

[论著]

超高效液相色谱-串联质谱法测定“咔哇潮饮”和“咔哇沕”中 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯*陈月猛¹ 钱振华^{2**}¹(贵州省贵阳市公安局禁毒支队, 贵阳, 550018)²(公安部物证鉴定中心, 北京, 100038)

摘要 目的: 建立饮料中 γ -羟基丁酸及其前体物质 γ -丁内酯的超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)定性定量检测方法。方法: 样品经稀释后, 选取 Acquity UPLC HSS T3 色谱柱(100 mm × 2.1 mm, 1.8 μ m) 进行分离, 以 0.1% 甲酸水溶液和甲醇作为流动相进行梯度洗脱, 采用多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM) 进行分析。结果: γ -羟基丁酸在 0.1-10 μ g · mL⁻¹ 浓度范围内线性关系良好, 相关系数(r^2) 为 0.998; γ -丁内酯在 0.0226-2.26 μ g · mL⁻¹ 浓度范围内线性关系良好, 相关系数(r^2) 为 0.997; γ -羟基丁酸的检出限 10 ng · mL⁻¹, 定量限 25 ng · mL⁻¹; γ -丁内酯的检出限 5 ng · mL⁻¹, 定量限 15 ng · mL⁻¹。 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯低中高 3 个浓度下的准确度为 93% - 110%, 日内精密度 RSD 小于 3.1% (n=6)。采用所建立的方法对 2 种 8 个批次的问题饮料进行分析, 均准确测定样品中 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的含量。结论: 该方法样品处理简单, 分析时间短, 重复性和稳定性好, 灵敏度高, 准确可靠, 适合于饮料中 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的检测, 并经过实际案件样品验证, 定性定量结果和犯罪嫌疑人供述一致, 具有司法实践意义。

关键词 γ -羟基丁酸; γ -丁内酯; 咔哇潮饮; 咔哇沕; 超高效液相色谱-串联质谱法

doi: 10.13936/j.cnki.cjdd1992.2019.03.007

中图分类号 DF795.1; DF794.3

Detection of γ -hydroxybutyric acid and γ -butyrolactone in "Making wow drinks" and "Making wow Gui" by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

CHEN Yuemeng¹, QIAN Zhenhua²

¹(Drug Control Unit of Guiyang Public Security Bureau of Guizhou Province, Guiyang, 550018, China)

²(Institute of Forensic Science Ministry of Public Security People's Republic of China, Beijing, 100038, China)

Abstract *Objective:* To establish a method for qualitative and quantitative analysis of γ -hydroxybutyric acid (GHB) and γ -butyrolactone (GBL) in beverages by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). *Methods:* The sample was separated by Acquity UPLC HSS T3 (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μ m) column after dilution, and 0.1% formic acid water and methanol were used as mobile phase for gradient elution and then detected by UPLC-MS/MS. *Results:* The concentrations of GHB and GBL had a good linearity with the areas of peak in the range of 0.1-10 μ g · mL⁻¹ and 0.0226-2.26 μ g · mL⁻¹, respectively. The correlation coefficients (r^2) were 0.998 and 0.997, respectively. The limit of detection and limit of quantification of GHB were 10 ng · mL⁻¹ and 25 ng · mL⁻¹, respectively. The limit of detection and limit of quantification of GBL

* 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金(2017JB030)

** 通信作者: E-mail: sunny1343@126.com

were $5 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ and $15 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$, respectively. The accuracies were 93% - 110%, and the relative standard deviations (RSDs) were less than 3.1% ($n=6$). Conclusion: The method was simple, rapid, accurate and sensitive, and can meet the requirement for the determination of GHB and GBL in most of beverages. After actual case sample verification, qualitative and quantitative results are consistent with the confession of the criminal suspect, and is significant for judicial practice.

Keywords γ -hydroxybutyric acid; γ -butyrolactone; making wow drinks; making wow Gui; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

