

团体标准

《饲料中地西洋的测定 高效液相色谱法》

编制说明

（报批稿）

山东省饲料质量检验所

2018年11月

# 一、标准修订背景及任务来源

## 1. 任务来源

本标准的制定任务来源于2016年农业行业标准制定（修订）项目，任务名称：“饲料中地西洋的测定 高效液相色谱法”（项目顺序号2016-29-53），参考国内外地西洋相关文献和检测方法，优化仪器分析方法和样品前处理方法，结合实验结果起草本标准。

## 2. 制定本标准的必要性

地西洋（diazepam）属苯二氮卓类镇静催眠药。化学名为1-甲基-5-苯基-7-氯-1,3-二氢-2H-1,4-苯并二氮杂卓-2-酮；又名安定，苯甲二氮卓。1995年版中国药典将安定更名为地西洋。地西洋纯品为白色结晶状粉末，无臭，微苦，在游离态时难溶于水，易溶于有机溶剂中，是一个有一定极性的弱碱性有机化合物。分子式  $C_{16}H_{13}ON_2Cl$ ，分子量：284.74。结构式如下：

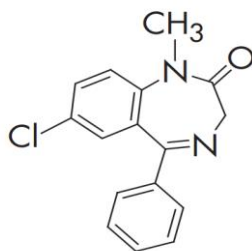


图1 地西洋的结构式

该类药物是20世纪60年代以来发展起来的。由于具有较好的镇静催眠作用，广泛应用于临床医学。对人而言，长期服用地西洋无明显中毒症状，但有成瘾性和依赖性。该药物的镇静催眠功能也曾经被畜牧养殖业非法使用，一些饲料企业和养殖厂（户）打着“睡梦美”的幌子，在动物饲养和运输过程中，非法添加使用地西洋，让鸡、猪、鸭等减少运动、降低维持需要，以达到迅速增重的目的。地西洋在饲料中的滥用，会导致畜产品中药物的残留，从而严重影响人们的身体健康，威胁人们的生命安全。

因此，《饲料和饲料添加剂管理条例》，农业部、卫生部、国家药品监督管理局第176号公告《禁止在饲料和动物饮水中使用的药物品种目录》以及农业部第193号公告《食品动物禁用的兽药及其它化合物清单》，都反复强调在饲料、动物饮水以及食品动物中禁止使用地西洋。

“NY/T 934-2005 饲料中地西洋的测定 高效液相色谱法”自方法研究、颁布至今已经十余年，需要进行修订，以更好的适应目前的检测需要。因此，我们对饲料中地西洋的测定

检测标准进行了修订，以期实现更高的灵敏度，更简单便捷的操作，从而更好的为饲料质量安全提供服务。

### **3. 主要起草单位**

本标准主要起草单位为山东省饲料质量检验所，无其他协作单位。

## **二、主要工作过程**

本标准在制定项目任务下达以前，我单位就成立了标准起草小组，负责标准的研制、编制等起草工作。标准起草小组进行了广泛的调查和深入研究，具体时间进度安排如下：

2016年3月~12月，通过检索收集国内外关于地西洋的检测方法和文献资料、饲料中地西洋的检测方法和相关文献资料，以及饲料中其他药物残留的检测方法等。汇总了包括样品提取、净化等前处理方法和仪器检测条件等，在现有研究基础上综合分析，拟定样品前处理方法和仪器检测条件等初步实验方案。

2017年1月-12月，在上述调研的基础上，利用地西洋标准品，开始仪器分析条件的建立，以及标准品线性范围的研究。在仪器分析条件初步建立的基础上，进行不断优化，尝试实际样品的检测和研究。2018年1-6月，地西洋仪器分析方法和样品前处理方法的确定。本方法采用的是高效液相色谱法，结果表明该方法具有较高的灵敏度。2018年7月-9月，方法学评价和验证比对。对建立的检测方法进行方法学评价，包括实验室内的准确度（回收率）、精密性、线性范围等。起草完成《饲料中地西洋的测定 高效液相色谱法》的征求意见稿。

2018年9月-10月，广泛征求行业专家、技术人员的意见，共征求21家单位意见，共提出意见59条，采纳55条，部分采纳1条，未采纳3条。通过对意见的汇总分析再次修改征求意见稿。

2018年11月16日召开标准预审会，国内9名专家对该标准进行了预审。预审会上经讨论，鉴于现行标准NY/T 1757-2009和NY/T 1458-2007中均包含地西洋的测定，与会专家一致同意将该标准转化为中国饲料工业协会团体标准，并提出5条修改意见。建议制标单位完成5条意见的修改，将该标准转化为团体标准。

