

液质联用法测定水产品中孔雀石绿和 隐色孔雀石绿残留量

王蓓蓓*, 李尔春, 卫星华, 李 敏, 张亚锋

(西安市食品药品检验所, 西安 710054)

摘 要: **目的** 建立一种高效液相色谱法-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)测定水产品中孔雀石绿和隐色孔雀石绿残留量的分析方法。**方法** 分析采用 Shiseido C₁₈ 色谱柱(2.0 mm×150 mm, 5 μm), 流动相 A 为乙腈, 流动相 B 为 5 mmol/L 乙酸铵(pH=4.5), 流动相比例 A:B=75:25(V:V), 等度洗脱。流速: 0.2 mL/min, 柱温: 35 °C, 采用电喷雾离子源正离子扫描(electron spray ionization, ESI⁺), 多反应监测模式对样品进行检测(multiple reaction monitoring, MRM)。**结果** 孔雀石绿在 1.152~23.04 ng/mL 浓度范围内线性良好, 相关系数 r 为 0.999; 隐色孔雀石绿在 1.216~24.32 ng/mL 浓度范围内线性良好, 相关系数 r 为 0.999。本方法回收率范围在 89.1%~105.7%, 精密密度在 2.9%~3.9%。检出限为 0.2 μg/kg。**结论** 该方法前处理简单快捷, 灵敏度高, 检测成本降低, 结果准确可靠, 可适用于水产品中孔雀石绿和隐色孔雀石绿的测定。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; 水产品; 孔雀石绿; 隐性孔雀石绿

Determination of malachite green and leucomalachite green residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Bei-Bei*, LI Er-Chun, WEI Xing-Hua, LI Min, ZHANG Ya-Feng

(Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of malachite green and leucomalachite green residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** Shiseido C₁₈ column(2.0 mm×150 mm, 5 μm) was used for analysis. Isocratic elution was performed with acetonitrile as mobile phase A, 5 mmol/L ammonium acetate (pH=4.5) as mobile phase B, mobile phase A:B=75:25(V:V), and mobile phase flow rate was 0.2 mL/min, column temperature was 35 °C. The samples were detected by electron spray ionization(ESI⁺) and multiple reaction monitoring (MRM). **Results** The relationship between logarithmic peak area and logarithmic of malachite green concentration showed good linear over the range of 1.152~23.04 ng/mL, with a correlation coefficient (r) of 0.999. The relationship between logarithmic peak area and logarithmic of leucomalachite green concentration showed good linear over the range of 1.216~24.32 ng/mL, with a correlation coefficient (r) of 0.999. The average recoveries of the method were between 89.1%~105.7%, and the precision was between 2.9%~3.9%. The detection limit was 0.5 μg/kg. **Conclusion** This method is simple sampling

*通讯作者: 王蓓蓓, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全分析检测。E-mail: 309282133@qq.com

*Corresponding author: WANG Bei-Bei, Master, Engineer, Xi'an Institute for Food and Drug Control, No.26, Yanta Road, Xi'an 710054, China. E-mail: 309282133@qq.com

preparation, rapid, sensitive, low detection cost and accurate, which is effective and suitable for the detection of MG and LMG in aquatic products.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; aquatic products; malachite green; leucomalachite green

1 引言

孔雀石绿(malachite green, MG)又名孔雀绿、碱基绿,是一种三苯甲烷类绿色染料,也是杀菌剂,曾被用来预防和治理鱼类或鱼卵的寄生虫、真菌或细菌感染,但其具有极大的危害性,具有致癌、致突变和致畸的作用^[1,2],且孔雀石绿在鱼类等生物体内可迅速代谢为隐色孔雀石绿(leucomalachite green, LMG),其毒性更大^[3]。经研究表明长期食用含有孔雀石绿和隐色孔雀石绿的水产品,很容易引起心脏、肝、肾、眼睛等脏器和组织慢性中毒^[4]。