γ -羟基丁酸(Gamma-Hydroxybutanoic acid), 简称 GHB, 是一种具有抑制作用的精神活性物质, 滥用会造成暂时性记忆丧失、恶心、呕吐、头痛、反射作用丧失, 甚至很快失去意识、昏迷及死亡, 与酒精并用会更加剧其危险性。我国于 2001 年 5 月将 GHB 列为二类精神药物进行管理, 2007 年又将其列入一类精神药物进行管制。 γ -丁内酯又称 1,4-丁内酯(1,4-Butyrolactone), 简称 GBL, 是一种用途广泛的中间体, 也是 GHB 的前体物质。GHB 和 GBL 的结构式见图 1。GBL 在酶催化作用下或提高 pH 情况下, 可以很快转化为 GHB^[1-2]。在含醇的溶液中, GBL 会转化成 GHB 相应的醇酯, 酯再水解又转化成 GHB^[3]。由于 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯会相互转化, 因此很有必要同时检测饮料中的 GHB 和 GBL。目前并没有同时检测食品中 GHB 和 GBL 的国家标准, 只有一个公共安全行业标准 GA/TI074-2013《生物样品中 γ -羟基丁酸的气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱检验方法》^[4], 但该标准的检测对象为生物样品(尿液、血液、组织和毛发), 且检测物质仅是 GHB, 所以建立一种适用司法实践的、能同时检测饮料中的 GHB 和 GBL 的方法, 有着非常重要的意义。

目前 GHB 含量的测定方法有很多种, 如化学显色法、气相色谱法、气质联用法、毛细管电泳法、液相色谱法、液质联用法等^[5-28]。其中液质联用法由于样品制备简单, 无需衍生化, 灵敏度高, 而且能同时定量 2 种化合物, 是本研究选用的定量方法。2017 年, 有不法分子在标注为 γ -氨基丁酸的网红饮料“咔哇潮饮”和“咔哇沕”中非法添加 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯, 经贵州和广州两地的公安部门联合侦办, 成功捣毁两个生产厂家, 缴获大批该类饮料。本方法在前人研究的基础上以真实案例的样品为研究对象, 建立了饮料中 GHB 和 GBL 同时检测的 UPLC-MS/MS 分析方法, 重点考察了样品前处理方法、色谱分离条件、GBL 的水解程度等相关影响因素。由于实际样品中 GBL 和 GHB 浓度均较

高, 达到了每毫升毫克级别, 以往研究中采用样品直接进样的方式在实际案件样品分析中不可行, 因此本研究中采用稀释样品的前处理方法, 同时选用 0.1% 甲酸水溶液和甲醇作为流动相, 进行梯度洗脱, 大大提高了方法的稳定性和分离效果。本方法操作简单, 分析时间短, 灵敏度高, 重复性和稳定性良好, 是一种实际侦查和鉴定工作中方便、可靠的检测手段。

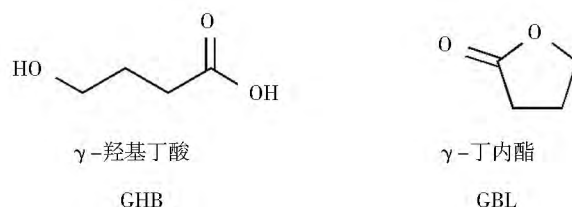


图 1 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的化学结构图

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Waters UPLC Xevo TQ-S 超高效液相色谱-三重四级杆质谱联用仪(美国 Waters 公司)。 γ -羟基丁酸钠标准物质(纯度大于 98%, 美国 MedChemExpress 公司)。 γ -丁内酯对照品(上海梯希爱化工公司, 纯度大于 99%, $SG=1.13$)。甲醇(色谱纯, 默克公司), 乙腈(色谱纯, 默克公司), 甲酸(质谱纯, Fisher 公司) 纯水由美国 Millipore 纯水仪制备。两个种类共 8 个批次样品均来源于案件缴获, 空白基质样品来源于当地酒吧暂扣样品, 红茶、含乳饮料、可口可乐、魔爪饮料、矿泉水、橙汁饮料均来源于当地市场购买。

1.2 γ -丁内酯和 γ -羟基丁酸钠标准储备液的配制

1.2.1 γ -丁内酯标准储备液: 准确移取 10 μL γ -丁内酯对照品于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 配制成浓度为 $1.13 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准储备液, 静置待用。

1.2.2 γ -羟基丁酸钠标准储备液:精密称取 γ -羟基丁酸钠 10.0 mg 于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成浓度为 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准储备液,静置待用。

1.3 样品预处理

1.3.1 含乳饮品(娃哈哈营养快线饮品) 用移液器准确移取混匀后的样品 1.0 mL 至 10 mL 离心管中,加入 4 mL 乙腈混匀后离心,取上清液 50 μL 置 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,再取 1.0 mL 过 0.22 μm 滤膜,置于进样瓶中,待检。