## **三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据**

### **1. 标准编制原则**

#### **1.1 执行标准**

本标准的结构、技术要素及表述方法是按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导

则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》规定的要求进行编写。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

## 1.2 先进性

对本标准中有关内容的确定，主要借鉴参考本领域国内先进研究技术，以提高本标准中检测技术的准确性和可重复性。

## 1.3 可操作性

在标准制定过程中，始终把经济实用和可操作性作为重要的依据，广泛征求生产单位和使用单位的意见，使本标准便于实施。

## 1.4 通用性

本标准制定过程中收集不同种类的产品进行检测并归纳总结出适用范围和方法检出限。

## 2. 主要技术内容确定的依据

本标准的适用范围为配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料等常用畜禽饲料。

本标准使用各项液相色谱仪进行检测方法开发。使用仪器型号为普及率较高的美国安捷伦公司的 Agilent 1200 高效液相色谱仪。

本标准方法学考察包括检测限（LOD）和定量限（LOQ）。其中 LOD 拟设定为信噪比为 3 时的样品添加浓度，LOQ 拟设定为信噪比为 10 时且回收率结果和相对标准偏差符合要求的样品添加浓度。本标准设低、中、高 3 个添加浓度进行回收率测定，浓度分别为方法定量限、2 倍~5 倍定量限浓度和 5 倍~10 倍定量限浓度。定量限以上添加浓度的回收率范围应该在 80%~120%之间，结果的变异系数应在 10%以内。准标准曲线则使用标准贮备溶液稀释的系列标准工作溶液，设置 7 个点进行测定。

## 四、标准主要内容的确定

目前饲料中地西洋的检测，有两个已经颁布实施的标准，分别是“NY/T 1458-2007 饲料中盐酸异丙嗪、盐酸氯丙嗪、地西洋、盐酸硫利达嗪和奋乃静的同步测定 高效液相色谱法和液相色谱质谱联用法”，以及“NY/T 934-2005 饲料中地西洋的测定 高效液相色谱法”。

由于高效液相色谱法简单、易于掌握，仪器设备比较普及，所以还是选定高效液相色谱测定饲料中的地西洋，较好推广，便于采纳。我们设想简化提取步骤，采用更新的固相萃取

小柱，在方便操作的同时，还能进一步提高检测的灵敏度。根据地西洋本身的性质，我们进行了如下一些尝试。

## 1. 重要测定条件与实验参数的研究

### 1.1 提取条件的确定

地西洋易溶于有机溶剂，我们首先用有机溶剂提取饲料样品中的地西洋。经过反复筛选和实验，在正己烷、乙腈、甲醇等多种有机溶剂中，确定用乙腈，一是因为地西洋在乙腈中可以彻底溶解；二是结合后面检测波长的选择可以发现，在 254 nm 波长下，饲料样品的乙腈提取液，杂质峰响应比甲醇等的提取液杂质峰低的多，可以有效降低饲料样品中杂质峰对待测物的分析。我们最终选择了乙腈作为提取液，提取方式为涡旋 5min。称样 2 克，加 10mL 提取剂，以肉猪配合饲料 1 号为例，添加浓度为 5mg/kg。回收率结果见表 1。

表 1 乙腈作为提取液的检测结果 (n=5)

添加浓度	回收率 (%)				
5mg/kg	95.5	94.3	91.4	94.0	93.5
注：RSD 为 1.6%					

### 1.2 净化及浓缩条件的确定

使用乙腈作为提取液，在低浓度添加时，为了降低杂质峰干扰，去除杂质，得到良好的检测低限，需要进行净化。我们参照文献利用固相萃取解决这一难题。如前所述，地西洋是一种有一定极性的弱碱性化合物，所以可以考虑使用目前最常见的混合型强阳离子交换固相萃取柱。因为样品提取原理的不同，我们没有采用前一版标准中的 Florisil 小柱。结合文献报道，我们分别选择了反相和离子交换原理的 MCX、HLB、MAX、C18 几种常见的固相萃取柱。由表 2 可以看出，在 4 款小柱中，还是以 MCX 为最佳。

表 2 不同 SPE 小柱测试结果 (n=5, 标准溶液浓度为 10 mg/L)