鉴于此,美国、欧盟、日本等多国已禁止孔雀石绿及其代谢产物在水产养殖中使用^[5,6],我国也于 2002 年将孔雀石绿列入了《食品动物禁用的兽药及其化合物清单》(农业部公告 193 号)^[7]。但由于孔雀石绿在治疗鱼类水霉病中效果显著,且价格低廉,使得其在水产养殖中屡禁不止。

目前检测水产中孔雀石绿和隐色孔雀石绿的方法主要包括:高效液相色谱法^[8,9]、液相色谱-质谱联用法^[10-13]、胶体金免疫层析法^[14]、酶联免疫法^[15]、高效液相色谱荧光检测法、毛细管电泳法^[16]等。目前检测 MG 和 LMG 的国标方法有 GB/T 19857-2005《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定》^[17]和 GB/T 20361-2006《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定 高效液相色谱荧光检测法》^[18]。由于高效液相色谱法的检出限较高,当样品含量较低时只靠保留时间定性,有很大的局限性。所以本研究选择高效液相色谱-质谱方法检测,但 GB/T 19857-2005 该方法前处理步骤多、过程繁琐、检测成本高、耗时长。本研究主要是对 GB/T 19857-2005 前处理方法进行优化,并进行方法学验证,建立一种高效液相色谱法-串联质谱法测定水产品中孔雀石绿和隐色孔雀石绿残留量的方法。以期实验室大批量检测提供一种快速、准确的检测方法和技术支持。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Agilent 1200/6410B 液相色谱质谱联用仪(美国 Agilent 公司); ME204E 分析天平(瑞士梅特勒-多利多仪器有限公司); iswix MV 多管涡旋混合器(美国 neuation technologies 公司); HC-3018 高速离心机(安徽中科中佳科学仪器有限公司); KQ-700VDB 型双频数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); Milli-Q 型纯水机(密理博中国有限公司); N-EVAP11250 氮吹仪(美国 ORGANOMATION 公司); R215

旋转蒸发仪[步琦实验室设备贸易(上海)有限公司]。

孔雀石绿标准品(纯度 100%, 加拿大 TRC 公司); 隐色孔雀石绿标准品(纯度 99.63%, 德国 Dr.Ehrenstorfer 公司); 同位素内标氘代孔雀石绿((leucomalachite green-D5, MG-D5, 纯度 99.7%, 德国 WITEGA 公司); 同位素内标氘代隐色孔雀石绿(leucomalachite green-D6, LMG-D6, 纯度 100%, 德国 WITEGA 公司); 0.22 微孔滤膜(天津市津腾实验设备有限公司)。

乙腈、乙酸铵(色谱纯, 德国 Merck 公司); 冰醋酸(分析纯, 德国 Merck 公司); 中性氧化铝柱; 实验用水为超纯水。

实验所用罗非鱼、鲈鱼、鲫鱼、草鱼、金鲳鱼来源于西安市辖区及周边监督抽检样品。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

精密称取孔雀石绿、隐色孔雀石绿标准品 10 mg 于 10 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并定容至刻度,摇匀,作为混合标准储备溶液和内标标准储备溶液。分别精密称取上述混合标准储备溶液适量于 50 mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度作为混合标准中间液;精密吸取上述标准中间液和内标标准溶液适量,用空白基质溶液定容并稀释一系列工作溶液。

孔雀石绿不稳定,在样品处理过程中会代谢为 LMG,文献表明加入还原能力更强大的物质能有效防止这种情况发生^[19]。为了更准确的定量,本实验使用同位素内标物质来提高检测的准确性。精密称取氘代隐色孔雀石绿、氘代孔雀石绿 10 mg 于 10 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并定容至刻度,摇匀备用。确定每毫升混合标准工作溶液含有内标各 2 ng。