1.3.2 果汁饮品(红茶、橙汁、“啪啪潮饮”、“嗨嘞一夏”、“咔哇潮饮”、“咔哇沕”) 取混匀后样品 10 mL,用定量滤纸过滤,再准确移取滤液 1.0 mL 置 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀;再取 100 μL 置于 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,取 1.0 mL 过 0.22 μm 滤膜,置于进样瓶中,待检。

1.3.3 含气体饮品(可口可乐、魔爪、啤酒) 取混匀后样品 10 mL 至离心管中,超声 10 min,去除饮料中的气体,再准确移取液体 1.0 mL 置 10 mL 容量瓶

中,用水定容至刻度,摇匀;再取 100 μL 置于 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,取 1.0 mL 过 0.22 μm 滤膜,置于进样瓶中,待检。

1.4 仪器条件

1.4.1 液相色谱条件 色谱柱:Acquity UPLC HSS T3 色谱柱(100 mm \times 2.1 mm, 1.8 μm);流动相:A 为 0.1% (V/V) 的甲酸水溶液,B 为甲醇;梯度洗脱程序:0-0.5 min,保持 98% A;0.5-1.0 min,98% A-97% A;1.0-3.0 min,97% A-95% A;3.0-3.1 min,95% A-10% A;3.1-4.0 min,保持 10% A;4.0-4.1 min,10% A-98% A;4.1-7.0 min,保持 98% A;流速 0.4 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;样品室温度:10 $^{\circ}\text{C}$;进样量:2 μL 。

1.4.2 质谱条件 离子源:电喷雾离子源(electronic spray ion, ESI);检测方式:多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM);扫描方式:正负离子同时扫描;离子源温度:150 $^{\circ}\text{C}$;脱溶剂气流速:1000 $\text{L} \cdot \text{Hr}^{-1}$;脱溶剂气温度:500 $^{\circ}\text{C}$ 。 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的质谱采集参数见表 1。

表 1 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的 MRM 参数

名称	离子化模式	喷雾电压(kV)	前体离子(m/z)	产物离子(m/z)	锥孔电压(V)	碰撞电压(eV)	保留时间(min)
γ -羟基丁酸	ESI-	2.5	103.0	57.0	30	18	1.56
				85.0*		13	
γ -丁内酯	ESI+	2.5	87.0	43.0	30	8	1.94
				45.0*		10	

注:*代表定量离子

2 结果

2.1 线性范围、检出限和定量限

γ -羟基丁酸按照 0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 配制系列浓度, γ -丁内酯按照 0.0226、0.0565、0.113、0.565、1.13、2.26 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 配制系列浓度。按优化好的分析条件进行测定,外标法定量。以浓度 X ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标,制作标准曲线。 γ -羟基丁酸在 0.1-10.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, γ -丁内酯在 0.0226-2.26 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度范围内具有良好的线性关系。 γ -羟基

丁酸: $Y = 1094.44 X (r^2 = 0.998)$ 、 γ -丁内酯: $Y = 37718.7 X (r^2 = 0.997)$ 。在空白基质样品溶液(Papa 咔哇潮饮饮料)中分别加入低浓度的标准储备液,稀释处理后分析,以 $S/N = 3$ 时作为检出限(limit of detection, LOD), $S/N = 10$ 时作为定量限(limit of quantization, LOQ),可得该方法 γ -羟基丁酸的检出限为 $10 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$,定量限为 $25 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$, γ -丁内酯的检出限为 $5 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$,定量限为 $15 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。结果见表 2。

表 2 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的线性方程、相关系数(r^2)、检出限和定量限

名称	线性方程	r^2	线性范围($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	检出限($\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$)	定量限($\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$)
γ -羟基丁酸	$Y = 1094.44 X$	0.998	0.1-10.0	10	25
γ -丁内酯	$Y = 37718.7 X$	0.997	0.0226-2.26	5	15

2.2 准确度和精密度

配制低、中、高三个浓度的标准溶样,每个水平平行6次实验,考察方法的准确度,以相对标准偏差(relative standard deviation,RSD)考察方法的精密度。 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的准确度均在93%–110%之间,日内RSD小于3.1%,说明该方法有较好的精密度和准确度,具体结果见表3。

2.3 实际样品检测

依照本研究建立的方法,对侦破案件中缴获的2种8个批次样品进行检测,GHB和GBL均为阳性,见图2–3。每个样品平行分析2份取平均值作为最终定量结果,分析结果见表4。