不同 SPE 小柱	MCX	C <sub>18</sub>	MAX	HLB
平均回收率 (%)	95	40.3	20.7	48.8

选用 Oasis 混合型强阳离子交换 (MCX) 固相萃取柱，3mL/60mg，平衡及洗脱条件如下：

活化 : 2 mL 甲醇

2 mL 2%甲酸水

上样 : 5 mL

淋洗 1: 3 mL 2%甲酸水

淋洗 2: 3 mL 甲醇

洗脱 : 5 mL 5%氨化甲醇

在提取和净化条件基本确定后，通过做添加回收进一步对前处理整个过程进行优化，最终确定的样品处理步骤为：先将样品通过乙腈提取，振荡超声后，取出部分上清液，过 MCX 小柱净化，用氨化甲醇洗脱，洗脱液吹干后用甲醇溶解残渣，过膜上机测定。

样品添加及空白样品图谱见图 2、图 3。

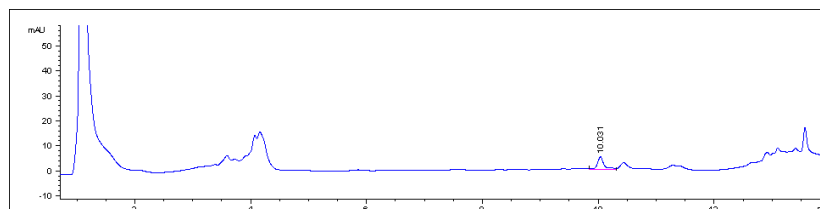


图 2 配合饲料添加图谱

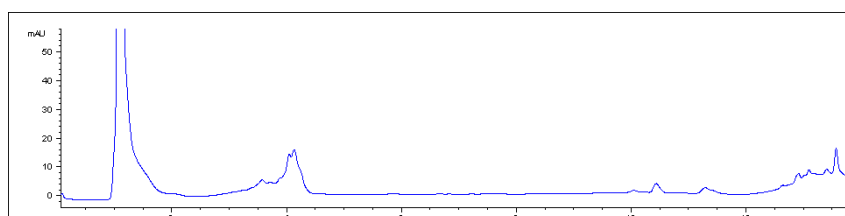


图 3 空白饲料图谱

### 1.3 液相色谱条件的确立

#### 1.3.1 流动相的选择

文献报道地西洋测定的液相色谱条件，多用 C8 柱或 C18 柱、流动相为甲醇+水或乙酸铵、乙酸钠，乙腈+水或乙酸铵、乙酸钠。经测试，通过调节流动相比例，甲醇+水即可有效分离被测物质，且出峰时间稳定，峰型良好。这样可以省去配制缓冲盐调 pH 值等的步骤，提高工作效率。考虑到一是被测物质出峰避开饲料样品中的杂质峰，二是连续大批量检测饲料样品时，饲料样品杂质较多，需要有一个高比例有机相冲洗液相色谱柱的过程，因此设计了梯度洗脱。洗脱程序见表 3。

表 3 梯度洗脱表

时间 (min)	A (甲醇)	B (水)
0	20	80
1.0	40	60
8.0	70	30
10.0	70	30
11.0	90	10
12.0	90	10
14.0	20	80

### 1.3.2 检测波长的选择

地西洋甲醇标准溶液, 在二极管阵列检测器上从 200nm-400nm 扫描, 发现在检测波长为 229nm、254nm、317nm 等处有依次变低的吸收峰。虽然 229 nm 处峰响应最高, 有利于进一步降低样品的检测限, 但是 229 nm 波长处饲料样品杂质峰的反应明显比 254 nm 波长处更高更明显, 因此综合考虑, 还是继续使用 254 nm 作为检测波长。在室温条件下, 进样量为 20 $\mu$ L, 选用以上不同条件上机测定地西洋标准溶液, 最终在如下色谱条件下获得良好分离的图谱, 见图 4。

液相色谱条件:

