

## 隐色孔雀石绿在水产品基质中的稳定性研究

邢丽红, 郑关超, 彭吉星, 孙伟红\*, 孙晓杰, 郭萌萌, 吴海燕, 李兆新, 翟毓秀\*

(中国水产科学研究院黄海水产研究所; 农业农村部水产品质量安全检测与评价重点实验室;  
农业农村部水产品质量安全风险评估实验室(青岛), 山东 青岛 266071)

**摘要:**孔雀石绿(malachite Green, MG)是影响水产品质量安全的重要风险隐患,其进入水生动物体内后,会代谢为隐色孔雀石绿(leucomalachite green, LMG),MG及其代谢物LMG在水产品中的稳定性又受到诸多因素影响。为探究基质品种和保存条件对LMG稳定性的影响,本研究以鲢(*Hypophthalmichthys molitrix*)和鲤(*Cyprinus carpio*)为研究对象,采用液相色谱-串联质谱法测定LMG回收率,考察LMG回收率在不同基质品种(鲢和鲤)中随贮存时间(1~5个月)的变化,探究加标基质的LMG回收率在不同贮存温度(22~23℃室温、2~6℃冷藏、-12℃和-20℃冷冻)下随贮存时间的变化,同时考察了基质称样和加标时间间隔对LMG回收率的影响。结果表明:1)基质品种是影响LMG测定结果的重要因素。在相同的冷冻贮存条件下,贮存1~5个月的鲤基质中,LMG的回收率基本稳定在90%~110%之间,而冷冻贮存3个月的鲢基质,LMG添加回收率仅为30.7%。2)空白基质贮存时间和基质加标后的贮存温度和时间是影响LMG测定结果的另外两个重要因素。新鲜的鲢和鲤基质对LMG测定结果影响较小,空白基质贮存时间越长和加标后基质样品的保存温度越高、保存时间越长,LMG的添加回收率越低。3)称样与加标间隔时间对LMG的回收率无显著影响。上述结果说明,在开展水产品中MG残留量检测的能力验证或实验室进行质量控制时,应尽可能选择新鲜的鲤基质样品,并尽快进行检测;如果样品不能及时检测,则需冷冻保存,并尽早安排检测。本研究可为实验室内部质量控制及以添加方式开展能力验证和数据比对提供参考。[中国渔业质量与标准,2019,9(4):22-29]

**关键词:**孔雀石绿;隐色孔雀石绿;水产品;稳定性;基质;回收率;贮存;质量控制样品

**中图分类号:**S91      **文献标志码:**A      **文章编号:**2095-1833(2019)04-0022-08

孔雀石绿(malachite green, MG),又称中国绿、苯胺绿、碱性孔雀石绿、品绿和盐基块绿,是一种人工合成的N-甲基二氨基三苯基甲烷类染料,同时也是一种可有效杀灭霉菌的染料类药物,对真菌和寄生虫均有较好的杀灭效果<sup>[1]</sup>,曾在水产养殖业中广泛应用。MG是含有3个芳香胺结构的聚合物,具有潜在致癌、致畸和致突变作用<sup>[2-4]</sup>。MG进入机体后经过生物转化,代谢成为无色脂溶性代谢产物隐色孔雀石绿(leucomalachite green, LMG),长期滞留在组织中,因此,在水产品组织中检测到的残留物主要是LMG。出于安全性考虑,美国、加拿大、日本和欧盟等许多国家和地区已禁止在经济鱼类(观赏鱼除外)养殖过程中使用MG。中华人民共和国农业部公告第235号<sup>[5]</sup>已将MG列为禁用药物,规定在水产品中对其“不得检出”。中国从2002年开始对水产品药物残

留实施监控计划,MG检测结果的准确性和科学性不仅关系着生产者的利益,更关系到水产品质量安全执法部门的公正性。因此,探究LMG在水产品基质样品中的稳定性对正确评估检测结果至关重要。