表3 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯的准确度和日内精密度

名称	QC 浓度 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	准确度(%) ($n=6$)	日内 RSD(%) ($n=6$)
γ -羟基丁酸	0.1	106	3.1
	1.0	110	1.0
	10.0	93	1.2
γ -丁内酯	0.0565	101	1.1
	0.226	105	1.0
	2.26	98	1.1

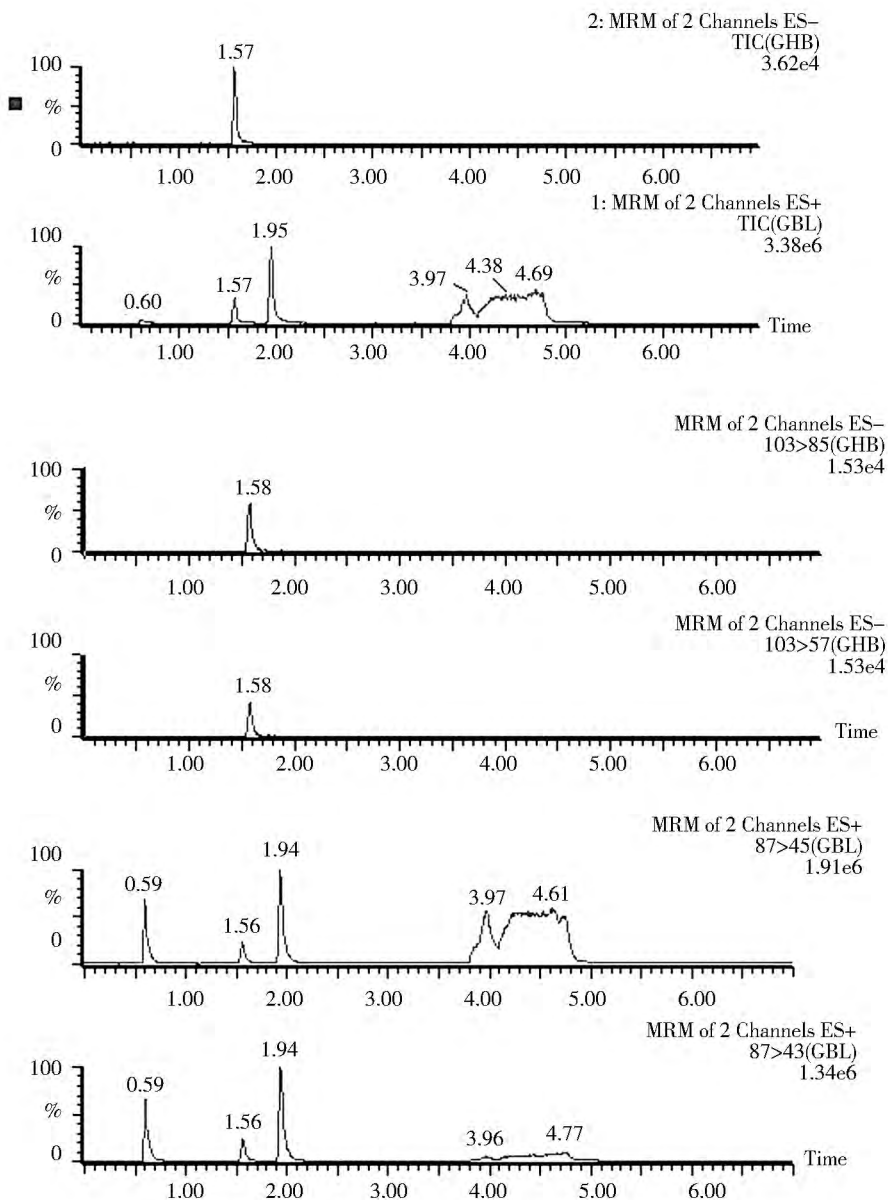


图2 “咔哇潮饮”饮料的总离子流图和MRM质谱图

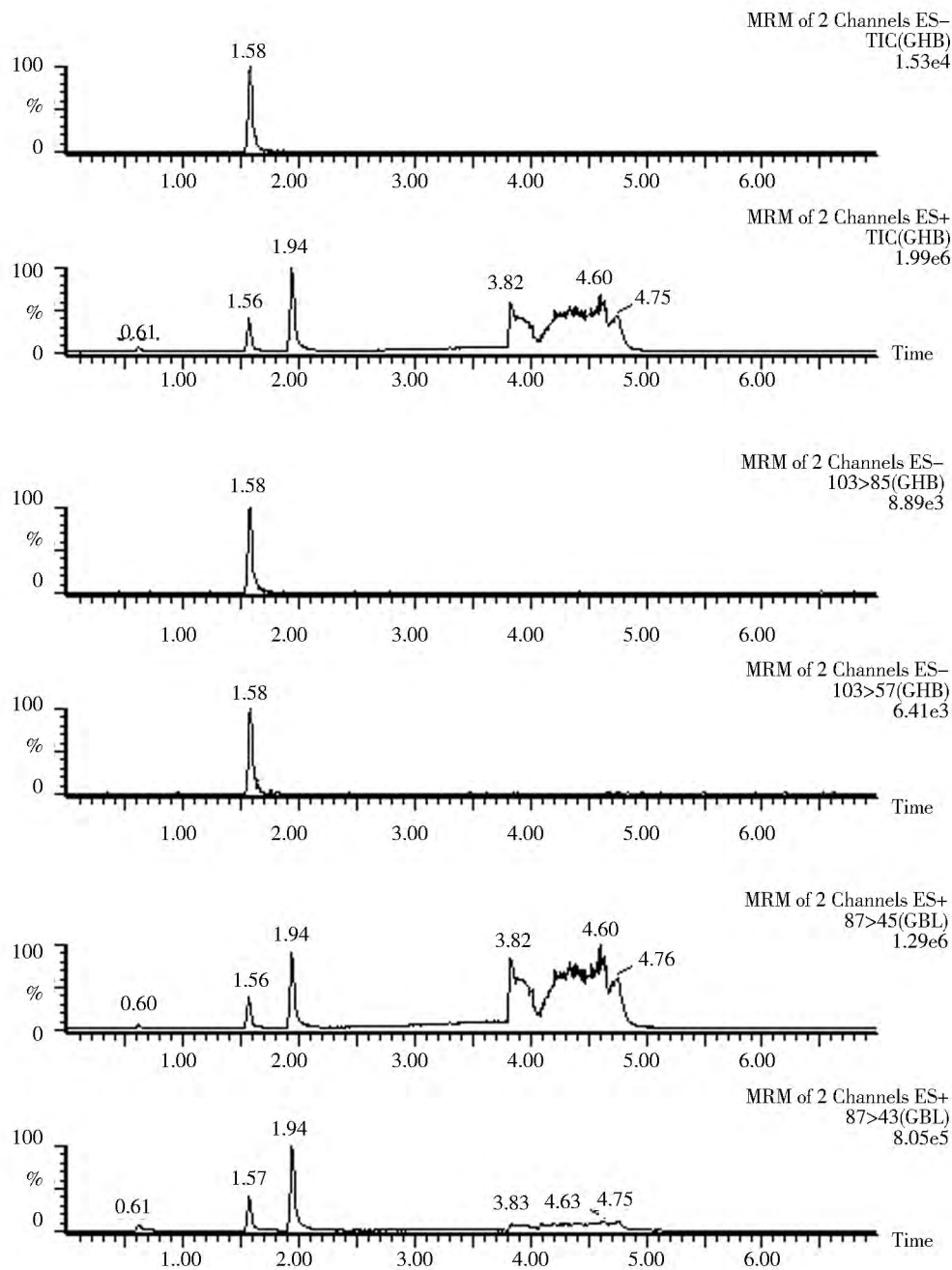


图3 “咔哇沕”饮料的总离子流图和MRM质谱图

表4 “咔哇潮饮”和“咔哇沕”饮料的分析结果

序号	饮料名称	外观包装	生产日期	GHB(mg · mL ⁻¹)	GBL(mg · mL ⁻¹)
1	Shine Bee 咔哇潮饮(起泡型)	红底黑色斜条	2017. 7. 7	0. 25	1. 86
2	Shine Bee 咔哇潮饮(起泡型)	红底黑色斜条	2017. 8. 5	0. 27	1. 74
3	Shine Bee 咔哇潮饮(低糖型)	黄底黑色斜条	2017. 7. 9	0. 29	1. 70
4	Shine Bee 咔哇潮饮(低糖型)	黄底黑色斜条	2017. 8. 3	0. 32	1. 70
5	Shine Bee 咔哇潮饮(低糖型)	黄底黑色斜条	2017. 8. 4	0. 35	1. 68
6	Ga Ba 咔哇沕(激柠型)	红底黑色斑点	2017. 6. 29	0. 45	1. 55
7	Ga Ba 咔哇沕(激柠型)	红底黑色斑点	2017. 8. 8	0. 43	1. 56
8	Ga Ba 咔哇沕(激柠型)	红底黑色斑点	2017. 8. 15	0. 49	1. 53