色谱柱: Zorbax Eclipse plus C18, 100 mm $\times$ 4.6 mm, 粒径 3.5  $\mu$ m。

柱温: 35 $^{\circ}$ C。

进样量: 20  $\mu$ L。

流动相: 梯度洗脱, 梯度洗脱表见表 1。

检测器: 紫外检测器或二极管阵列检测器。

检测波长: 254 nm。

流速: 1.0 mL/min。

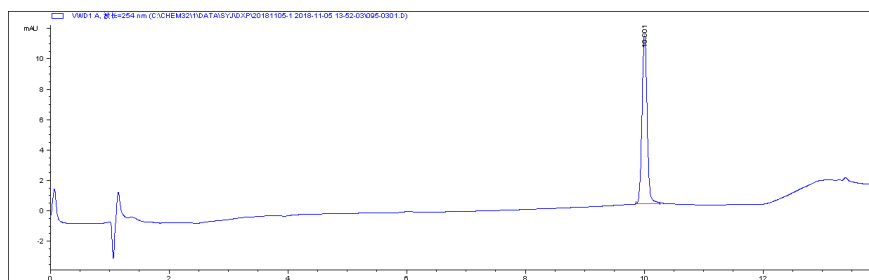


图 4 地西洋标准溶液图谱

## 2. 方法性能检验

在检测条件与实验参数确定后, 我们对方法的线性以及在饲料样品中的添加进行了全面检验。

### 2.1 方法的线性响应

将标准工作液依次从低浓度到高浓度进样, 每一浓度进样三针, 按其所得峰面积的平均值与对应的标准溶液浓度 ( $\mu$ g/mL) 作标准曲线, 计算出回归方程和相关系数。试验测得地西洋标准溶液浓度在 0.20  $\mu$ g/mL~100.0  $\mu$ g/mL 范围内, 相关系数  $r$  平方大于 0.999。即在 0.20  $\mu$ g/mL~100.0  $\mu$ g/mL 范围内, 具有良好的正相关。结果见表 4。标准曲线见图 5。

表 4 地西洋标准系列

标准溶液浓度 (μg/mL)	峰面积
0.20	11.4
0.5	28.3
1.0	61.5
5.0	350.5
10.0	602
50.0	3314
100	6803
公式	$y=67.9x-21.32$
相关系数	$R^2=0.999$

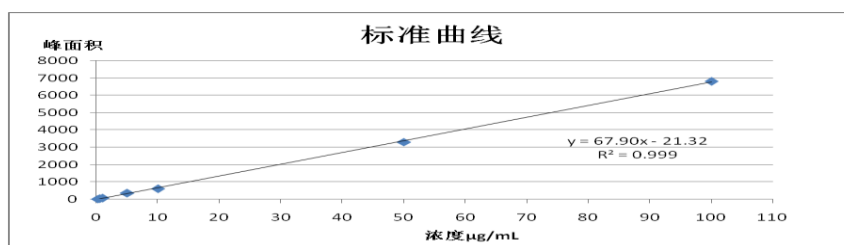


图 5 地西洋标准曲线

## 2.2 检出限和定量限

同时用低浓度标准溶液按照前述确定的液相色谱仪器条件进样，按信噪比 S/N 大于 3 计，本方法的检测限为 0.2 mg/L。方法的定量限按信噪比 S/N 大于 10 计为 0.5 mg/L，且饲料中添加回收测定的结果大于 80%，确定本标准液相色谱方法地西洋药物的定量限为 0.5mg/kg。