MG会在生物体内发生转化,被还原成LMG,进一步与蛋白、DNA结合<sup>[6-8]</sup>。MG和LMG在斑点叉尾鲷(*Ictalurus punctatus*)<sup>[9]</sup>、鲢(*Ictalurus punctatus*)<sup>[10]</sup>、虹鳟(*Oncorhynchus mykiss*)<sup>[11]</sup>、鳊(*Siniperca chuatsi*)<sup>[12-15]</sup>、鲫(*Carassius auratus*)<sup>[16]</sup>、花鲈(*Lateolabrax maculatus*)<sup>[17]</sup>和凡纳滨对虾(*Litopenaeus vannamei*)<sup>[18]</sup>等体内的代谢规律已有报道,研究结果表明,MG和LMG总含量在水产动物体内残留时间较长,数月后在组织中仍有检出,且MG消除快于LMG。

关于保存条件对基质中MG和LMG降解规律影

**收稿日期:**2019-03-10; **接收日期:**2019-05-23

**资助项目:**中国水产科学研究院黄海水产研究所基本科研业务费(20603022018016, 20603022019001);国家自然科学基金(41806148);国家农产品质量安全风险评估重大专项(GJFP2018009)

**第一作者:**邢丽红(1981-),女,硕士,工程师,研究方向为水产品质量安全检测与研究, xinglh@ysfri.ac.cn

**通信作者:**孙伟红,高级工程师,研究方向为水产品质量安全, sunwh@ysfri.ac.cn; 翟毓秀,研究员,研究方向为水产品质量安全, zhaiyx@ysfri.ac.cn

响的研究还较少。黄向荣等<sup>[19]</sup>对不同储藏条件下鳊(*Siniperca chuatsi*)肌肉中MG及LMG的降解规律进行研究,发现贮存温度对肌肉中MG和LMG代谢的影响较大,降解速率为常温>冷藏>冷冻。高丽娜等<sup>[20]</sup>开展了冷冻贮藏时间对鲤(*Cyprinus carpio*)、鳊(*Anguilla japonica*)和鳊(*Siniperca chuatsi*)肌肉中MG(LMG)残留量的影响研究,结果表明,在相同贮藏时间下,鳊组织中添加MG(LMG)降解速率最慢,鳊次之,鲤最快,分析原因可能是由于鳊组织脂肪较多,其结合方式影响了MG(LMG)的降解。

近期在实验室操作中发现,LMG在水产品基质中的稳定性可能还受到基质品种等其他因素的影响。为探明LMG在水产品中的稳定性是否与基质品种等因素相关这一问题,综合考虑MG在鱼体中快速降解为LMG的客观实情,本研究选取鲤(*Cyprinus carpio*)、鲢(*Hypophthalmichthys molitrix*)两种基质,重点考察了LMG在两种空白基质样品中的稳定性,同时开展了加标后贮存温度、时间等因素对LMG稳定性的影响研究,旨在为正确评估LMG在水产品中的检出结果提供依据,同时为今后相关部门实施城市水产品例行监测、产地监督抽查、苗种监督检测及以添加方式开展能力验证和数据比对提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

#### 1.1.1 实验样品

基质A为鲢鱼糜基质;基质A-0 M:新鲜的鲢鱼糜基质;基质A-1 M、A-2 M、A-3 M、A-4 M和A-5 M:于-20℃分别冷冻贮存1、2、3、4和5个月的鲢鱼糜基质。基质B为鲤鱼糜基质;基质B-0 M:新鲜的鲤鱼糜基质;基质B-1 M、2 M、3 M、4 M和5 M:于-20℃分别冷冻贮存1、2、3、4和5个月的鲤鱼糜基质。将新鲜鲢鱼糜和鲤鱼糜基质样品分装成若干小包装,于-20℃冷冻贮存备用,检测前自然解冻。

#### 1.1.2 材料和试剂

LMG标准品(CAS:129-73-7),购自Dr. Ehrentorfer GmbH公司,纯度为99.63%;乙腈、甲酸和乙酸铵(均为色谱纯)购自德国Merck公司;中性氧化铝固相萃取柱(1 g/3 mL)购自博纳艾杰尔科技有限公司。