3 讨论

3.1 实验条件的优化

3.1.1 色谱柱的选择 实验考察了 Acquity UPLC BEH C18 (100 mm × 2.1 mm ,1.7 μm)、Acquity UPLC CSH C18 (100 mm × 2.1 mm ,1.7 μm)、CORTECS UPLC Phenyl (100 mm × 2.1 mm ,1.6 μm) 和 Acquity UPLC HSS T3 (100 mm × 2.1 mm ,1.8 μm) 四种色谱柱对目标物的保留时间、色谱峰形和分离效果的影响。实验发现,目标物在 BEH C18 色谱柱上保留适中,但峰拖尾严重;在 CSH C18 和 CORTECS Phenyl 色谱柱上保留较弱,且峰拖尾,

分离效果一般;在 HSS T3 色谱上柱保留时间、峰形、分离效果都比较好,故选择 Acquity UPLC HSS T3 柱。

3.1.2 流动相的选择 实验考察了甲醇 - 水、甲醇 - 乙酸铵/甲酸水溶液、甲醇 - 甲酸水溶液三个流动相体系对目标物的保留时间、离子响应、色谱峰形和分离效果的影响。实验发现,甲醇 - 甲酸水流动体系最为合适。选用甲醇 - 甲酸水流动体系梯度洗脱时,GBH 的保留时间为 1.56 min,GBL 的保留时间为 1.94 min,且峰型良好,二者完全达到基线分离(图4)。

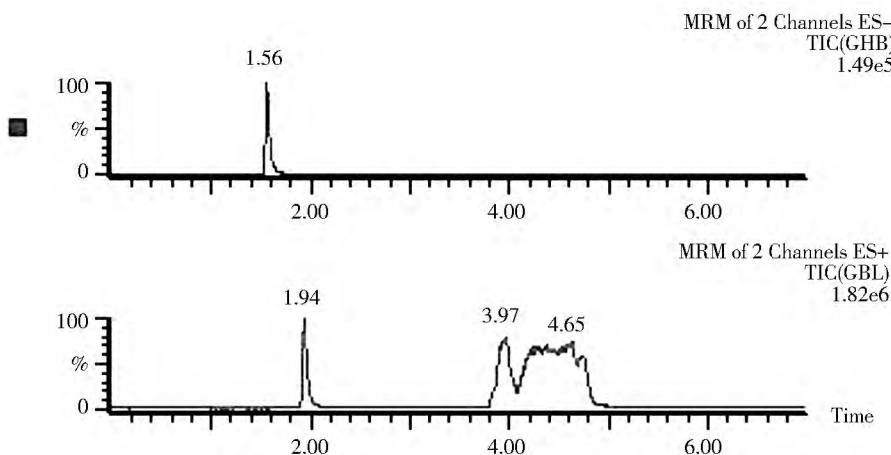


图4 GHB (1 μg/mL) 和 GBL (1.13 μg/mL) 标准溶液的总离子流图

3.1.3 样品处理方法的优化 对含乳饮品中蛋白的沉淀方法,一般来说需要加入甲醇或乙腈沉淀蛋白。故本方法选用了乙腈作为沉淀剂对牛奶饮品进行蛋白沉淀处理。同时考虑到果汁、茶等饮料基质比较复杂,可能存在基质效应。故采用加标的方法考察基质效应的影响,从而对样品前处理方法进行优化。在红茶、娃哈哈营养快线饮品、可口可乐、魔爪功能饮料、橙汁饮料、啤酒、“咻咻潮饮”、“嗨嘞一夏”等8种样品中分别添加 γ - 羟基丁酸和 γ - 丁内酯 0.5、1、2 μg · mL⁻¹ 三个浓度水平,分别按照前述的预处理方法进行处理,以超纯水作为无基质对照样品,计算基质效应。计算公式: 基质效应 = ((基质

样品的峰面积/无基质样品的峰面积) - 1) × 100% ,结果见表5。通过结果可知,使用超纯水对样品进行稀释处理后,8种样品的基质效应均在 92% - 101% 之间,回收率在 98% - 110% 之间,表明基质效应在可接受范围内。因此,在实际样品检测时,可忽略基质效应,可直接使用标准品配制的工作曲线进行定量分析。