检出限、定量限空白添加及空白样品图谱见图 6-图 17。

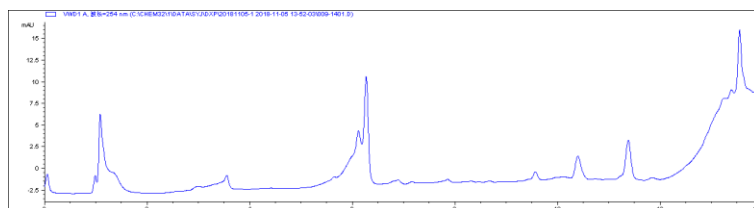


图 6 配合饲料空白

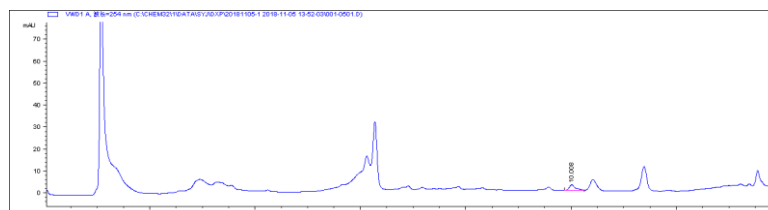


图 7 配合饲料检出限空白添加



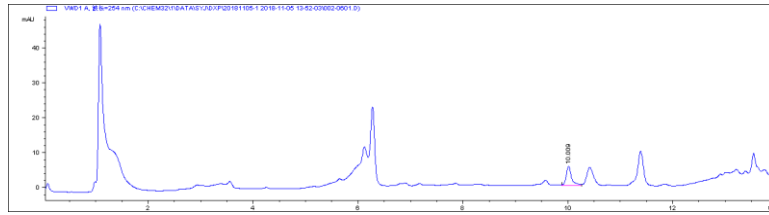


图 8 配合饲料定量限空白添加

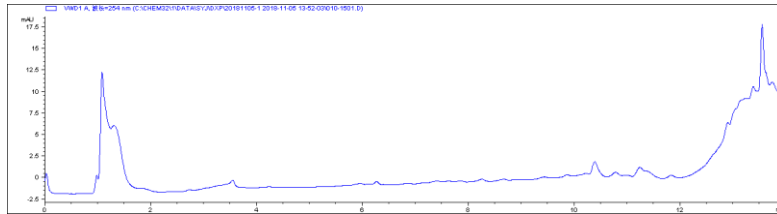


图 9 浓缩饲料空白

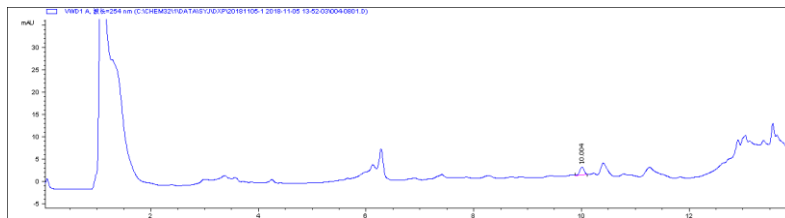


图 10 浓缩饲料检出限空白添加

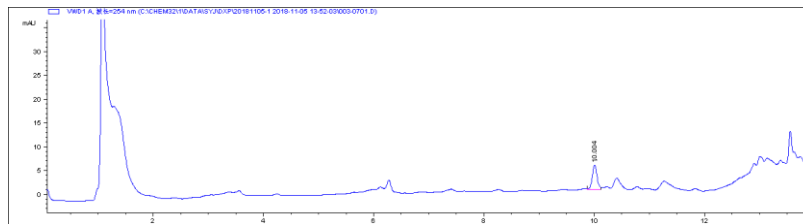


图 11 浓缩饲料定量限空白添加

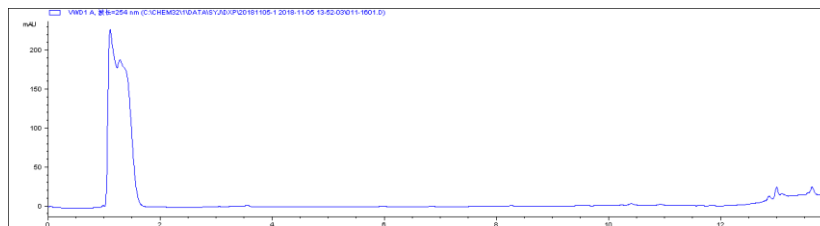


图 12 预混合饲料空白

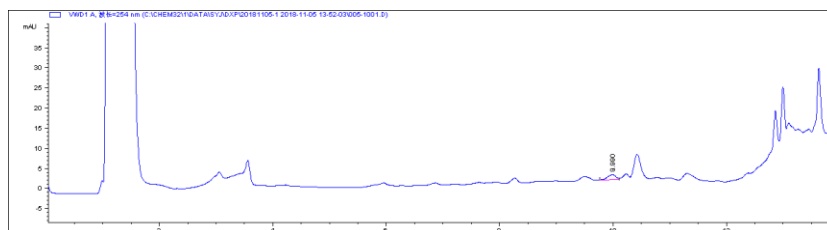


图 13 预混合饲料检出限空白添加

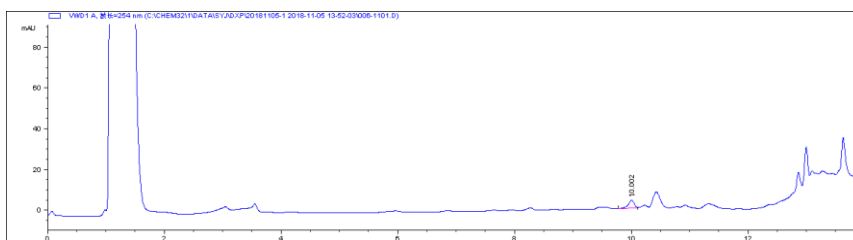


图 14 预混合饲料定量限空白添加

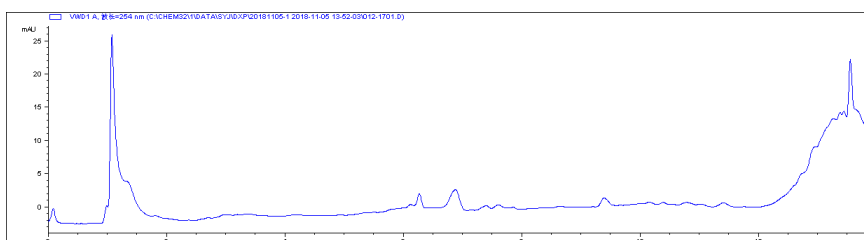


图 15 精料补充料空白

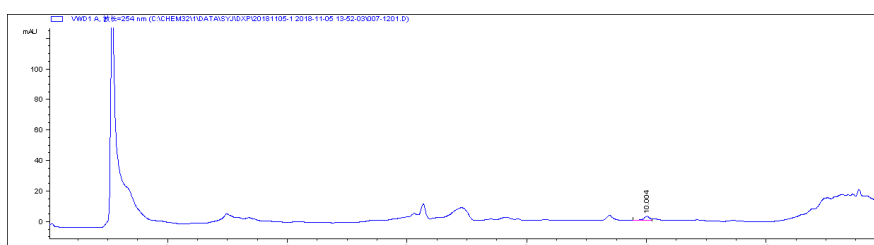


图 16 精料补充料检出限空白添加

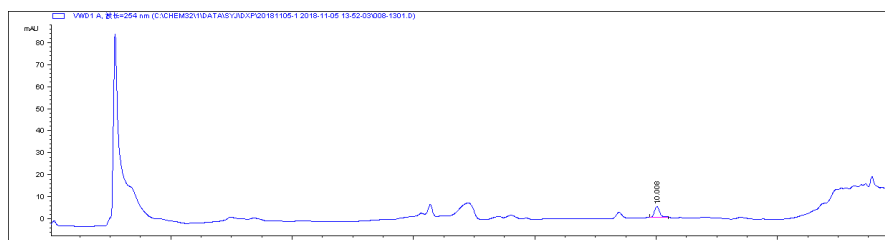


图 17 精料补充料定量限空白添加

### 2.3 方法的准确度、精密度

为了考察方法的准确度、精密度，我们选取配合饲料、浓缩饲料精料补充料、预混合饲料分别进行了多级、多次的添加回收试验。结果见表 5。

其中浓缩饲料回收率较其他几种饲料稍低。分别添加 3 个不同浓度，即 0.5 mg/kg、1.0mg/kg、2.0 mg/kg 所测定的回收率结果。0.5mg/kg 添加浓度的回收率稍低，最低为 74.0%，随着添加浓度的增高，回收率逐渐增高，1mg/kg 和 5 mg/kg 添加浓度的平均回收率最低的分别为 87%和 89.1%。相对标准偏差最大为 5.5%，最小为 2.0%，均低于 10%。

表 5 的测定结果表明，不同饲料、不同添加浓度，其回收率均在 80%以上，且相对标准偏差均低于 10%，说明该方法具有较好的准确度和精密度。

表5 精密度准确度考察检测结果