LMG标准储备液:准确称取适量LMG标准品,用乙腈稀释并定容,配制成0.5 mg/mL储备液。实

验时根据需要稀释使用。

LMG-D<sub>6</sub>内标标准储备液:准确称取适量LMG-D<sub>6</sub>标准品,用乙腈稀释并定容,配制成0.5 mg/mL内标标准储备液。实验时稀释成100 ng/mL内标标准使用液。

#### 1.1.3 仪器和设备

LC20液相色谱仪购自日本岛津公司;AB Sciex Qtrap 5500液相色谱-串联质谱仪(配电喷雾离子源),购自美国AB Sciex公司;分析天平(精度为0.01 g)购自德国赛多利斯集团;himac CR 22 GII高速离心机购自日本Hitachi公司;KQ-600DE超声波清洗仪购自昆山市超声仪器有限公司;Gradient A10 Mill-Q超纯水仪购自美国Millipore公司;N-EVAP 112氮气吹干仪购自美国Organomation公司;Standard Vortex Mixer涡旋混合器购自美国Talboys公司;Visiprep 24 DL固相萃取装置购自美国Supelco公司。

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 基质品种和空白基质贮存时间对LMG测定结果的影响

模拟能力验证样品制备过程,分别称取A-0 M~A-5 M的鲢空白基质和B-0 M~B-5 M的鲤空白基质各5.00 g,在空白基质中添加LMG标准溶液(添加水平为2.1 μg/kg),充分涡旋混合1 min后,先将其在室温下保存2 h,再置于-20℃条件下保存16 h,测定LMG残留量,考察基质品种及空白基质贮存时间对LMG测定结果的影响。

### 1.2.2 加标后贮存温度和贮存时间对LMG测定结果的影响

取空白基质A-0 M、A-1 M、A-3 M和B-0 M、B-1 M、B-3 M,每种基质各取4份,每个样品称取5.00 g,分别添加LMG标准溶液(添加浓度为2.1 μg/kg)。取加标后的6种基质样品,每种基质各取两份,分别置于室温(22~23℃)和冷藏(2~6℃)条件下,考察加标后样品在室温和冷藏条件下分别保存0、1、2、4、6和8 h后LMG的回收率。取加标后6种基质样品的剩余两份样品,分别置于-12℃和-20℃冷冻条件下,考察加标后样品不同冷冻条件下分别保存0、8、16、24、32和40 h后LMG的回收率。每个时间点设6个重复。

### 1.2.3 称样与加标间隔时间对LMG测定结果的影响

称取空白基质A-0 M和空白基质A-3 M,将该空白基质样品先置于-20℃条件下分别保存0、1、2、3、4和5 d,取出后室温放置至解冻,添加LMG标

准溶液(添加浓度为 $2.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ),再置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下保存16 h,测定LMG残留量,考察基质样品称取与加标间隔时间对LMG测定结果的影响。

### 1.3 分析方法

#### 1.3.1 样品前处理

样品前处理按照GB/T 19857—2005<sup>[21]</sup>中液相

色谱-串联质谱法处理。

#### 1.3.2 色谱条件

色谱柱选用Phenomenex C<sub>18</sub>色谱柱,100.0 mm × 2.1 mm,粒径 $3 \mu\text{m}$ ;柱温 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,进样量 $5 \mu\text{L}$ 。流动相A为 $5 \text{ mmol}/\text{L}$ 乙酸铵(含0.05%甲酸),流动相B为乙腈,梯度洗脱程序见表1。

表1 流动相梯度洗脱程序

Tab. 1 Gradient elution program of the mobile phase

时间/min Time	$\phi(\text{A})/\%$	$\phi(\text{B})/\%$	流速/ $(\text{mL} \cdot \text{min}^{-1})$ Speed rate
0.00	40	60	0.35
1.50	40	60	0.35
3.00	5	95	0.35
5.00	5	95	0.35
5.10	40	60	0.35
7.00	40	60	0.35

注:A为 $5 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ 乙酸铵(含0.05%甲酸),B为乙腈。 $\phi(\text{A})$ 为流动相A体积分数, $\phi(\text{B})$ 为流动相B体积分数。

