去溶剂，获得提取得到的兽药，洗脱后的固体洗涤干燥，作为吸附剂重复使用。

### 实施例 3

本实施例提供一种畜禽产品中兽药残留的快速提取方法，包括以下步骤：

S1.将牛奶冷冻干燥，粉碎，获得样品粉末；

S2.将 110 重量份低共熔溶剂与 4 重量份制备例 4 制得的吸附剂 1、3 重量份制备例 5 制得的吸附剂 2、6 重量份制备例 8 制得的吸附剂 3 混合均匀，获得提取混悬液；

所述低共熔溶剂为氯化胆碱和柠檬酸，摩尔比为 1:1；

S3.将 20 重量份步骤 S1 制得的样品粉末加入 45 重量份步骤 S2 制得的提取混悬液中，加热至 60℃，搅拌提取 25min，磁铁分离，获得混合吸附剂，剩余混合液过滤，固体洗涤，干燥，获得提取后的样品；

S4.将 60 重量份步骤 S3 中的滤液加入 40 重量份乙醇水混合液（乙醇和水的体积比为 3:2）稀释，然后加入 100 重量份萃取液萃取，分离萃取液，剩余液体减压除去乙醇和水，获得再生的低共熔溶剂，重复使用；

所述萃取液为二氯甲烷和环己烷的混合液，体积比为 8:4；

S5.将步骤 S3 中的混合吸附剂分别用乙醇、二氯甲烷和石油醚洗脱，将洗脱液与步骤 S4 中的萃取液混合，减压除去溶剂，获得提取得到的兽药，洗脱后的固体洗涤干燥，作为吸附剂重复使用。

### 实施例 4

与实施例 3 相比，不同之处在于，吸附剂 2 由制备例 6 制得。

### 实施例 5

与实施例 3 相比，不同之处在于，吸附剂 2 由制备例 7 制得。

### 对比例 1

与实施例 3 相比，不同之处在于，低共熔溶剂由乙醇替代。

### 对比例 2

与实施例 3 相比，不同之处在于，未添加吸附剂 1。

### 对比例 3

与实施例 3 相比，不同之处在于，未添加吸附剂 2。

### 对比例 4

# 说明书

与实施例 3 相比，不同之处在于，未添加吸附剂 3。

对比例 5

与实施例 3 相比，不同之处在于，未添加吸附剂 1、吸附剂 2、吸附剂 3。

测试例 1

经 LC-MS/MS 测试方法对实施例 1-5 和对比例 1-5 方法进行提取前处理，进行性能评价，结果如表 1 和表 2 所示。

表 1

兽药	实施例 1（猪肉）		实施例 2（鸡肉）		实施例 3（牛奶）		实施例 4（牛奶）		实施例 5（牛奶）	
	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)
磺胺	1.04	96.71	1.00	97.44	1.00	98.05	1.14	92.45	1.16	82.26
磺胺嘧啶	1.01	95.97	1.03	95.68	1.00	95.67	1.12	93.11	1.13	85.67
磺胺醋酰	1.00	96.10	1.00	99.42	1.03	98.11	1.14	90.25	1.16	90.09
磺胺噻唑	1.05	97.05	1.03	96.83	1.03	99.78	1.09	93.21	1.09	96.72
磺胺吡啶	1.03	98.16	1.00	101.02	1.01	97.49	1.10	90.10	1.06	86.21
磺胺二甲基异噻唑	0.99	96.78	1.00	103.11	1.03	99.05	1.06	88.39	1.06	84.55
氨苯砜	0.98	98.26	1.01	99.07	1.03	99.55	1.12	83.67	1.08	80.29
磺胺二甲氧嘧啶	1.02	96.06	0.99	98.21	1.02	101.56	1.15	87.92	1.09	82.25
磺胺甲基嘧啶	0.97	97.25	1.00	96.06	0.99	100.29	0.90	91.21	1.04	88.65
磺胺二甲基嘧啶	1.04	95.57	1.04	97.66	1.04	104.25	1.16	85.96	1.00	82.12
磺胺甲噻唑	1.02	94.96	0.99	95.67	1.00	102.56	1.15	91.15	0.90	88.96
甲氧苄啶	1.01	97.60	0.98	98.25	1.03	99.58	1.13	86.67	0.92	84.15
磺胺邻二甲氧嘧啶	1.04	98.10	1.02	97.37	1.02	98.36	1.09	88.26	0.89	82.21
磺胺对甲氧嘧啶	1.02	98.55	1.02	95.82	1.01	97.86	0.91	91.26	1.05	95.78
磺胺间甲	1.01	105.73	1.01	101.11	1.00	96.89	1.04	112.25	1.02	102.67