饲料名称	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)					平均回收率 (%)	RSD (%)
配合饲料	0.5	89.2	80	86.8	87.6	90.7	86.9	4.7
	1.0	93.3	94.6	90.1	93.4	89.7	92.2	2.4
	5.0	95.1	92.3	89.8	90.1	92.3	91.9	2.3
浓缩饲料	0.5	85.5	78.8	74	79.4	83	80.1	5.5
	1.0	91.5	92.7	94.2	87.1	90.2	91.1	3.0
	5.0	92.9	89.8	93.2	89.1	90	91.0	2.1
精料补充料	0.5	80.9	85.2	87.9	86.3	85.6	85.2	3.1
	1.0	91	93.4	91.7	88.2	93.6	91.6	2.4
	5.0	90.1	94.6	92.3	93.5	87.3	91.6	3.2
预混料	0.5	91.8	86.6	85.6	83.7	92.4	88.0	4.4
	1.0	94.5	89.9	92.1	91	90.5	91.6	2.0
	5.0	93.9	91.9	88.5	90.3	92.7	91.5	2.3

## 2.4 方法的适用范围

为考察本方法的适用性，我们分别对肉鸡、肉鸭的配合饲料，猪和鸡的浓缩饲料、复合预混料等进行了测定，同一饲料分别选定不同添加浓度，每个浓度做5次重复，测定结果见表6、表7和表8，可见均有良好的回收率，相对标准偏差小于10%。

表6 配合饲料适用性检测

饲料名称	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)					平均回收率 (%)	RSD (%)
肥猪配合饲料	1	90.2	83.6	82.1	91.6	92.6	88.02	5.5
	2	90.8	91.4	95.5	94.6	94.2	93.3	2.2
	5	105.5	90.4	96.1	96.6	89.9	95.7	6.6
肉鸡配合饲料	1	84.1	82.2	82.7	80.8	85.6	83.08	2.2
	2	81.8	82.4	91.3	84.6	94.8	86.98	6.6
	5	92.4	93.6	102.5	94.4	99.6	96.5	4.5
肉鸭配合饲料	1	90	80.5	82.7	85.6	87.8	85.32	4.5
	2	94.2	90.5	87.8	92.5	96	92.2	3.5
	5	90.7	87.8	96.7	98.8	86.7	92.14	5.8