#### 1.3.3 质谱条件

离子源采用电喷雾离子源,正离子模式;喷雾电压(CUR)5 500 V;离子源温度(TEM)  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;碰撞气(CAD) Medium;气帘气(CUR)35 psi;雾化器(Gas1)

50 psi;辅助加热气(Gas2) 50 psi;去簇电压(DP) 80 V;射入电压(EP)10 V;碰撞室射出电压(CXP)10 V。扫描模式为多反应监测(MRM),多反应监测母离子、子离子和碰撞能量(CE)见表2。

表2 多反应监测母离子、子离子和碰撞能量

Tab. 2 Lists of selected MRM ion pairs and collision energy

目标化合物 Target compound	母离子 ( $m/z$ ) Parent ion	子离子 ( $m/z$ ) Daughter ion	碰撞能量/eV Collision energy
LMG	331.2	239.2*	40
		316.2	25
LMG-D <sub>6</sub>	337.2	240.2*	40

注:\*为定量碎片离子。

## 2 结果与分析

### 2.1 基质品种和空白基质贮存时间对测定结果的影响

新鲜基质(A-0 M、B-0 M)和 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻贮存1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0、4.5和5个月的鲢和鲤基质(A-1 M~5 M、B-1 M~5 M)加标后(添加水平为 $2.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ),按照1.2.1和1.3的方法处理并测定LMG残留量,计算回收率,结果见图1。

由图1可知,新鲜鲤基质(B-0 M)和冷冻贮存1~5个月的鲤基质(B-1 M~B-5 M),LMG的回收率均 $>90\%$ ,冷冻贮存5个月以内的鲤基质对LMG测定结果影响较小。新鲜鲢基质(A-0 M)和冷冻贮存1个月的鲢基质(A-1 M),LMG的回收率均 $>90\%$ 。由此可知,冷冻贮存1个月的鲢基质(A-1

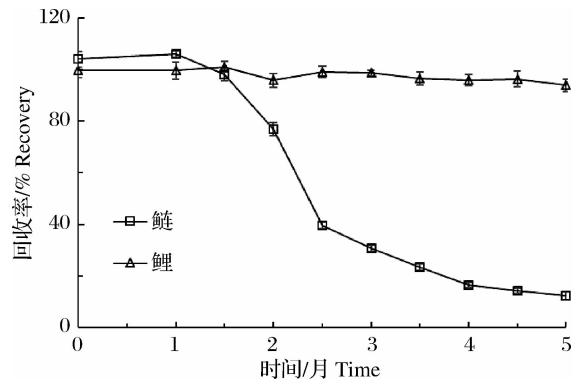


图1 基质品种和空白基质贮存时间对 LMG 测定结果的影响( $n=6$ )

Fig. 1 Effects of matrix on the LMG results( $n=6$ )

M)对 LMG 测定结果影响较小。然而,当鲢基质冷冻贮存2个月(A-2 M)时 LMG 回收率降为76.9%,与新鲜的(A-0 M)和冷冻贮存1个月的鲢基质(A-1 M)相比,回收率降低了近30%。冷冻贮存3个月的

鲢基质(A-3 M), LMG 的回收率仅为 30.7%, 冷冻贮存至 5 个月(A-5 M)时, 回收率则降至 12.4%。

从两种基质的实验结果来看, 用鲤作为基质的测定结果相对比较稳定, 鲢基质随着贮存时间的延长, LMG 的回收率逐渐下降, 在贮存 2 个月后, 鲢基质中 LMG 的回收率降至 80% 以下。由此可见, 基质品种及空白基质贮存时间对 LMG 测定结果有重要影响。

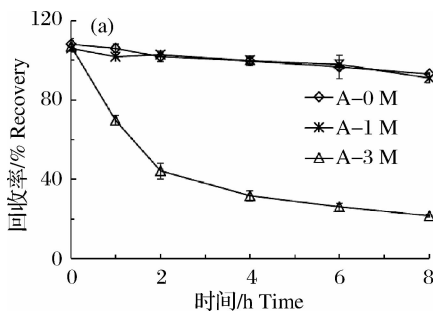
## 2.2 加标后贮存温度和贮存时间对 LMG 测定结果的影响

根据 2.1 的实验结果, 选取新鲜的(A-0 M、B-0 M)和冷冻贮存 1 个月及 3 个月的鲢、鲤基质(A-1 M、A-3 M、B-1 M 和 B-3 M)为代表开展贮存温度和时间对 LMG 测定结果的影响研究。