2.2.2 样品处理

(1)样品制备

监督抽检 30 批次 5 个品种的淡水鱼,取可食用部分鱼肉均质成肉糜状,冷冻保存,备用。

(2)样品的提取、净化

优化前样品处理方法按照 GB/T 19857-2005 中鲜活水产品的提取和净化步骤进行。

本方法:精密称取样品 5 g(精确至 0.01 g)于 15 mL 具塞刻度离心管中,加入 200 μ L, 100 ng/mL 混合内标标准溶液,加 8 mL 乙腈溶解,摇匀,盖上离心管盖,1800 r/min 涡旋振荡提取 10 min,再用乙腈定容至 10 mL,于 8000 r/min

高速离心 5 min, 取上清液过 0.22 μm 有机系滤膜, 取滤液用于测定。

2.2.3 液相色谱条件

shiseido 色谱柱: (2.0 mm \times 150 mm, 5 μm), 流动相 A 为乙腈, 流动相 B 为 5 mmol/L 乙酸铵(pH=4.5), 流动相比例 A:B=75:25(V:V)等度洗脱。流速: 0.2 mL/min, 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$, 进样量: 2 μL 。

2.2.4 质谱条件

电喷雾离子源正离子扫描(electrospray ion source positive ion⁺, EIS⁺), 雾化气温度: 350 $^{\circ}\text{C}$, 雾化气流速 12 L/min, 毛细管电压: 4000 V, 检测方式: 多反应检测(multiple reaction monitoring, MRM)。离子参数详见表 1。

3 结果与分析

3.1 标准工作曲线绘制及线性

基质效应是样品中一种或者多种成分对目标分析物检测结果的影响。基质组分能明显降低或增强目标分析物离子的生成速率与离子强度, 从而严重影响测定结果的准确性。特别在质谱分析中, 基质效应是非常普遍。

本研究在同一浓度水平下, 采用流动相和基质空白分别配制标准溶液, 并分别对 LG 和 LMG 的响应峰面积对比, 结果发现空白基质对 LMG 响应峰面积有较大抑制作用。所以采用空白基质溶液配制标准曲线。

本实验精密移取 MG 和 LMG 标准储备液用空白基质稀释为以下浓度: MG: 1.152、5.760、9.216、11.52、17.28、23.04 ng/mL; LMG: 1.216、6.08、9.728、12.16、18.24、24.32 ng/mL, 按照 2.2.3、2.2.4、2.2.1 和 2.2.2 进行测定, 绘制标准曲线, 线性回归方程及相关系数见表 1。

3.2 检出限与定量限

MG 和 LMG 标准品色谱图如图 1 所示, MG、MG-D5 保留时间(retention time, RT)分别为 2.672 min 和 2.667 min, LMG、LMG-D6 保留时间 RT 分别为 4.100 min 和 3.858 min。按照优化后方法处理样品, 以信噪比(S/N)为 3:1 或 2:1 时相应浓度或注入仪器的量确定检出限, 以信噪比(S/N)为 10:1 时相应浓度或注入仪器的量确定定量限。

经过计算本方法检出限为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限为 0.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。比标准方法检出限(0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)提高一倍多, 说明本方法有较高的灵敏度。

3.3 精密度实验

在标曲浓度规定的范围内, 取同一浓度的标准品, 用至少测定 6 份的结果进行评价。精密吸取相应标准品溶液 2 μL , 连续进样 6 次, 记录色谱峰保留时间和峰面积, 计算各自相对标准偏差(relative standard deviation, RSD), 结果峰面积的 RSD 为 2.91%, 保留时间的 RSD 为 0.64%。RSD 值均小于 3%, 说明精密度良好, 结果见表 3。

表 1 质谱参数表

Table 1 Mass spectrum parameter table

序号	名称	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能量/V	裂解电压/V
1	孔雀石绿	2.672	329.0	313.0*	40	135
				208.0	40	135
2	隐色孔雀石绿	4.100	331.0	316.0*	20	145
				239.0	30	135
3	氟代孔雀石绿	2.667	334.0	318.0	40	165
4	氟代隐色孔雀石绿	3.858	337.0	322.0	20	135

