

高效液相色谱串联质谱法测定水产品中的孔雀石绿和结晶紫

穆小婷¹, 韩文节¹, 欧志鹏¹, 华四妹¹, 陈智标¹, 梁杏仪¹, 陈金辉^{2*}

(1. 清远市农产品质量检验检测中心, 清远 511500; 2. 清远职业技术学院, 清远 511510)

摘要: **目的** 建立高效液相色谱串联质谱法检测水产品中孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫残留量的方法。**方法** 待检水产品经乙腈提取, 中性氧化铝固相萃取柱净化, 0.22 μm 微孔滤膜过滤后用高效液相色谱串联质谱进行检测。**结果** 4种化合物在 0~100.0 ng/mL 浓度范围内线性关系良好, 相关系数大于 0.999, 检出限均可达到 0.25 $\mu\text{g/kg}$, 回收率为 85%~110%, 相对标准偏差均小于 10%。**结论** 本方法使用试剂少、步骤简单, 适用于大批量水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的检测。

关键词: 水产品; 高效液相色谱-串联质谱法; 孔雀石绿; 结晶紫

Determination of malachite green and crystal violet in aquatic products by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

MU Xiao-Ting^{1,2}, HAN Wen-Jie¹, OU Zhi-Peng¹, HUA Si-Mei¹, CHEN Zhi-Biao¹,
LIANG Xing-Yi¹, CHEN Jin-Hui^{2*}

(1. Qingyuan Agricultural Product Quality Inspection and Testing Center, Qingyuan 511500, China;

2. Qingyuan Polytechnic, Qingyuan 511510, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of residual malachite green, Leucomalachite green, crystal violet and cryptocrystalline violet in aquatic products by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Methods** The aquatic products was extracted by acetonitrile, purified by neutral alumina solid phase extraction column, filtered by 0.22 μm microporous membrane and detected by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry. **Results** The linear relationship of the four compounds was good in the concentration range of 0-100.0 ng/mL, and the correlation coefficient was greater than 0.999. The limits of detection were 0.25 $\mu\text{g/kg}$, the recoveries were 85%-110%, and the relative standard deviation was less than 10%. **Conclusion** This method uses few reagents and simple steps, and is suitable for the detection of malachite green and crystal violet residues in large quantities of aquatic products.

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

1 引言

孔雀石绿和结晶紫是人工合成的三苯甲烷类碱性工

业染料, 因其具有消毒性和杀菌性而被广泛用于水产品的养殖过程, 是杀真菌、细菌、寄生虫的药物, 对鱼体水霉病和鱼卵的水霉病有特效^[1-3]。1990年起, 国内外研究者陆

*通讯作者: 陈金辉, 博士, 研究员, 主要研究方向水产养殖与育种。E-mail: jhchenqypt@126.com

*Corresponding author: CHEN Jin-Hui, Ph.D, Professor, Qingyuan Polytechnic, Panlong Garden, Dongcheng Street, Qingcheng District, Qingyuan, 511510, China. E-mail: jhchenqypt@126.com

续研究发现, 孔雀石绿及其代谢物隐色孔雀石绿在水产品和环境中残留时间长, 其化学官能团“三苯甲烷”被确认有高毒、高残留等毒副作用, 在生物体内长期蓄积, 危害食用者身体健康^[4-6]。目前针对孔雀石绿和结晶紫残留检测方法主要有高效液相色谱法、液质联用法等, 国内所用标准主要有 GB/T 19857-2005《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定》^[7]、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》^[8]、SC/T 3021-2004《水产品中孔雀石绿残留量的测定液相色谱法》等^[9]。

GB/T 20361-2006 中使用的高效液相色谱法主要原理是利用乙腈乙酸铵溶液提取、二氯甲烷溶液萃取、旋转蒸发仪浓缩、固相萃取柱净化后经高效液相色谱仪上机检测, 此方法前处理复杂繁琐, 且因过程中用硼氢化钾将孔雀石绿和结晶紫还原为隐色孔雀石绿和隐色结晶紫后再进行上机检测, 所以检测结果只有孔雀石绿和隐色孔雀石绿之和及结晶紫和隐色结晶紫之和, 不能单独检测, 现有 GB/T 19857-2005 液相色谱串联质谱法主要原理是利用乙腈乙酸铵缓冲混合液提取、乙腈再次提取、后将溶液分配到二氯甲烷层经中性氧化铝柱和阳离子固相柱净化后上机检测, 本法检测灵敏度较高, 但同样存在前处理复杂繁琐的问题, 且所用试剂及前处理仪器众多, 前处理成本高, 处理过程对专业检测人员的专业技术要求较高, 检测结果质量很难控制, SC/T 3021-2004 只能针对性检测水产品中的孔雀石绿和隐色孔雀石绿, 对结晶紫和隐色结晶紫未做试验, 另外还有以免疫胶体金快速检测法^[10,11]、悬液芯片法^[12]、酶联免疫法^[13]、表面增强拉曼光谱检测法^[14]等, 此类方法不需要大型仪器辅助检测, 且速度快, 一般 30 min 内即可出结果, 但缺点是定量不准确, 检出限较高, 只能进行初筛, 很难达到国家标准要求指标。鉴于此本研究对水产品中孔雀石绿和结晶紫的检测方法进行了重新改良, 采用高效液相色谱串联质谱法上机检测, 前处理只用一种提取剂, 试剂使用极少, 步骤简单, 大大提高了实验效率, 且前处理提取和进化过程中除了离心机, 不需其他大型仪器, 方便操作, 环境污染少, 适用于实验室水产品的大批量检测, 为大规模检测活动提供方法参考。