### 2.2.1 室温和冷藏保存对 LMG 测定结果的影响

#### 1) 室温和冷藏保存对鲢基质中 LMG 测定结果的影响

在基质 A-0 M、A-1 M、A-3 M 中添加 LMG 标准溶液后, 分别在室温(22~23 ℃)和冷藏(2~6 ℃)条件下保存 0~8 h, 该保存条件下鲢基质中



LMG 随保存时间的变化趋势见图 2。

由图 2 可知, 不同鲢基质随室温和冷藏保存时间的延长, 均呈现出不同程度的下降趋势。新鲜的鲢基质(A-0 M)和冷冻贮存 1 个月的鲢基质(A-1 M)不论在室温还是冷藏条件下保存 8 h, 回收率均在 90.0%~110.0% 之间, 对 LMG 测定结果影响较小。而冷冻贮存 3 个月的鲢基质(A-3 M)在室温和冷藏保存条件下, LMG 的回收率均出现较大程度下降, 且在室温下的下降速率较冷藏条件下更快, 当在室温条件下保存超过 1 h、冷藏条件下保存超过 2 h 时, LMG 的回收率均 < 70%, 无法满足方法准确度的要求。由此可知, 采用冷冻贮存 3 个月的鲢基质(A-3 M)进行添加回收率实验, 会严重影响 LMG 测定结果。

#### 2) 室温和冷藏保存对鲤基质中 LMG 的影响

在基质 B-0 M、B-1 M、B-3 M 中添加 LMG 标准溶液后, 分别在室温(22~23 ℃)和冷藏(2~6 ℃)条件下保存 0~8 h, 该保存条件下鲤基质中 LMG 随保存时间的变化趋势见图 3。

图 2 室温(a)和冷藏保存(b)鲢基质中 LMG 的变化趋势( $n=6$ )

Fig. 2 Curves of LMG in *Hypthalmichthys molitrix* stored at room temperature(a) and refrigeration(b) ( $n=6$ )

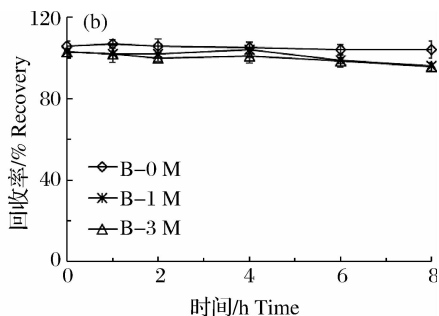
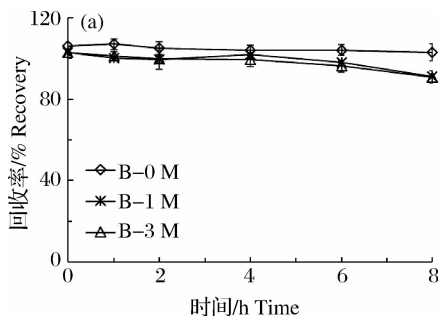


图 3 室温(a)和冷藏保存(b)鲤基质中 LMG 的变化趋势( $n=6$ )

Fig. 3 Curves of LMG in *Cyprinus carpio* stored at room temperature and refrigeration( $n=6$ )

由图 3 可知, 新鲜的鲤基质(B-0 M)不论在室温还是冷藏条件下保存 8 h, 回收率均稳定在 90.0%~110.0% 之间, 对 LMG 测定结果基本无影响。冷冻贮存 1 个月(B-1 M)和冷冻贮存 3 个月(B-3 M)的鲤基质,

在室温和冷藏条件下均呈现出较小程度的下降趋势, 在室温下的下降速率较冷藏条件下快。冷冻贮存 3 个月的鲤基质(B-3 M), LMG 在室温和冷藏条件下的回收率仍在 90% 以上, 对 LMG 测定结果的影响较小。