注: *为定量离子。

表 2 线性回归方程以及相关系数

Table 2 regression equations and correlation coefficients

化合物	回归方程	相关系数
MG	$Y=3.0703X-0.4709$	0.9989
LMG	$Y=3.1646X-1.8815$	0.9996

3.4 质控实验

对鱼肉粉质控样品先进行加水复原(按 1 份样品加 3 份蒸馏水复原)为肉糜状态, 按照 2.2.2 (2)方法分别处理样品, 再按照 2.2.3、2.2.4 进行测定。样品的测试采用“Z-比分数”评价, Z-比分数计算公式 $Z=x-X/\sigma$, $|Z|\leq 2$, 测试结果满意, 结果见表 4。

表 3 精密度的实验结果(n=6)

Table 3 Precision of the experimental results (n=6)

编号	峰面积	保留时间/min
1	207773	2.849
2	211858	2.859
3	206910	2.869
4	207781	2.884
5	199109	2.886
6	196228	2.898
平均值/min	204943.2	2.874
相对标准品偏差(RSD)/%	2.91	0.64

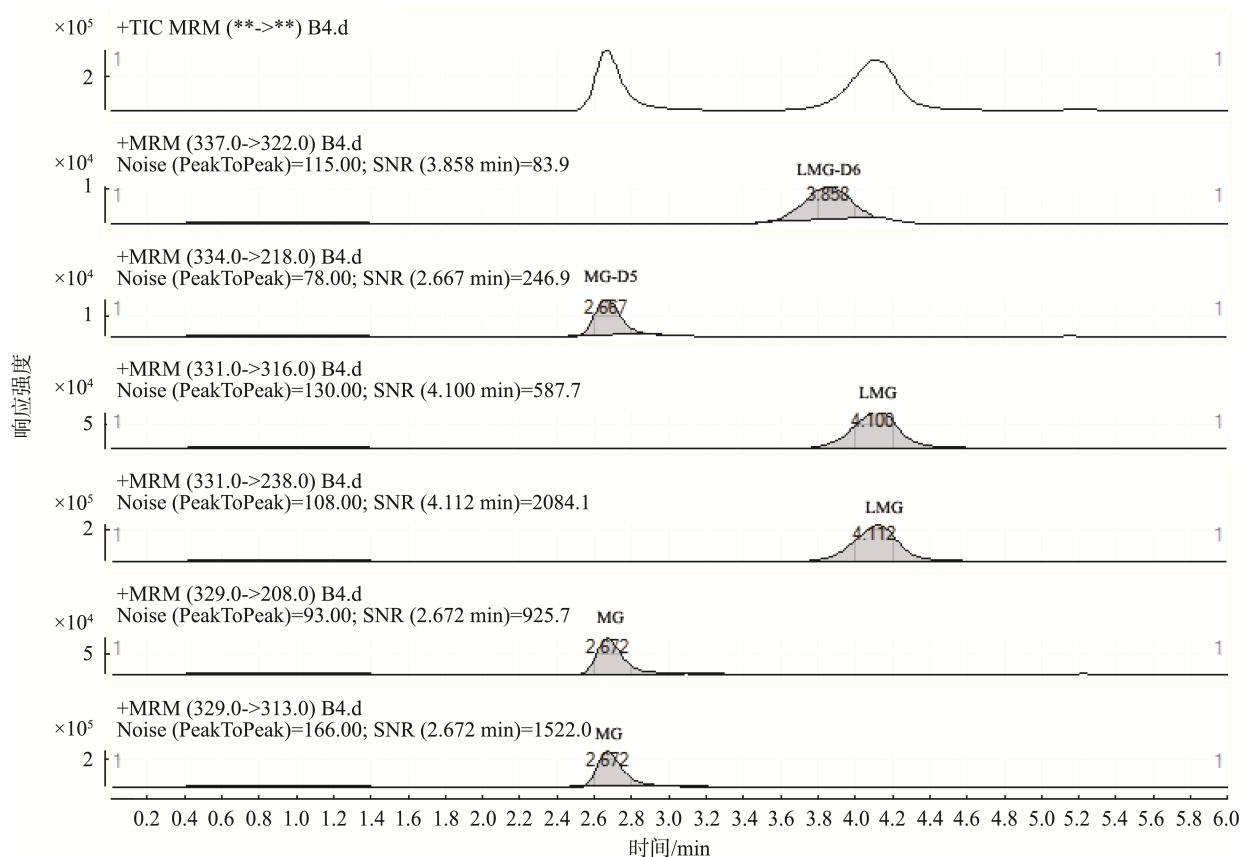


图 1 MG 和 LMG 的离子流色谱图

Fig.1 The chromatography of quantitative ions of MG and LMG

表 4 2 种方法测定质控样品结果

Table 4 Two kinds of different method to determine the result of quality control sample

	测得浓度/(ng/mL)	结果/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均值 \bar{x} /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	指定值 X /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	标准差 σ /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Z 值
	MG	LMG				
国标方法	4.2201	11.9931	121.9			
	4.0044	11.5793	117.2			0.51(满意)
	4.3433	11.6543	120.3			
本方法	3.9997	9.6655	102.7	154.0	67.5	
	4.1604	10.1184	107.4			0.73(满意)
	4.2355	9.6210	104.2			