# 说 明 书

氧嘧啶										
磺胺甲氧嘧啶	1.00	103.15	1.04	103.25	0.97	97.88	1.14	110.10	1.15	109.21
乙酰磺胺对硝基苯	1.00	102.21	0.97	97.82	1.00	99.26	1.11	92.27	0.90	89.51
沙拉沙星	1.01	97.14	1.02	96.38	0.98	96.78	1.02	89.25	1.04	84.16
奥比沙星	1.04	98.49	0.98	97.33	1.01	97.06	0.98	85.61	1.01	84.16
萘啶酸	1.02	101.25	1.03	98.06	1.03	98.54	1.08	82.26	1.09	80.22
二氟沙星	0.99	99.15	1.01	96.29	1.02	96.69	0.98	93.25	1.12	90.19
洛美沙星	0.97	96.68	1.02	97.77	0.98	99.16	1.15	111.15	0.92	112.67
氟甲喹	1.04	98.22	1.01	98.36	1.04	102.25	1.12	110.51	1.04	111.26
噁喹酸	1.02	104.15	0.98	104.28	0.98	101.15	0.90	105.77	1.02	107.37
西诺沙星	1.01	101.14	1.01	102.45	1.02	104.25	1.08	95.15	0.98	91.12
司帕沙星	1.02	99.25	1.03	96.79	1.01	98.25	0.98	90.18	1.05	88.27
莫西沙星	1.05	98.79	0.98	95.67	1.03	96.09	1.05	86.26	0.97	81.16
替米考星	1.02	96.92	1.05	97.02	0.98	98.63	1.04	81.29	0.98	85.21
交沙霉素	1.01	103.20	1.04	96.68	1.04	97.73	1.02	79.39	1.02	82.26
加替沙星	1.00	101.26	0.98	101.21	1.02	99.55	0.98	89.91	1.05	85.67
柱晶白霉素	0.99	104.66	1.01	104.25	0.98	97.26	0.97	85.37	0.97	88.26
泰勒菌素	1.03	96.78	1.01	99.06	1.01	98.52	1.01	86.78	1.05	82.26
阿奇霉素	1.02	98.02	1.02	96.78	0.97	96.67	0.91	82.29	1.09	85.67
甲硝唑	1.00	95.05	0.97	98.01	1.02	96.21	1.07	84.37	1.05	86.72
洛硝唑唑	1.01	96.93	1.01	97.83	1.01	98.63	1.14	89.67	0.91	86.78
二甲硝咪唑	0.98	97.43	0.98	96.86	0.98	102.56	1.01	92.26	1.12	90.36
双氯青霉素	0.97	96.22	1.04	99.05	1.01	101.25	1.13	94.16	1.17	91.26
头孢噻唑	1.04	97.82	1.01	98.89	1.05	98.73	1.03	108.26	1.04	112.56
甲砷氯霉素	1.02	98.60	0.97	104.21	0.97	100.25	1.04	111.25	1.11	109.26
氯霉素	1.01	103.26	1.04	101.56	1.03	103.22	1.09	92.51	1.03	88.78

表 2

兽药	对比例 1（牛奶）		对比例 2（牛奶）		对比例 3（牛奶）		对比例 4（牛奶）		对比例 5（牛奶）	
	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)	基质效应	回收率(%)