2 材料与方法

2.1 主要试剂、仪器和耗材

2.1.1 试剂

乙腈、甲醇(色谱纯, 德国默克公司); 乙酸铵(分析纯, 西陇科学股份有限公司); 甲酸(优级纯, 美国 ACS 恩科化学); 孔雀石绿草酸盐溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)、结晶紫溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)、隐色孔雀石绿溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)、隐色结晶紫溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)、孔雀石绿-D₅(50 $\mu\text{g/mL}$)、隐色孔雀石绿

-D₆(50 $\mu\text{g/mL}$)(农业部环境保护科研监测所)。

2.1.2 仪器及耗材

Waters xero TQ-S micro 液相色谱-质谱联用仪(美国 Waters 公司); YP502 电子天平(500 g/0.01 g, 上海津平科学仪器有限公司); LG10-2.4A 高速离心机(北京医用离心机厂); XW-80A 涡旋混合器(上海精科实业有限公司); KQ-600E 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); MILLI-Qintegral 5 超纯水机(德国默克公司); SPE-24D 固相萃取装置(上海熙扬仪器有限公司); WAT054575 Waters Sep-pak 中性氧化铝固相萃取小柱(1 g/6 mL, 美国 Waters 公司)。

样品(具体包括鲢鱼 3 批次、鲤鱼 4 批次、桂花鱼 3 批次、白鲢鱼 3 批次、草鱼 3 批次、罗氏虾 3 批次、对虾 3 批次)及回收实验用水产品均来自广东省清远市某海鲜市场。

2.2 仪器条件

2.2.1 色谱条件

ACQUITY UPLC®CSHTM C₁₈ 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.7 μm); 流动相(A 流动相为 0.1%的甲酸水溶液(内含乙酸铵浓度为 5 mmol/L)、B 流动相为甲醇); 流速为 0.2 mL/min; 进样量为 3 μL ; 柱温为 40 $^{\circ}\text{C}$; 溶剂梯度(时间 min/A/B): 0.01/90/10; 1.00/10/90; 5.00/10/90; 5.10/90/10; 6.00/90/10。

2.2.2 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(正离子扫描模式); 扫描方式: 多反应监测模式; 碰撞气: 氦气; 雾化气: 氮气; 毛细管电压: 0.35 kV; 源温度: 150 $^{\circ}\text{C}$; 脱溶剂气温度: 350 $^{\circ}\text{C}$; 脱溶剂气流: 1000 L/Hr; 锥孔气流: 30 L/Hr, 驻留时间: 0.028 s。

2.3 样品前处理步骤

2.3.1 样品制备

随机抽取某海鲜市场鱼和虾 22 批次共 7 个品种(鲢鱼 3 批次、鲤鱼 4 批次、桂花鱼 3 批次、白鲢鱼 3 批次、草鱼 3 批次、罗氏虾 3 批次、对虾 3 批次), 鱼肉去头、骨头、内脏, 取肌肉等可食部分, 虾去头、皮、肠腺, 取可食部分, 均质成肉糜状, 冷冻保存, 备用。

2.3.2 样品前处理

称取已均质的待检水产品 5.00 g 于 50 mL 离心管中, 加 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的孔雀石绿-D₅和隐色孔雀石绿-D₆混合标准溶液 50 μL 作为内标, 旋涡混合 30 s, 加 10 mL 乙腈提取, 旋涡振荡 1 min, 超声(频率: 40 KHz)提取 10 min, 4000 r/min 离心 5 min, 将上清液移入 15 mL 离心管备用; 将中性氧化铝小柱安装在固相萃取柱上, 用 5 mL 乙腈活化, 取离心后的上清液 5 mL 到已活化好的中性氧化铝柱, 收集流出液, 过 0.22 μm 滤膜到 10 mL 的干净离心管中, 分别取 0.5 mL 以上滤液和 0.5 mL 实验室超纯水到上机瓶, 摇匀, 供高效液相色谱质谱联用仪测定。