注: 指定值和标准差均由质控样品证书提供, 其中孔雀石绿是以孔雀石绿和隐色孔雀石绿之和计。

3.5 加标回收实验及精密度

向已知阴性的鲈鱼样品中添加 2 个不同水平浓度 MG、LMG 标准溶液, 加标浓度见表 5, 按照 2.2.2(2)方法分别处理样品, 按照 2.2.3、2.2.4 进行测定, 结果见表 5。

3.6 样品测定

取已均质的淡水鱼样品(罗非鱼、鲈鱼、鲫鱼、草鱼、金鲳鱼)各 6 批次, 按照本方法进行前处理并上机测定, 有一批次检出 LMG, 其余均未检出 MG 和 LMG。回收率和质控样品测定结果均符合 GB 27404-2008《实验室质量控

制规范食品理化检测标准》^[20]规定。

3.7 本方法的优势

目前检测孔雀石绿及其代谢产物的国标方法有 GB/T 19857-2005 和 GB/T 20361-2006, 其中 GB/T 19857-2005 前处理步骤繁多、冗长, 费时费力, 且检测过程中使用大量的有毒试剂等缺点^[21]; 本方对前处理方法优化, 样品直接用乙腈振荡提取, 高速离心去上清液上机, 省时省力, 且可以达到较高的回收率和很好的重现性和精密度。通过方法学验证, 完全满足实验室检测的要求。

表 5 样品中孔雀石绿和隐色孔雀石绿的加标回收率和精密度
Table 5 Spiked recoveries and precisions of malachite green and leuco malachite green in samples

	测得浓度/(ng/mL)		加标浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)		回收率/%		精密度/%		平均回收率/%	
	MG	LMG	MG	LMG	MG	LMG	MG	LMG	MG	LMG
国标方法	4.8948	7.6662			85.0	109.6				
	4.9991	7.2363	11.52	12.16	86.8	102.5				
	4.6727	7.1257			81.1	100.7	3.8	4.4	85.8	102.7
	10.7038	11.7765			90.9	96.8				
	10.2489	12.8509	23.04	24.32	87.0	105.7				
	8.9253	12.2252			84.2	100.5				
	5.5604	6.1511			96.5	101.2				
	5.2485	6.2363	11.52	12.16	91.1	102.6				
本方法	5.1294	6.9452			89.1	97.8	2.9	3.9	93.0	100.8
	10.2714	12.8510			89.1	105.7				
	11.1248	12.1135	23.04	24.32	96.6	99.6				
	10.9825	11.9628			95.3	98.4				