程度远低于鲢基质。下降规律均为室温条件下 LMG 添加回收率下降最快,  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  时相对最慢, 即温度越高, 下降速率越快。因此, 基质品种及空白基质贮存时间是影响 LMG 测定结果的关键因素, 加标后样品的保存温度和时间也会对 LMG 的测定结果产生影响。同一种鱼糜基质, 空白基质贮存时间越长, 加标后保存温度越高, 保存时间越长, 回收率越低。

### 2.3 称样与加标间隔时间对测定结果的影响

结合 2.1 和 2.2 的实验结果可知, 鲢基质贮存时间对 LMG 测定结果有重要影响。为进一步考察空白基质样品称取与加标间隔时间对 LMG 测定结果的影响, 选取新鲜的鲢基质 (A-0 M) 和冷冻贮存 3 个月的鲢基质 (A-3 M), 分别将基质样品称取后保存 0~5 d, 再模拟能力验证样品制备方式处理样品。称样与加标间隔时间对 LMG 测定结果的影响见图 6。

由图 6 可知, 对于新鲜的鲢基质 (A-0 M), 基质样品称取与加标间隔时间为 0~5 d 时, LMG 的回收率均在 90.0%~110.0% 之间, 而冷冻贮存 3 个月的鲢基质 (A-3 M), LMG 的回收率在 40.9%~42.4% 之间。由此可知, 基质样品称取与加标间隔时间对 LMG 测定结果无明显影响, 但鲢基质贮存时间对 LMG 测定结果有重要影响。

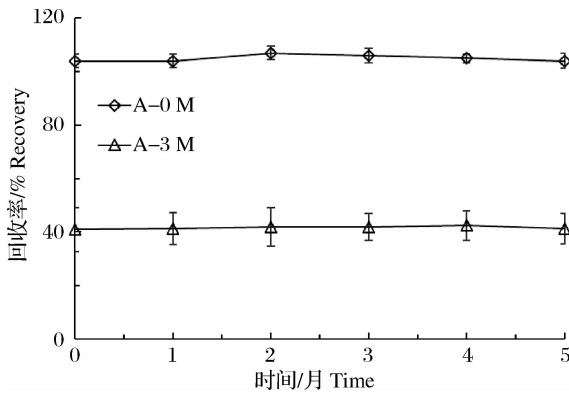


图 6 称样和加标间隔时间对鲢基质中 LMG 测定结果的影响 ( $n=6$ )

Fig. 6 The influence of time from weighing sample to standard addition on LMG content in *Hypophthalmichthys molitrix* ( $n=6$ )

## 3 结论

基质品种和空白基质贮存时间是影响 LMG 测定结果的重要因素, 冷冻贮存 5 个月的鲤基质 (B-5

M) 对 LMG 的检测结果影响较小, 而冷冻贮存 2 个月的鲢基质 (A-2 M), LMG 添加回收率降低近 30%。新鲜的鲢和鲤基质 (A-0 M 和 B-0 M) 对 LMG 检测结果影响较小, 空白基质贮存时间越长, 基质加标后的保存温度越高、保存时间越长, LMG 的回收率越低。称样与加标间隔时间对 LMG 的回收率无显著影响。在开展水产品中 MG 残留量检测的能力验证或实验室进行质量控制时, 应尽可能选择新鲜的基质样品, 并尽快进行检测, 如果样品不能及时检测, 则需尽快冷冻保存, 尽可能保持样品的原有属性。本研究可为相关部门实施城市水产品例行监测、产地监督抽查、苗种监督检查及以添加方式开展能力验证和数据比对提供借鉴和参考。