3.1.4 γ - 丁内酯水解考察 用超纯水稀释 γ - 丁内酯对照品,配制成 0.056、0.565、1.13 μg · mL⁻¹ 三个浓度,于 1、2、8、16、24 个小时各检测一次,考察 24 h 内 γ - 丁内酯的水解情况。实验表明,24 h 内 γ - 丁内酯在超纯水中稳定存在,结果见图5。

表 5 8 种饮料的基质效应

名称	基质效应% (n=6)			回收率% (n=6)		
	0.5 μg · mL ⁻¹	1 μg · mL ⁻¹	2 μg · mL ⁻¹	0.5 μg · mL ⁻¹	1 μg · mL ⁻¹	2 μg · mL ⁻¹
红茶	98	99	101	101	99	102
娃哈哈营养快线	101	100	99	104	101	99
可口可乐	95	98	97	104	105	104
魔爪功能饮料	94	97	97	105	107	101
橙汁饮料	92	95	99	107	110	102
啪啪潮饮	109	103	99	107	101	99
嗨嘞一夏	101	96	98	99	98	105
啤酒	96	96	101	104	99	101

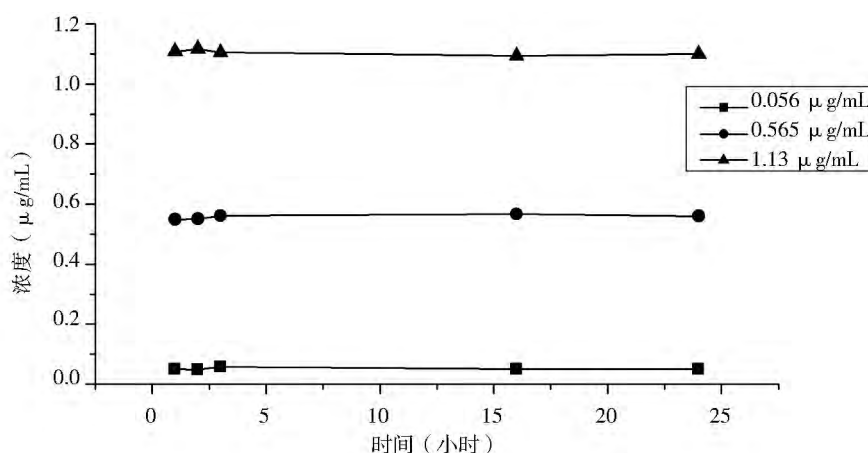


图 5 γ-丁内酯在超纯水中的稳定性

3.2 小结

本文在前人研究的基础上以真实案例的样品为研究对象,建立了饮料中 GHB 和 GBL 同时检测的 UPLC-MS/MS 分析方法,重点考察了样品前处理

方法、色谱分离条件、GBL 的水解程度等相关影响因素。本方法操作简单,分析时间短,灵敏度高,重复性和稳定性良好,是一种在实际侦查和鉴定工作中方便、可靠的检测手段。

4 参考文献

- [1] Ciolino LA, Mesmer MZ, Satzger RD, et al. The chemical interconversion of GHB and GBL: Forensic issues and implications [J]. JFS, 2001, 46(6): 1315-1323.
- [2] Madah-Amiri D, Myrnel L, Brattebø G. Intoxication with GHB/GBL: Characteristics and trends from ambulance-attended overdoses [J]. Scand J Trauma Resusc Emerg Med, 2017, 25(1): 98-103.
- [3] Elliott S, Burgess V. The presence of gamma-hydroxybutyric acid (GHB) and gamma-butyrolactone (GBL) in alcoholic and non-alcoholic beverages [J]. Forens Sci Int, 2005, 151(2): 289-292.
- [4] 中华人民共和国公安部. GA/T 1074-2013 生物样品中 γ-羟基丁酸的气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱检验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- [5] Nd AW, Ng K. Rapid colorimetric screening test for gammahydroxybutyric acid (liquid X) in human urine [J]. Forensic Sci Int, 2002, 126(2): 114-117.
- [6] 张绍雨, 黄增萍. 化学显色法快速筛选饮料及尿液中 γ-羟基丁酸和 γ-丁内酯[J]. 法医学杂志, 2006, 8: 424-427.
- [7] 王蔚昕, 黄星, 廉哲. 液体检材中 γ-羟基丁酸的 Smith 颜色反应快速检测方法[J]. 化学工程师, 2016, 30(1): 21-23.
- [8] 张绍雨, 林云珠, 柯洪伟, 等. GC-MS 法测定尿中 γ-羟基丁酸[J]. 分析仪器, 2005, 2: 24-27.