注: 结果以孔雀石绿和隐色孔雀石绿之和计。

3.8 方法比较结果

根据上述实验结果可知, 本方法测定的 MG、LMG 的回收率在 89.1%~105.7%, 相对标准偏差在 2.9%~3.9%, 质控样品的检测结果 104.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$, Z 值为 0.73, 检出限为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。标准方法测定的 MG、LMG 的回收率在 81.1%~109.6%, 相对标准偏差在 3.8%~4.4%, 质控样品的检测结果 119.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$, Z 值为 0.51, 检出限为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。优化后的提取方法的回收率和质控样品结果可以达到与标准方法相当的结果, 且具有较低的检出限, 更高灵敏度。

4 结 论

本研究建立的 HPLC-MS/MS 方法测定水产品中的 MG 和 LMG 残留量。样品中的 MG 和 LMG 直接用乙腈振荡提取, 离心取上清液上机, 与国标方法(GB/T 19857-2005)相比, 具有前处理步骤简单, 检测速度快, 检测成本低的优点, 且本方法回收率稳定, 精密度良好, 检出限低。同时通过实验室的反复验证, 检测结果准确、可靠、灵敏度高。所以本研究建立的 HPLC-MS/MS 检测方法, 可应用于水产品中孔雀石绿和隐色孔雀石绿的定性、定量检测, 为实验室大批量监督检测提供了简单、快捷、准确的方法。

参考文献

[1] Meyer FP, Jorgensen TA. Teratological and other effects of malachite green on the development of rainbow trout and rabbits [J]. *Trans Am Fish Soc*, 1983, 112(6): 818-824.

[2] Doerger R. Mechanism for inhibition of thyroid peroxi-dase by leucomalachite green [J]. *Chem Res Toxicol*, 1998, 11(9): 1098-1104.

[3] Rushing LG, Hansen J. Confirmation of malachite green, gentian violet and their leuco analogs in catfish and trout tissue by high-performance liquid chromatography utilizing electrochemistry with ultraviolet-visible diode array detection and fluorescence detection [J]. *J Chromatogr B*, 1997, 700: 223-231.

[4] Cha CJ, Doerge DR, Cerniglia CE. Biotransformation of malachite green by the fungus *Cunninghamella elegans* [J]. *Appl Environ Microbiol*, 2001, 67(9): 33-35.

[5] 任维美. 孔雀石绿在美国禁用[J]. *国外水产*, 1992, (3): 45.
Ren WM. Malachite green is banned in the United States [J]. *Fore Aqua Prod*, 1992, (3): 45.

[6] Commission of the European Communities. Commission Decision 2002/675/EC: Implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results [Z]. European Commission: Belgium, 2002-08-17.

[7] 中华人民共和国农业部. 农业部 193 号公告 食品动物禁用的兽药及其化合物清单[Z].
Announcement No.193 of ministry of Agriculture of the People's Republic of China. List of veterinary drugs and other compounds prohibited in animal foods [Z].

[8] 杨金兰, 陈培基, 黎智广, 等. 高效液相色谱法测定水产品中孔雀石绿残留量的优化研究[J]. *南方水产*, 2010, 6(4): 43-48.
Yang JL, Chen PJ, Li ZG, et al. Optimization of HPLC determination of malachite green residue in aquatic products [J]. *South Chin Fish Sci*, 2010, 6(4): 43-48.

[9] 施彩仙, 周亚莲, 马秋玲, 等. 高效液相色谱法测定水产品中孔雀石绿及隐色孔雀石绿的残留[J]. *浙江农业科学*, 2008, (6): 774-776.
Shi CX, Zhou YL, Ma QL, et al. Rapid residue determination of malachite