2.3.3 空白试验

除不加试样(即不加待检水产品 5.00 g)外,其余均按照步骤 2.3.2 进行。

3 结果与分析

3.1 前处理及仪器条件的优化

提取剂的正确选择是样品前处理成功的关键,目前检测水产品中孔雀石绿、结晶紫时常使用的提取剂包括乙腈、甲醇、乙酸铵缓冲液、二氯甲烷及辅助提取剂盐酸羟胺、对甲苯磺酸等,而乙腈被公认为提取孔雀石绿的最佳溶剂^[15],且若提取时加入缓冲盐或离子对试剂,则需用二氯甲烷溶液进行萃取净化,水与二氯甲烷属于共轭溶液,较难或需较长时间离心才能分层,不仅加大了实验的难度,还会增大实验误差。本研究综合考虑后选择将乙腈作为提取剂,可提高对目标物的提取效率,同时减少溶液因多次转移造成损失。提取后的样品一般需经过净化处理,目前常见的净化柱包括氧化铝柱、PRS 柱、HLB 柱、C₁₈柱、MCX 柱等,因酸性氧化铝柱经过乙腈活化后对脂肪的吸附能力变弱,而碱性氧化铝柱对孔雀石绿有吸附作用而易导致目标物的损失,且左舜宇等^[16]通过对中性氧化铝柱、C₁₈柱、MCX 柱、HLB 柱做净化效果的比对试验,结果发现中性氧化铝小柱净化效果最好,因此本研究最终采用中性氧化铝柱进行待测物的净化,另外本研究采用性质相似的同位素内标法进行测量,有效降低了前处理操作误差及基质效应对结果的影响。

经过前处理后的样品需进行上机检测,仪器分别对孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫、孔雀石绿-D₅、隐色孔雀石绿-D₆扫描母离子,得到最强离子峰,再以适当的碰撞能量扫描子离子,响应值最强的子离子为定量离子,响应值相对较强的离子为定性离子,以母离子和子离子组成监测离子对,采用多反应监测模式对母离子和

子离子进行碎裂(锥孔)电压和碰撞能量的优化,最终得到待测物的最优质谱条件。经试验,本研究中 4 种待测物及 2 种内标物的最优质谱条件见表 1。

孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫属三苯基甲烷类化合物,具有弱碱性,一般可通过调节流动相的 pH 值来抑制弱碱的解离,另外加入甲酸和低浓度挥发性缓冲盐可使待测物在离子化过程中得到丰富的离子碎片信息,同时改善峰形。本研究流动相中乙酸铵浓度 5 mmol/L,甲酸百分比含量为 0.1%,可获得良好的峰形,提高了灵敏度。

图 1~图 6 为鲢鱼中孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫添加浓度 10 ng/mL 及孔雀石绿-D₅、隐色孔雀石绿-D₆添加 2.5 ng/mL 时的定性定量离子色谱图。

3.2 标准曲线及检出限试验结果分析

将混合标准工作液(含孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫)用提取液乙腈逐级稀释成一定浓度的混合标准中间液,称取不含孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫的空白水产样品(本实验以鲢鱼为基质)5.00 g,根据所需标准曲线浓度梯度(本实验选取 0、0.25、0.5、1.0、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 ng/mL 9 个点做标准曲线)加入对应混合标准中间液 50 μL,按照步骤 2.3.2 的方法与待检水产品同时进行提取和净化,供高效液相色谱质谱联用仪测定,根据测定结果绘制标准曲线。检测结果显示,孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫 4 种检测参数的线性回归方程分别为 $Y=1.0282X-0.6757$ 、 $Y=1.0075X-0.1794$ 、 $Y=1.0168X-0.4035$ 、 $Y=0.9756X+0.335$,相关系数 r 分别为 0.9996、0.9997、0.99905、0.9998,相关系数 r 值均在 0.999 以上,满足国家标准 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[17]中附录 F(检测方法确认的技术要求)要求指标(r 不低于 0.98)。

表 1 待测物及内标物的监测离子对参数
Table 1 Monitored ion-pair parameters of the analyte and internal standard

待测化合物	母离子	子离子	碰撞能量	锥孔电压/V
孔雀石绿	329.1	313.1*	36	65
		208.0	36	65
隐色孔雀石绿	331.2	239.1*	30	36
		316.2	22	36
结晶紫	372.2	356.2*	40	56
		235.1	58	56
隐色结晶紫	374.2	358.2*	30	55
		238.3	32	55
孔雀石绿-D ₅	334.1	318.1*	40	65
隐色孔雀石绿-D ₆	337.2	322.1*	22	50