表7 浓缩饲料和精料补充料适用性检测

饲料名称	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)					平均回收率 (%)	RSD (%)
肥猪浓缩	2	85.8	76.4	78.6	82.2	79	80.4	4.6

饲料	5	88.3	83.6	93.5	89.6	77.7	86.54	7
	10	89.4	88.7	79	84.5	85.6	85.44	4.9
肉鸡浓缩饲料	2	79.2	92.6	85.5	86.2	90	86.7	5.9
	5	86.6	81.8	93.7	98.4	94.8	91.06	7.4
	10	90.3	93.5	89.7	91.8	80.7	89.2	5.6
牛精料补充料	2	77.6	80.6	79.8	85.5	85.9	81.88	4.5
	5	87.6	86.2	93.8	89.9	80.8	87.66	5.5
	10	90.4	81.7	84.4	89	92.7	87.64	5.1

表8 添加剂预混合饲料适用性检测

饲料名称	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)					平均回收率 (%)	RSD (%)
5%猪预混料	2	95.9	83.7	97.5	82.4	88.7	89.64	7.7
	5	93.6	87.7	84.6	92.1	85.9	88.78	4.4
	10	91.7	93.5	83.5	92.6	90.3	90.32	4.4
4%肉鸡预混料	2	82.6	81	90.6	92	77.8	84.8	7.3
	5	88.7	87.4	84.7	94.4	97.7	90.58	5.9
	10	92.9	84.6	88.7	89.9	98.8	90.98	5.8

## 2.5 标准溶液保存期限

用甲醇配置标准储备液和标准溶液，存放于 2 °C~8 °C 冷藏箱内。为了考察标准储备液和标准溶液的保存期限，我们在不同时间做了跟踪检测，将新配置的标液响应信号设定为 100%，其他检测结果以百分数表示，结果见下表 9。为了保证实验数据的准确性，将 1mg/mL 储备液的保存期限定为 6 个月；将 100 μg/ml 标准溶液的保存期限定为 1 个月。

表 9 地西洋稳定性实验

标液浓度	百分比 (%)				
	新配置	1 个月	2 个月	4 个月	6 个月
1mg/mL	100	100	99.9	99.8	99.7
100 μg/ml	100	99.9	99.0	97.5	94.2

## 2.6 干扰实验

为考察其它药物是否对该方法有干扰，我们选取镇静催眠类药物如：巴比妥、司可巴比妥以及喹乙醇、盐酸克仑特罗、沙丁胺醇、快诺醚等违禁药物，分别取其 50 μg/ml 标准溶液，与地西洋相同色谱条件下，分别上机，在地西洋保留时间处均无吸收峰。这充分说明这六种药物对地西洋的测定均无干扰。

## 3. 结论

以上结果表明，本标准建立的测定饲料中地西洋的高效液相色谱法，其色谱条件便于掌

握，仪器性能稳定，测试数据重复性好，回收率好，精密度和准确度均能满足分析要求，方法简单高效，可操作性强，因此该标准可作为农业行业标准正式颁布后推广使用。

#### **4. 预期经济效果**

有力保障饲料质量安全。建立一套有效的快速检测方法，将从源头控制、市场监管、事后溯源等多个方面保障饲料的质量安全。

进一步规范企业生产行为，以加强饲料市场监管。企业在生产过程中可以使用本标准制定的方法进行产品自检及饲料原料的入库检测。市场监管部门可借助本标准中的检测方法增加监管手段，完善监管体系。

为执法提供有力依据，严控农产品投入品品质。有效的标准检测方法将为不合格产品的溯源提供有力的技术手段，为执法行动提供有效的技术保障。

### **五、采用国际标准**

本标准制定过程中，未采用国际标准。

### **六、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系**

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。与有关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。

### **七、重大分歧意见的处理经过和依据**

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

### **八、作为强制性标准或推荐性标准的建议**

本标准作为化学分析方法标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文等的八项要求之一。因此，建议将本标准作为推荐性部颁标准颁布实施。

### **九、贯彻标准的要求和措施建议**

一是在目前各级政府非常重视食品安全的前提下，在各级政府部门的食品安全抽查、检查中应积极利用和创造各种渠道宣贯本标准。二是举办质量监督检验、科研、生产等相关人员参加的标准宣贯培训班。