- green and leucomalachite green in aquatic products by HPLC [J]. *J Zhejiang Agric Sci*, 2008, (6): 774–776.
- [10] Valle L, Diaz C, Zanocho AL, *et al.* Determination of the sum of malachite green and leucomalachite green in salmon muscle by liquid chromatography atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2005, 67(1/2): 101–105.
- [11] 王丽敏, 杜雪莉, 赵艳, 等. 超高效液相色谱-串联质谱快速测定水产品中孔雀石绿, 结晶紫及其代谢物残留量[J]. *南方水产*, 2010, 6(4): 32–36.
Wang LM, Du XL, Zhao Y, *et al.* Rapid residue determination of malachite green, crystal violet and their metabolites in aquatic products by UPLC-MS/MS [J]. *South Chin Fish Sci*, 2010, 6(4): 32–36.
- [12] SN/T 1768—2006 水产品中孔雀石绿和结晶紫及其代谢产物的快速测定方法[S].
SN/T 1768—2006 Determination of malachite green, crystal violet and the corresponding leuco compounds in the aquatic products [S].
- [13] 张海琪, 何中央, 郑重莺, 等. 液相色谱-串联质谱法测定水产品中孔雀石绿的残留量[J]. *南方水产*, 2007, 3(6): 14–21.
Zhang HQ, He ZY, Zhang CY, *et al.* High-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for the determination of residue of malachite green in fishery products [J]. *South Chin Fish Sci*, 2007, 3(6): 14–21.
- [14] 黄向荣, 钟松清, 刘志培, 等. 胶体金免疫层析法检测水产品中孔雀石绿前处理方法的优化[J]. *北京农学院学报*, 2015, 30(2): 53–58.
Huang XR, Zhong SQ, Liu ZP, *et al.* Optimization of the sample pretreatment method of detecting malachite green in aquatic products with colloidal gold immunochromatographic assay [J]. *J Beijing Univ Agric*, 2015, 30(2): 53–58.
- [15] 沈丽, 张丽君, 谭攀, 等. 酶联免疫检测试剂盒检测水产品中孔雀石绿的应用研究[J]. *食品工程*, 2012, (2): 58–61.
Shen L, Zhang LJ, Tan P, *et al.* Application on enzyme-linked immunosorbent assay for determination of malachite green in aquatic products [J]. *Food Eng*, 2012, (2): 58–61.
- [16] 黄宝美, 姚程炜, 陈红. 鱼类中孔雀石绿残留量的高效毛细管电泳检测[J]. *应用化学*, 2007, 24(3): 327–330.
Huang BM, Yao CW, Chen H. Determination of malachite green in fisher by capillary electrophoresis combined with conductive detection [J]. *Appl Chem*, 2007, 24(3): 327–330.
- [17] GB/T 19857-2005 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定[S].
GB/T 19857-2005 Determination of malachite green and crystal violet residues in aquatic product [S].
- [18] GB/T 20361-2006 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定 高效液相色谱荧光检测法[S].
GB/T 20361-2006 Determination of malachite green and gentian violet residues in fishery products-High performance liquid chromatography with fluorescence detector [S].
- [19] 江洁, 林洪, 徐杰. 孔雀石绿及无色孔雀石绿的固相萃取性能比较[J]. *理化检验: 化学分册*, 2008, 44(10): 965–967.
Jiang J, Lin H, Xu J. Study of extraction behavior of solid phase extraction materials for malachite green and leucomalachite green [J]. *Phys Test Chem Anal Part B*, 2008, 44(10): 965–967.
- [20] GB/T 27404 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
GB/T 27404 Criterion on quality control of laboratories-chemical testing of food [S].
- [21] 王丽敏, 杜雪莉, 赵艳, 等. 超高效液相色谱-串联质谱快速测定水产品中孔雀石绿、结晶紫及其代谢物残留量[J]. *南方水产*, 2010, 6(4): 32–36.
Wang LM, Du XL, Zhao Y, *et al.* Rapid residue determination of malachite green, crystal violet and their metabolites in aquatic products by UPLC-MS/MS [J]. *South Chin Fish Sci*, 2010, 6(4): 32–36.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



王蓓蓓, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全分析检测。
E-mail: 309282133@qq.com