注: *表示此为定量离子。

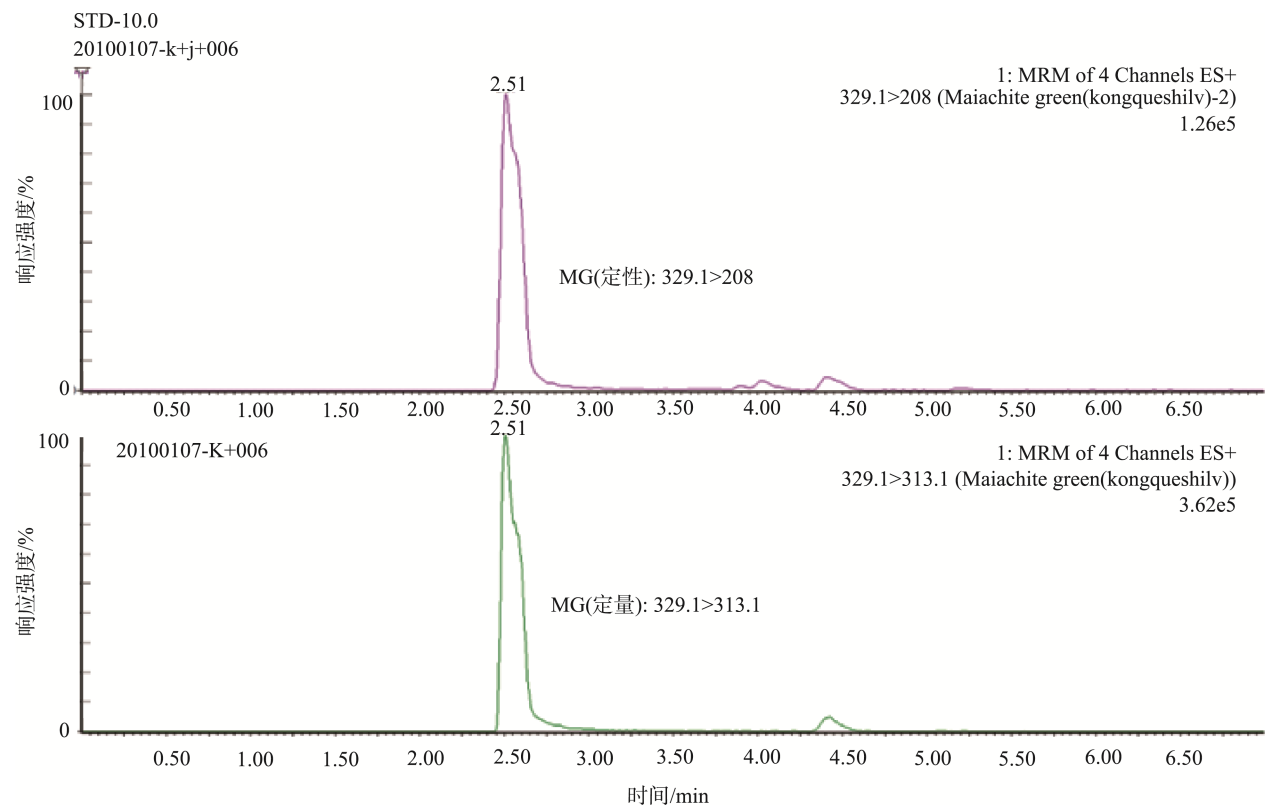


图 1 鲢鱼中添加孔雀石绿的离子色谱图
Fig.1 Ion chromatogram of malachite green added to grass carp

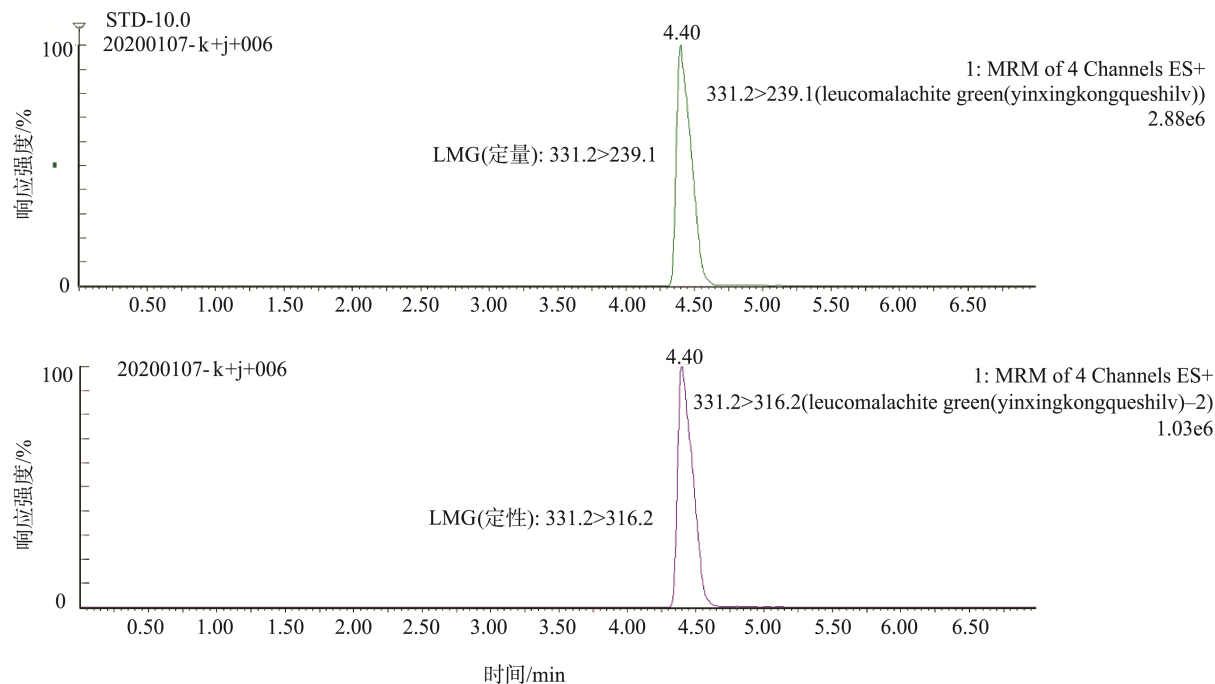


图 2 鲢鱼中添加隐色孔雀石绿离子色谱图
Fig.2 Ion chromatogram of leuco malachite green added to grass carp