## 十、废止现行有关标准的建议

建议废止现行标准 NY/T 934-2005。

## 十一、其他应予说明的事项

无。

## 十二、参考文献

- [1] 中华人民共和国药典[M]. 中国医药科技出版社, 国家药典委员会, 2010
- [2] Determination of 14 benzodiazepines and hydroxy metabolites, zaleplon and zolpidem as tert -butyldimethylsilyl derivatives compared with other common silylating reagents in whole blood by gas chromatography - mass spectrometry[J] . Teemu Gunnar, Kari Ariniemi, Pirjo Lillsunde. Journal of Chromatography B .2004 (2)
- [3] Development of an LC-MS/MS method for the simultaneous determination of 25 benzodiazepines and zolpidem in oral fluid and its application to authentic samples from regular drug users. Jang Moonhee, Chang Hyejin, Yang Wonkyung, Choi Hyeyoung, Kim Eunmi, Yu Bum-Hee, Oh Yunhye, Chung Heesun. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis . 2012
- [4] HPLC-MS/MS 法同时测定肝微粒体孵育体系中地西洋及其代谢产物的浓度[J]. 徐亚飞, 董瑞华, 曲恒燕, 王静, 刘泽源, 马静洁. 中国临床药理学杂志. 2015(12)
- [5] Quantitative analysis of 33 benzodiazepines, metabolites and benzodiazepine-like substances in whole blood by liquid chromatography - (tandem) mass spectrometry[J]. B. E. Smink, J. E. Brandsma, A. Dijkhuizen, K. J. Lusthof, J. J. de Gier, A. C. G. Egberts, D. R. A. Uges. Journal of Chromatography B .2004 (1)
- [6] Validation of SPE - HPLC determination of 1,4 - benzodiazepines and metabolites in blood plasma, urine, and saliva[J]. MohammadNasir Uddin, Victoria F. Samanidou. J. Sep. Science .2008 (21)
- [7] 安定类药物分析研究进展[J]. 乔宛虹. 中国现代药物应用. 2008(02)
- [8] 苯二氮卓类药物检测方法[J]. 向甲甲, 刘晓华, 徐刚. 宁波化工. 2014(01)
- [9] 反相高效液相色谱法同时测定 3 种抗癫痫药物的血药浓度[J]. 陈德志, 陈巧辉, 陈翠萌,

- 王佳坤, 甘惠贞. 中国药业. 2014(01)
- [10] 高效液相色谱法测定人血浆中地西洋、艾司唑仑浓度[J]. 国玉芝, 张志国, 侯大平, 黄展, 张大伟. 黑龙江医药科学. 2011(02)
- [11] 固相萃取-高效液相色谱法分析血浆中的 13 种药物[J]. 张吟, 陈一农, 陈崇宏. 中国药理学杂志. 2010(21)
- [12] 固相萃取-高效液相色谱法同时测定人血浆中地西洋、咪达唑仑及其代谢产物的浓度和临床应用[J]. 郭志磊, 范捷, 于洋. 中国医院药学杂志. 2016(10)
- [13] 贾涛. 液相色谱串联质谱法检测饲料中的地西洋[J]. 饲料广角, 2011(14):32-34.
- [14] 饲料中常见药物最新检测技术进展[J]. 周文海, 屈健. 中国畜牧业通讯. 2009(01)
- [15] 血中安眠药物的固相萃取 GC/MS 分析方法研究[J]. 孙红雷, 李文海. 分析测试技术与仪器. 2008(04)
- [16] 液相色谱-串联质谱法同时检测中成药及保健食品中非法添加的 22 种苯二氮卓类药物[J]. 严爱花, 李贤良, 郗存显, 张雷, 夏爽, 王国民, 唐彬彬, 母昭德. 分析化学. 2013(04)
- [17] 液相色谱-串联质谱法同时检测牛奶中 20 种苯二氮卓类药物残留[J]. 李贤良, 严爱花, 郗存显, 张雷, 夏爽, 王国民, 唐彬彬, 母昭德. 分析实验室. 2013(04)
- [18] 张健, 何郁芳. 高效液相色谱法测定地西洋的含量[J]. 中国药业, 2011, 20(09):26-27.
- [19] 张文刚, 黄家莺, 王蓓. UPLC-MS/MS 检测猪肉中的地西洋及其代谢物[J]. 饲料研究, 2013(01):77-78.
- [20] 张昕, 张晶, 邵兵. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定水中 5 种常用苯二氮卓类药物[J]. 中国食品卫生杂志, 2017, 29(06):684-689.
- [21] 王培龙. 分子印迹聚合物-高效液相色谱分析饲料中地西洋及其类似物的研究[A]. 中国毒理学会食品毒理专业委员会、中国毒理学会饲料毒理专业委员会. 食品、饲料安全与风险评估学术会议论文集[C]. 中国毒理学会食品毒理专业委员会、中国毒理学会饲料毒理专业委员会:中国毒理学会, 2010:9.