### 参考文献:

- [1] Culp S J and Beland F A. Malachite green: a toxicological review [J]. *Int J Toxicol*, 1996, 15(3): 219-238.
- [2] Meyer F P, Jorgensen T A. Teratological and other effects of malachite green on the development of rainbow trout and rabbits [J]. *T Am Fish Soc*, 1983, 112 (6): 818-824.
- [3] Fernandes C, Lalitha V S, Rao V K. Enhancing effect of malachite green on the development of hepatic pre-neoplastic lesions induced by N-nitrosodiethylamine in rats [J]. *Carcinogenesis*, 1991, 12(5): 839-845.
- [4] Rao K V K. Inhibition of DNA synthesis in primary rat hepatocyte cultures by malachite green: a new liver tumor promoter [J]. *Toxicol Lett*, 1995, 81(2/3): 107-113.
- [5] 中华人民共和国农业部. 动物性食品中兽药最高残留限量 [EB/OL]. (2002-12-24) [2019-1-10]. [http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg\\_1/gg/200302/t20030226\\_59300.htm](http://www.moa.gov.cn/gk/tzgg_1/gg/200302/t20030226_59300.htm).
- [6] 翟毓秀, 郭莹莹, 耿霞, 等. 孔雀石绿的代谢机理及生物毒性研究进展 [J]. *中国海洋大学学报(自然科学版)*, 2007(1): 27-32.
- [7] 曹团武, 杨季冬. 孔雀石绿与牛血清白蛋白的相互作用 [J]. *物理化学学报*, 2008(4): 715-719.
- [8] 李昕, 周静, 杨昌英. 不同环境中孔雀石绿与 DNA 相互作用的研究 [J]. *广东化工*, 2015, 42(17): 29-30, 14.
- [9] Poe W E, Wilshon R P. Absorption of malachite green by channel catfish [J]. *Prog Fish Cult*, 1983, 45: 228-229.
- [10] Roybal J E, Denver C O, Pfenning A P, et al. Determination of malachite green and its metabolite, leucomalachite green, in catfish (*Ictalurus punctatus*) tissue by liquid chromatography with visible detection [J]. *J AOAC*

- Int, 1995, 78: 453-457.
- [11] Alborali L, Sangiorgi E, Leali M. The persistence of malachite green in the edible tissue of rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) [J]. Aquaculture, 1997, 32: 45-60.
- [12] 万译文, 黄向荣, 李小玲, 等. 孔雀石绿及其代谢物隐色孔雀石绿在鳊鱼体内组织的分布及消除规律 [J]. 水产科技情报, 2015, 42(6): 309-318.
- [13] 尹怡, 白野, 刘书贵, 等. 阳性饵料投喂模式下孔雀石绿及代谢物无色孔雀石绿在鳊鱼体内的残留消除规律 [J]. 中国渔业质量与标准, 2015, 5(5): 50-55.
- [14] 刘书贵, 白野, 尹怡, 等. 药浴条件下孔雀石绿及无色孔雀石绿在鳊鱼体内的残留及消除规律 [J]. 中国渔业质量与标准, 2015, 5(6): 27-34.
- [15] 黄向荣, 李小玲, 黄华伟, 等. 孔雀石绿在鳊鱼幼鱼体内的富集和消除规律 [J]. 广东海洋大学学报, 2016, 36(1): 51-56.
- [16] 银旭红, 谢世红, 徐节华, 等. 孔雀石绿及其代谢物隐色孔雀石绿在鲫鱼组织中的分布及消除情况研究 [J]. 江西水产科技, 2016(3): 24-28.
- [17] 丁军伟, 邓建朝, 杨贤庆, 等. 孔雀石绿及隐色孔雀石绿在花鲈组织中的分布与消除规律 [J]. 食品工业科技, 2017, 38(4): 132-136.
- [18] 陈培基, 李刘东, 杨金兰, 等. 孔雀石绿在凡纳滨对虾体内的残留与消除规律 [J]. 南方水产科学, 2013, 9(5): 80-85.
- [19] 黄向荣, 万译文, 李小玲, 等. 不同储藏条件下鳊鱼样品中孔雀石绿及隐色孔雀石绿的降解规律研究 [J]. 湖南农业科学, 2014(9): 69-74.
- [20] 高丽娜, 陈永平, 马丹, 等. 不同冷冻贮藏时间对三种鱼类肌肉中孔雀石绿残留量的影响 [J]. 河北渔业, 2014(10): 7-10.
- [21] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定: GB/T 19857—2005 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.