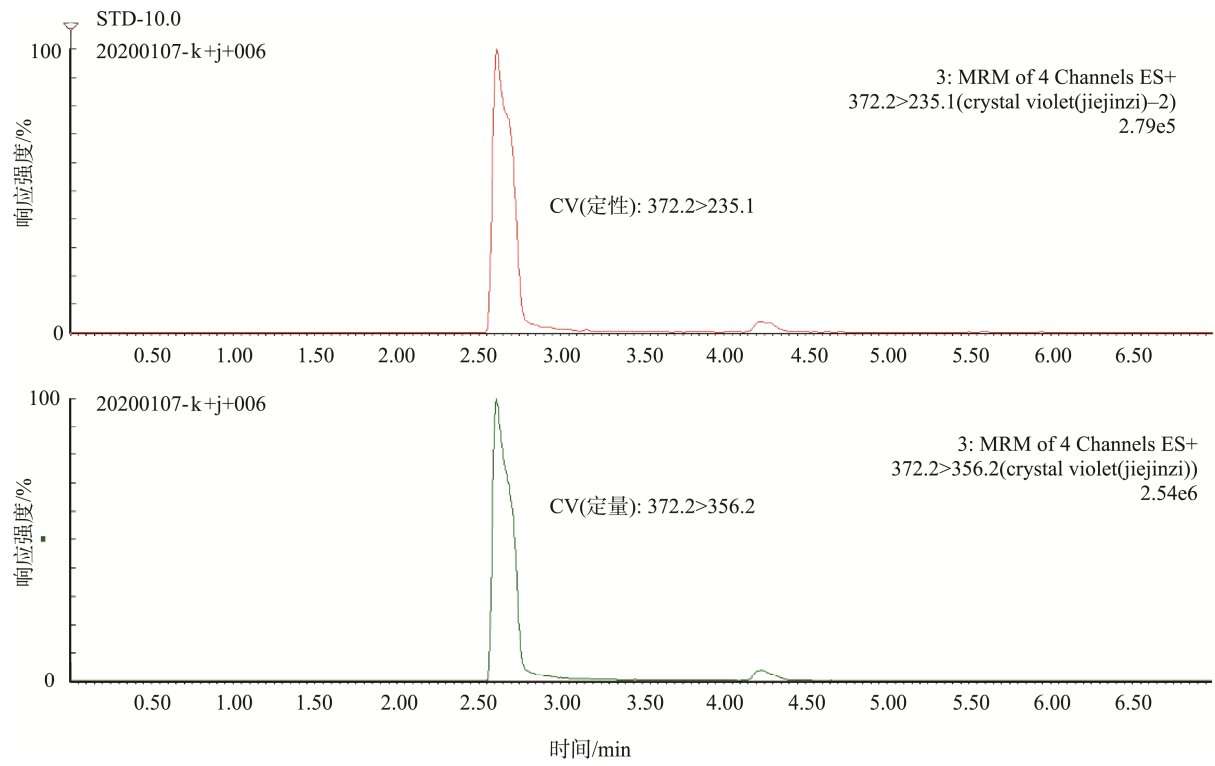


图 3 鲢鱼中添加结晶紫的离子色谱图
Fig.3 Ion chromatogram of crystal violet added to grass carp

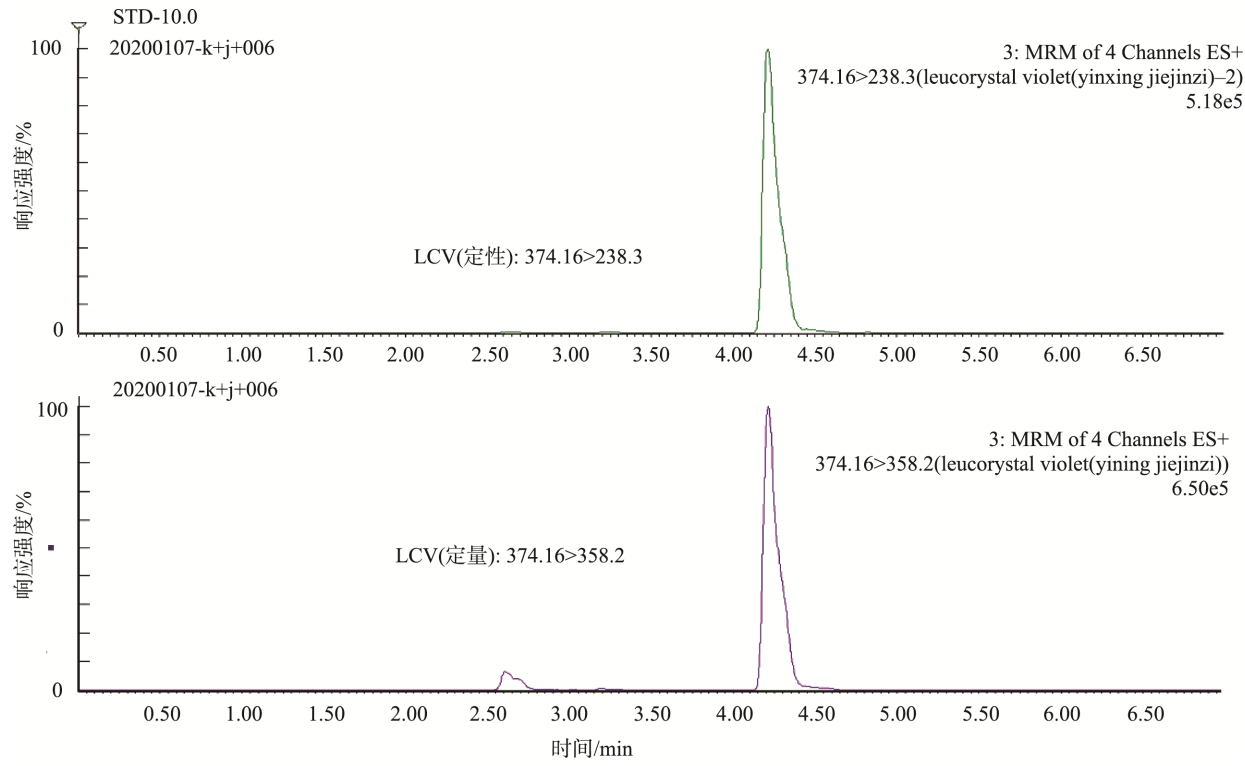


图 4 鲢鱼中紫添隐色结晶离子色谱图
Fig.4 Ion chromatogram of leuco crystal violet added to grass carp