# 说 明 书

磺胺	1.10	69.22	1.11	71.55	1.19	80.25	1.10	81.15	1.21	65.26
磺胺嘧啶	1.16	62.21	1.12	72.62	1.21	82.15	1.05	85.29	1.24	61.92
磺胺醋酰	1.09	58.26	1.10	69.37	1.18	88.26	1.09	90.26	1.22	60.82
磺胺噻唑	1.21	50.28	1.01	80.26	1.14	91.10	1.12	85.26	1.19	76.38
磺胺吡啶	1.10	62.68	0.91	68.22	1.15	82.52	0.90	86.29	1.14	60.28
磺胺二甲基异噻唑	0.92	66.59	0.83	62.66	1.09	81.15	0.82	81.92	0.80	56.37
氨苯砜	0.90	58.92	0.82	60.59	1.17	76.62	0.85	79.92	0.78	51.15
磺胺二甲氧嘧啶	0.80	82.11	1.15	65.39	1.18	70.25	0.82	85.21	1.22	56.29
磺胺甲基嘧啶	0.82	72.25	1.13	80.26	1.12	83.56	0.96	82.84	1.20	72.26
磺胺二甲基嘧啶	0.77	67.29	1.21	72.26	1.18	77.38	0.92	80.49	1.25	68.20
磺胺甲噻唑	0.82	80.12	0.87	68.29	1.24	81.15	0.90	83.81	0.84	61.18
甲氧苄啶	0.91	65.28	0.82	82.26	1.25	80.26	0.93	85.69	0.80	75.26
磺胺邻二甲氧嘧啶	1.24	62.29	0.81	85.28	1.12	76.38	1.09	90.26	0.77	70.28
磺胺对甲氧嘧啶	1.19	68.92	1.15	82.10	1.15	86.69	1.05	88.58	1.21	75.26
磺胺间甲氧嘧啶	1.13	56.28	1.25	79.26	1.16	116.26	1.10	82.10	1.27	71.19
磺胺甲氧吡嗪	1.17	52.81	1.19	75.87	1.28	111.56	1.03	77.68	1.25	68.68
乙酰磺胺对硝基苯	0.76	64.81	0.81	71.19	1.22	82.26	1.09	72.29	0.77	63.59
沙拉沙星	0.82	60.38	1.12	69.21	1.08	76.92	1.02	76.83	1.21	60.68
奥比沙星	0.69	55.25	1.28	82.26	1.04	75.10	1.10	85.00	1.29	70.29
萘啶酸	0.70	48.95	1.25	68.30	1.15	71.05	1.05	80.28	1.31	61.19
二氟沙星	0.85	52.28	1.09	66.21	1.18	85.62	1.08	84.92	1.20	60.39
洛美沙星	0.66	58.29	0.72	62.29	1.21	115.26	1.11	86.68	0.70	57.28
氟甲喹	0.85	62.01	1.14	82.20	1.25	118.35	1.21	92.25	1.27	77.28
噁喹酸	0.69	65.22	1.27	80.68	1.05	116.29	1.18	90.19	1.29	77.10
西诺沙星	0.80	68.59	0.79	77.28	1.09	82.66	1.14	88.69	0.71	71.02
司帕沙星	0.71	75.28	1.26	68.29	1.17	81.10	1.10	83.29	1.29	61.29
莫西沙星	0.74	70.25	0.68	66.10	1.12	75.20	0.92	86.77	0.65	60.94

## 说 明 书

替米考星	0.91	65.21	0.79	61.14	1.16	72.15	0.88	80.29	0.72	55.19
交沙霉素	1.25	66.67	1.21	72.68	1.14	68.39	0.81	76.92	1.26	61.92
加替沙星	1.19	85.25	1.15	81.15	1.09	78.29	0.85	90.26	1.22	72.29
柱晶白霉素	1.21	68.21	0.85	82.69	1.05	80.28	0.97	88.38	0.80	74.51
泰乐菌素	1.18	79.26	1.21	84.26	1.15	74.56	0.92	82.56	1.27	67.28
阿奇霉素	1.25	72.25	1.11	80.61	1.21	72.10	0.88	84.69	1.28	62.54
甲硝唑	1.10	69.28	1.29	78.39	1.12	76.31	0.91	88.09	1.33	70.83
洛硝哒唑	1.15	58.26	0.88	77.05	1.25	79.39	1.16	84.59	0.81	68.29
二甲硝咪唑	1.21	55.29	1.21	71.29	1.09	82.26	1.12	82.05	1.28	64.92
双氯青霉素	1.09	60.19	1.19	84.58	1.18	88.29	1.18	78.29	1.25	71.85
头孢噻呋	0.91	66.22	1.11	80.15	1.14	112.11	1.25	72.41	1.29	65.82
甲砷氯霉素	0.86	65.91	1.15	82.25	1.26	115.5	1.19	70.55	1.30	60.58
氯霉素	0.80	62.88	0.82	80.58	1.17	81.25	1.21	68.92	0.72	6

由上表可知，采用本发明实施例 1-3 中的方法进行前处理，所考察 40 种兽药基质效应均处于 0.97-1.05，加标回收率均处于 94.96%-105.73%。

本发明提供的畜禽产品中兽药残留的快速提取方法对畜禽产品进行前处理，通过物理吸附与完成对待测样品中的基质净化，避免了许多基质吸附与分离过程，有效地提高了样品前处理的处理速度；回收率结果也验证本方法可以提供与目前应用广泛的 QuEChERS 方法具有相当或更佳的准确度。因此，本方法在快速提取畜禽产品中兽药残留中表现出了更好的快捷性、实用性、经济性，具有广阔的应用前景。

以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。