## Study on the stability of leucomalachite green (LMG) in the matrix of aquatic products

XING Lihong, ZHENG Guanchao, PENG Jixing, SUN Weihong\*, SUN Xiaojie, GUO Mengmeng, WU Haiyan, LI Zhaoxin, ZHAI Yuxiu\*

(Yellow Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Qingdao 266071, China; Key Laboratory of Testing and Evaluation for Aquatic Product Safety and Quality, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Qingdao 266071, China; Laboratory of Quality & Safety Risk Assessment for Aquatic Products (Qingdao), Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Qingdao 266071, China)

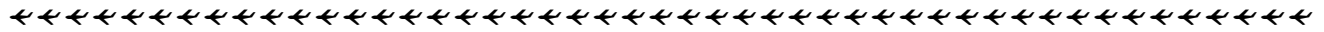
**Abstract:** Malachite green (MG) is an important risk affecting the quality and safety of aquatic products, and its stability is affected by many factors. Malachite green is metabolized into leucomalachite green (LMG) after entering aquatic animals. In this paper, in order to investigate the effects of breeds and preservation conditions on the stability of malachite green, these factors were studied in *Hypophthalmichthys molitrix* and *Cyprinus carpio* by the liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC/MS/MS) based on LMG recovery. The silver carp and carp samples were operated and preserved in different conditions by adding LMG solution, and the dependences of LMG content on time were studied. The results showed that the matrix breed was the most important factor affecting the results of LMG. Carp matrix frozen for 1-5 months had little effect on the recovery of LMG with the recovery of 90%-110%, while silver carp matrix frozen for 3 months had great influence with the recovery of 30.7%. The storage time of blank matrix and the preservation conditions of matrix after adding LMG standard were another two important factors affecting the recovery of LMG. Fresh silver carp and carp matrix had little effect on the results of LMG. However, the long storage time of blank matrix, and the high preservation temperature and long storage time of matrix after adding LMG standard caused a low recovery of LMG. The time interval from weighing sample to standard addition had not obvious influence on LMG recovery. When carrying out competency verification or quality control in laboratories, fresh carp matrix samples should be a better choice which will be tested as soon as possible. If the sample cannot be detected in time, it needs to be frozen and tested as soon as possible. This study provides references and technical supports for la-

laboratory internal quality control and capacity verification by external adding method. [ Chinese Fishery Quality and Standards, 2019, 9(4):22 - 29 ]

**Key words:** malachite green; leucomalachite green; aquatic product; stability; matrix; recovery; storage; quality control sample

**Corresponding author:** SUN Weihong, sunwh@ysfri.ac.cn; ZHAI Yuxiu, zhaiyx@ysfri.ac.cn

(责任编辑:刘露)



## 欢迎订阅《农产品质量与安全》

**主管单位:**中华人民共和国农业农村部

**主办单位:**中国农业科学院

**支持单位:**农业农村部农产品质量安全监管局

**协办单位:**农业农村部农产品质量安全中心 中国绿色食品发展中心

**承办单位:**中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所

**主要栏目:**本刊特稿、本刊专稿、政策法规、质量安全监管、无公害农产品、绿色食品、有机农产品、农产品地理标志、农业标准化、检验检测、学科建设与发展、研究与探讨、安全生产技术、地方经验交流、海外博览、农业标准公告、信息与动态等

**读者对象:**与农产品质量安全、农业质量标准和检验检测有关的各级行政管理、科研教学、检验监测、技术推广、生产企业等部门的相关人员。

本刊为中国科技核心期刊,双月刊,逢双月10日出版。大16开本,彩色四封,80页。全国各地邮局(所)均可订阅,也可直接到本刊编辑部办理订阅手续。邮发代号:82-223。每册定价:10.00元,全年共60.00元。

**通讯地址:**北京市中关村南大街12号中国农科院质标所《农产品质量与安全》编辑部,邮政编码:100081。

**联系电话/传真:**(010)82106521、82106522 E-mail: aqs@caas.cn