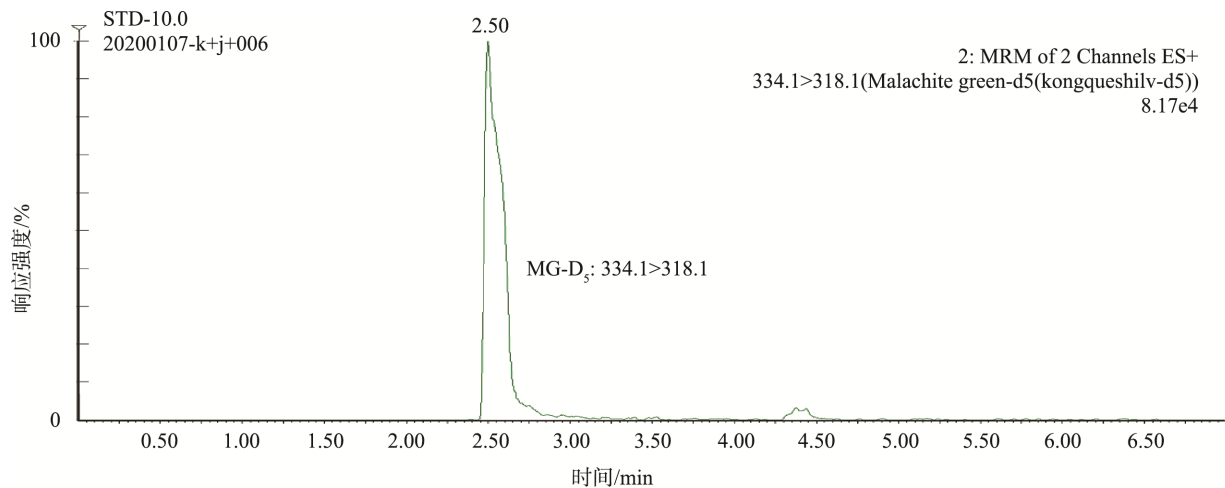


图 5 鲢鱼中添加孔雀石绿-D₅的离子色谱图
Fig.5 Ion chromatogram of malachite green -D₅ added to grass carp

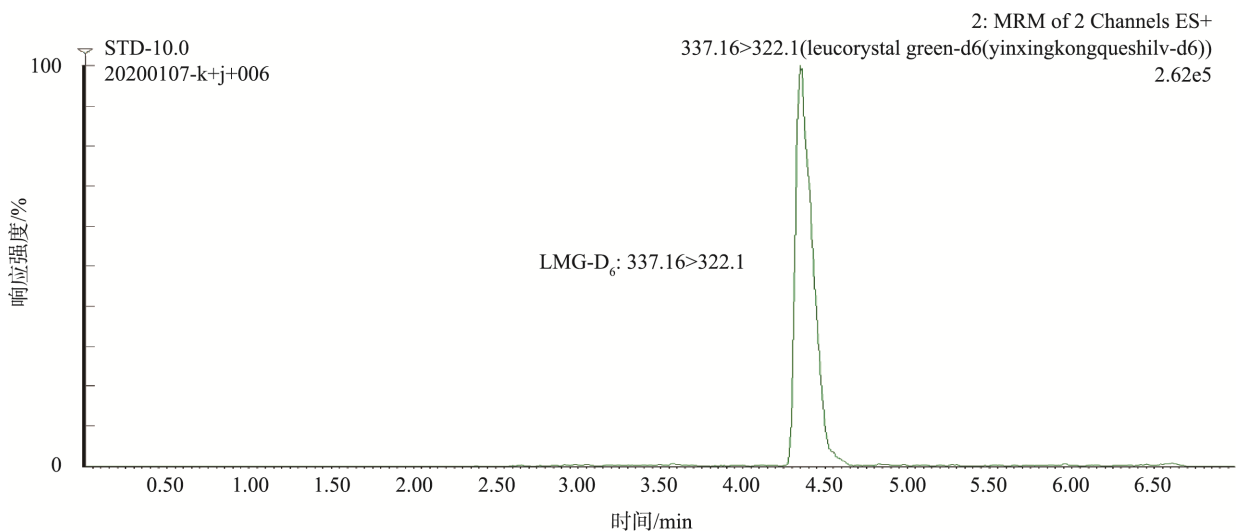


图 6 鲢鱼中添加隐色孔雀石绿-D₆的离子色谱图
Fig.6 Ion chromatogram of leuco malachite green-D₆ added to grass carp