- [9] 刘伟,沈敏,向平等. 饮料中 γ -羟基丁酸的分析[J]. 法医学杂志,2007,2: 120-122.
- [10] 孟品佳. γ -羟基丁酸的五氟卞基溴衍生化气相色谱/质谱分析[J]. 分析化学,2008,1: 61-65.
- [11] 王蔚昕,张瑞瑛,黄星. 液体检材中 γ -羟基丁酸衍生化GC/MS定性分析方法的优化[J]. 化学工程师,2015,5: 35-38.
- [12] 刘缙,杨洪国,蔡红新等. 气质联用法快速分析“咔哇潮饮”中 γ -羟基丁酸[J]. 中国法医学杂志,2018,33(3): 291-293.
- [13] 曾文权. 气相色谱-质谱联用法检测饮料中 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯[J]. 科技风,2018,6: 60.
- [14] Zacharis CK, Raikos N, Giouvalakis N, et al. A new method for the HPLC determination of gamma-hydroxybutyric acid (GHB) following derivatization with a coumarin analogue and fluorescence detection: application in the analysis of biological fluids [J]. Talanta, 2008, 75(2): 356-361.
- [15] 陈学国,马生祥,马玄中等. 衍生化-液相色谱-紫外检测联用测定尿中 γ -羟基丁酸[J]. 福建分析测试,2014,2: 20-22.
- [16] 潘爱华,盖连磊,马贤慧. 毛细管电泳高频电导法检测饮料中 γ -羟基丁酸[J]. 中国法医学杂志,2010,2: 91-93.
- [17] 孟品佳,尤啟忠. 离子迁移质谱(IMS)检测 γ -羟基丁酸(GHB) [J]. 中国人民公安大学学报(自然科学版),2007,4: 5-7.
- [18] Stout PA, Simons KD, Kerrigan S. Quantitative analysis of gamma-hydroxybutyrate at endogenous concentrations in hair using liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Forensic Sci, 2010, 55(2): 531-537.
- [19] Dahl SR, Olsen KM, Strand DH. Determination of γ -hydroxybutyrate (GHB), β -hydroxybutyrate (BHB), pregabalin, 1,4-butane-diol (1,4BD) and γ -butyrolactone (GBL) in whole blood and urine samples by UPLC-MSMS [J]. J Chromatogr B, 2012, 885-886(1): 37-42.
- [20] Dziadosz M, Weller JP, Klintschar M, et al. Adduct supported analysis of γ -hydroxybutyrate in human serum with LC-MS/MS [J]. Anal Bioanal Chem, 2013, 405(20): 6595-6597.
- [21] 陈学国,马生祥,马玄中等. 液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用测定尿中 γ -羟基丁酸[J]. 广东化工,2013,5: 17-18.
- [22] 施妍,崔小培,向平等. 尿液中 γ -羟基丁酸及其前体物质的检测和应用[J]. 法医学杂志,2015,31(3): 200-203.
- [23] 张浩杰,王蔚昕,夏学明等. 超高效液相色谱-质谱联用法测定饮料中 γ -羟基丁酸及其前体物质 γ -丁内酯和1,4-丁二醇[J]. 分析实验室,2015,34(1): 72-76.
- [24] Tittarelli R, Pichini S, Pedersen DS, et al. Ultra-high-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry determination of GHB, GHB-glucuronide in plasma and cerebrospinal fluid of narcoleptic patients under sodium oxybate treatment [J]. Forensic Sci Int, 2017, 274: 70.
- [25] 刘佳蓉,黄忠平,刘会君等. 实时直接分析-质谱法快速检测饮料和尿液中的 γ -羟基丁酸[J]. 分析化学,2018,46(5): 698-703.
- [26] 龚蕾,韩智,刘杰等. 超高效液相色谱串联质谱法同时测定饮料中 γ -羟基丁酸及其前体物质[J]. 食品与发酵工业,2018,44(9): 262-269.
- [27] 刘嘉飞,王立亚,曾雪芳等. 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法测定饮料中的 γ -羟基丁酸和 γ -丁内酯[J]. 食品安全质量检测学报,2018,9(12): 2970-2974.
- [28] 金绍明,宁霄,曹进. 超高效液相色谱-串联质谱法测定4种饮料中 γ -羟基丁酸及其2种相关物质[J]. 食品安全质量检测学报,2018,9(19): 5202-5207.

收稿日期:2019-02-26

修回日期:2019-03-20