方法以信噪比(S/N)为3时相应浓度确定检出限, 由结果可知, 本研究4种检测参数检出限均可达到0.25 μg/kg, 说明本方法有较高的灵敏度。

3.3 加标回收及精密度实验结果分析

试验选择6种水产品方进行加标回收及精密度实验, 每个样品做6个平行, 检测结果显示, 四种待测物的回收率均在85%~110%, 标准偏差均在10%以内, 满足国家标准 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[17]中附录 F(检测方法确认的技术要求)要求指标(60%~120%) 要求, 具体结果见

表 2~表 5:

3.4 样品测定

取已均质好的鱼和虾(具体包括鲢鱼、鲤鱼、桂花鱼、草鱼、罗氏虾、对虾)共计22个水产品样品, 按照本检测方法进行前处理并上机检测, 每个样品做6个平行。检测结果显示: 除一个草鱼样品检出含有孔雀石绿, 其余均未检出, 对于检出孔雀石绿的草鱼样品进行加标回收率及精密度计算, 其结果均符合国家标准 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[17]中附录 F(检测方法确认的技术要求)规定。

表 2 各水产品添加孔雀石绿的回收率(n=6)
Table 2 Recovery rates of malachite green added to various aquatic products (n=6)

样品名称	添加浓度/(ng/mL)	平均测定值/(ng/mL)	平均回收率/%	标准偏差/(ng/mL)	相对标准偏差/%
鲢鱼	5	4.726	94.51	0.28	5.89
鲤鱼	5	4.849	96.97	0.27	5.53
桂花鱼	5	4.501	90.02	0.42	9.33
白鲢鱼	5	4.426	88.52	0.39	8.79
草鱼	5	4.720	94.40	0.26	5.49
罗氏虾	5	5.203	104.06	0.43	8.32
对虾	5	4.952	99.03	0.33	6.66

表 3 各水产品添加隐色孔雀石绿的回收率(n=6)
Table 3 Recovery rates of leuco malachite green added to various aquatic products(n=6)

样品名称	添加浓度/(ng/mL)	平均测定值/(ng/mL)	平均回收率/%	标准偏差/(ng/mL)	相对标准偏差/%
鲢鱼	5	5.001	100.02	0.24	4.82
鲤鱼	5	4.938	98.76	0.36	7.24
桂花鱼	5	4.610	92.20	0.36	7.75
白鲢鱼	5	4.752	95.03	0.32	6.76
草鱼	5	5.000	100.00	0.26	5.12
罗氏虾	5	5.206	104.13	0.25	4.87
对虾	5	5.167	103.34	0.36	6.96

表 4 各水产品添加结晶紫的回收率(n=6)
Table 4 Recovery rates of crystal violet added to various aquatic products(n=6)

样品名称	添加浓度/(ng/mL)	平均测定值/(ng/mL)	平均回收率/%	标准偏差/(ng/mL)	相对标准偏差/%
鲢鱼	5	4.765	95.31	0.21	4.49
鲤鱼	5	4.642	92.83	0.28	6.09
桂花鱼	5	4.830	96.61	0.18	3.71
白鲢鱼	5	4.919	98.38	0.27	5.58
草鱼	5	4.257	85.14	0.23	5.49
罗氏虾	5	5.448	108.95	0.37	6.76
对虾	5	5.156	103.12	0.24	4.67

表 5 各水产品添加隐色结晶紫的回收率(n=6)
Table 5 Recovery rates of leuco crystal violet added to various aquatic products(n=6)

样品名称	添加浓度/(ng/mL)	平均测定值/(ng/mL)	平均回收率/%	标准偏差/(ng/mL)	相对标准偏差/%
鲢鱼	5	5.118	102.36	0.39	7.56
鲤鱼	5	4.446	88.91	0.19	4.30
桂花鱼	5	4.567	91.34	0.41	8.95
白鲢鱼	5	4.833	96.65	0.18	3.73
草鱼	5	4.670	93.40	0.24	5.23
罗氏虾	5	5.107	102.15	0.10	1.96
对虾	5	5.065	101.30	0.26	5.09

4 结 论

本研究针对常见水产品中孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫残留的检测方法进行了方法创新, 前处理只用乙腈一种提取剂, 减少了 GB/T 19857-2005、GB/T 20361-2006、SC/T 3021-2004 等方法中配置溶液的大量步骤, 提取步骤简单明了, 净化过程只需过柱过膜即可, 大大提高了实验效率, 尤其针对实验室大批量检测, 只需半天时间即可完成至少 20 个样品的检测结果, 检测限可达到 0.25 $\mu\text{g/kg}$, 且本方法试剂的使用量和使用种类及大型仪器仪器的使用种类均非常少, 大大减少了实验对环境的污染和前处理成本, 适合于大批量样品的检测。

参考文献

- [1] 曹秀梅. 水产品中孔雀石绿残留检测前处理方法研究与优化[J]. 河北渔业, 2014, (7): 31, 46.
Cao XM. Research and optimization of pretreatment method for malachite green residue detection in aquatic products [J]. Hebei Fisher, 2014, (7): 31, 46.
- [2] 王蓓蓓, 李尔春, 卫星华. 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[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1827-1832.
Wang BB, Li EC, Wei XH. Determination of malachite green and leuco malachite green residues in aquatic products by LC-MS [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(6): 1827-1832.
- [3] Yan Z, Song YY, Zhang YY. Ultra sensitive detection of malachite green in fish muscle with gold nanoparticles and graphene oxide hybrid as a substrate for surface enhanced Raman scattering [J]. J Food Meas Charact, 2020, (14): 7-8.
- [4] 刘名扬, 肖珊珊, 于兵. 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留检测技术的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(1): 35-40.
Liu MY, Xiao SS, Yu B. Advances in the determination of malachite green and crystal violet residues in aquatic products [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(1): 35-40.
- [5] Zhou XH, Zhang JR, Pan ZL. Review of methods for the detection and determination of malachite green and leuco-malachite green in aquaculture [J]. Crit Rev Anal Chem, 2019, 49(1): 1-20.
- [6] 张陇清. 广东省水产中孔雀石绿残留检测和分析[J]. 现代食品, 2019, (13): 145-148.
Zhang LQ. Detection and analysis of malachite green residues in aquatic products of Guangdong province [J]. Mod Food, 2019, (13): 145-148.
- [7] GB 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 20361-2006 Determination of malachite green and crystal violet residues in aquatic products-High-performance liquid chromatography fluorescence method [S].
- [8] GB 19857-2005 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定[S].
GB 19857-2005 Determination of malachite green and crystal violet residues in aquatic products [S].
- [9] SC 3021-2004 水产品中孔雀石绿残留量的测定 液相色谱法[S].
SC 3021-2004 Determination of malachite green residue in aquatic products-Liquid chromatography [S].
- [10] 孟霞, 谢世红, 银旭红. 水产品中孔雀石绿残留免疫胶体金快速检测试剂盒的优化[J]. 江西水产科技, 2017, (1): 31-35.
Meng X, Xie SH, Yin XH. Optimization of immunogold rapid detection kit for Malachite Green residues in aquatic products [J]. Jiangxi Aquatic Sci Technol, 2017, (1): 31-35.
- [11] 山珊, 彭涛, 杨万春, 等. 胶体金免疫层析法定量检测孔雀石绿[J]. 食品科学, 2013, 34(16): 160-163.
Shan S, Peng T, Yang WC, et al. Quantitative determination of malachite green j by colloidal gold immunochromatography [J]. Food Sci, 2013, 34(16): 160-163.
- [12] 吴双, 余淑苑, 吕子全. 水产品中无色孔雀石绿的悬液芯片检测方法研究[J]. 环境与健康杂志, 2017, 34(10): 896-898.
Wu S, Yu SY, Lv ZQ. Study on determination of achromatous malachite green in aquatic products by suspension chip [J]. J Environ Health, 2017, 34(10): 896-898.
- [13] 吕芳, 徐锐, 林洪. 水产品中孔雀石绿残留酶联免疫检测的基质干扰及消除方法[J]. 中国渔业质量与标准, 2013, 3(1): 59-64.
Lu F, Xu R, Lin H. Matrix interference and elimination method of enzyme-linked immunosorbent assay for Malachite green residues in aquatic products [J]. Chin Fishery Qual Stand, 2013, 3(1): 59-64.
- [14] 郁星, 成玉梁, 于航. 一种柔性表面增强拉曼基底的制备及在孔雀石绿检测上的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(6): 1655-1660.
Yu X, Cheng YL, Yu H. Preparation of a flexible surface reinforced tunku abdul rahman substrate and its application in malachite green detection [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(6): 1655-1660.
- [15] 于艳丽, 邓慧. 液相色谱-串联质谱法测定饲料中孔雀石绿及隐色孔雀石绿[J]. 科技通报, 2018, 34(9): 51-54.
Yu YL, Deng H. Determination of Malachite green and leucomalachite green in feed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Sci Technol Bull, 2018, 34(9): 51-54.
- [16] 左舜宇, 张天闻. 水产品中孔雀石绿检测方法的优化[J]. 中国渔业质量与标准, 2017, 7(1): 35-40.
Zuo SY, Zhang TW. Optimization of detection method for Malachite Green in aquatic products [J]. Chin Fish Qual Stand, 2017, 7(1): 35-40.
- [17] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
GB/T 27404-2008 Specification for laboratory quality control-Physical and chemical examination of food [S].

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介

穆小婷, 硕士, 工程师, 主要研究方向为农产品安全检测与食品加工。
E-mail: 51791811@qq.com

陈金辉, 博士, 研究员, 主要研究方向水产养殖与育种。
E-mail: jhchenqypt@126.com