

华南沿海近江牡蛎体中硫丹残留特征研究

甘居利, 柯常亮, 陈洁文, 陈海刚, 马胜伟, 李刘冬, 贾晓平

(中国水产科学研究院南海水产研究所, 农业部渔业环境及水产品质量监督检验测试中心(广州), 广州 510300)

摘要:为探讨种植业近年仍在使用的硫丹杀虫剂对沿岸海域的污染状况,以近江牡蛎(*Crassostrea rivularis*)作指示生物,用气相色谱-微电子捕获检测器测定其软组织中硫丹的含量(按 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重计),分析硫丹含量的时空分布与组成特征。结果表明,华南沿岸海域牡蛎体中硫丹含量总体呈下降趋势,区域平均值相对高低依次为广东沿岸($2.13 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>海南沿岸($1.23 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>广西沿岸($0.76 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重),且在23个观测站间存在不同程度的差异。按牡蛎体中硫丹异构体组成初步推测,近几年华南沿岸地区使用硫丹的可能性依次为广东>广西>海南岛。共观测样本115份,在检出硫丹的40份样本中,硫丹残留量在 $1.03\sim12.2 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重程度范围内,其中2份略高于欧盟的限量,16份略超过日本的限量,但远低于澳大利亚、加拿大的限量和世界卫生组织评估的人体安全摄取量。

关键词:华南沿海;牡蛎;硫丹;时空分布;组成特征

中图分类号:X55 文献标志码:A 文章编号:1672-2043(2014)02-0271-05 doi:10.11654/jaes.2014.02.010

Residues of Endosulfan in Ostrea Oysters(*Crassostrea rivularis*) from Near Sea Water of South China

GAN Ju-li, KE Chang-liang, CHEN Jie-wen, CHEN Hai-gang, MA Sheng-wei, LI Liu-dong, JIA Xiao-ping

(South China Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Science; Fishery Environment and Aquatic Products Quality Supervision and Testing Center(Guangzhou), Ministry of Agriculture P. R. China, Guangzhou 510300, China)

Abstract:Endosulfan is an organochlorine insecticide and may finally enter sea water body. During 2008—2012, Ostrea oysters (*Crassostrea rivularis*) were collected from near sea waters of South China to determine contents of endosulfan in the soft tissues of Ostrea oysters by gas chromatography equipped with quartz capillary column and electric catch detector. The endosulfan contents in oyster samples tended to decrease during five years. Of all 115 samples, forty samples were detected to have endosulfan, ranging from $1.03 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ to $12.2 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ (wet weight), much lower than the residual limits of Australia and Canada, as well as human intake limit by the World Health Organization. However, endosulfan contents in two samples were higher than the limit of Europe Union and 16 greater than the Japanese limit. There were differences in endosulfan contents among twenty-three sampling sites. The average contents of endosulfan were in order of Guangdong coast ($2.13 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ w.w.)> Hainan coast ($1.23 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ w.w.)> Guangxi coast ($0.76 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ w.w.). The isomer composition of endosulfan in oyster samples showed that its current application occurred the most possibly in Guangdong Province, followed by Guangxi Province and the least in Hainan Province.

Keywords:coast near sea of South China; oysters; endosulfan; distribution; composition

硫丹(Endosulfan)是一种人工合成的有机氯杀虫剂,被许多国家和地区用于棉花、烟草、果树、茶树等作物的虫害控制和木材防腐^[1]。但毒性和毒理研究结果显示,硫丹表现出对环境、生态、动物和人类健康的多种

收稿日期:2013-05-22

基金项目:科技部社会公益研究专项(2005DIB3J021);广东省科技计划项目(2009B030600001)

作者简介:甘居利(1958—),男,四川自贡人,硕士,研究员,主要从事渔业环境及水产品质量监控与研究。E-mail:ganjuli@163.com

危害^[2-6]。我国是硫丹杀虫剂主要生产和使用国之一,我国硫丹产量约占全球的四分之一,仅次于印度^[7]。2011年4月硫丹被《斯德哥尔摩公约》第五次缔约方大会增列为全球范围内禁用的持久性有机污染物^[8]。一些发达国家虽然早已禁止硫丹直接用于水生生物,但难以阻止它们通过食物链/网间接进入水生动物体^[9]。由于硫丹残留超过日本限量,2006年我国部分出口日本的鳗鲡被拒,造成经济损失和不良影响^[10]。

近江牡蛎(*Crassostrea rivularis*)是广泛分布于华

南沿岸的海洋双壳贝类,是观察南海北部近岸海洋环境质量的重要载体^[11],其体内的六六六、滴滴涕已有较多研究报道^[12~15],但对硫丹的关注极少^[12,16]。因此,本文继续用近江牡蛎作指示生物,探讨其体内硫丹含量近年时空分布特点,旨在为相关研究提供基线参考和基础数据,对监控水产品安全和近海环境质量具有双重重要的意义。

1 材料与方法

1.1 样品的采集与处理

于2008—2012年每年春季在广东、广西和海南沿岸海域23个观测站(图1)每站采集成体近江牡蛎(*Crassostrea rivularis*)30只,现场取其软组织,冷藏运回实验室后-20℃保存备用^[11]。其中S1~S6站位于粤东沿岸,S7~S10站位于珠江口,S11~S16站位于粤西沿岸。

1.2 样品测定

取解冻均质试样,用有机溶剂超声提取,提取液经冷冻去脂、柱层析净化、旋转蒸发浓缩后制成待测液^[16]。使用美国Agilent公司6890 N型气相色谱仪,DB-5型石英毛细管色谱柱(长度30 m、内径320 μm、涂膜厚0.25 μm)、⁶³Ni放射源-微电子捕获检测器,仪器参数详见文献[17]。标准溶液由德国Dr. Ehrenstorfer公司提供。

1.3 质量控制

α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯方法检出限分别是1、1、2 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重。当它们各自的添加水平为等倍检出限、三倍检出限和十倍检出限,回收率为78.3%~104%。空白无干扰。

在校准曲线的线性范围内,待测液中硫丹浓度用外标峰面积法确定,将三者含量相加得到硫丹含量。牡蛎中硫丹含量取两次测定的算术平均值,两次平行测定相对偏差为9.7%~13.7%。

2 结果与讨论

2.1 牡蛎体中硫丹含量时空分布

从图2可见,本研究的牡蛎样本中硫丹区域平均值相对高低顺序为广东沿岸(2.13 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>海南沿岸(1.23 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>广西沿岸(0.76 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重),或珠江口(2.47 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>粤东(2.21 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>粤西(1.82 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>海南岛(1.23 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)>广西(0.76 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重);硫丹观测站平均含量相对高低顺序为:S8>S11≈S3>S2>S7>S12>S19>S16>S10≈S4>S5>S15>S9>S1=S22>S6>S20>S23>S13>S21>S14=S17=S18。

从图3可见,2008—2012年不同区域牡蛎样本中硫丹年平均含量变化趋势:粤东的牡蛎中硫丹含量呈下降趋势,在2008年最高,在2012年最低;珠江口

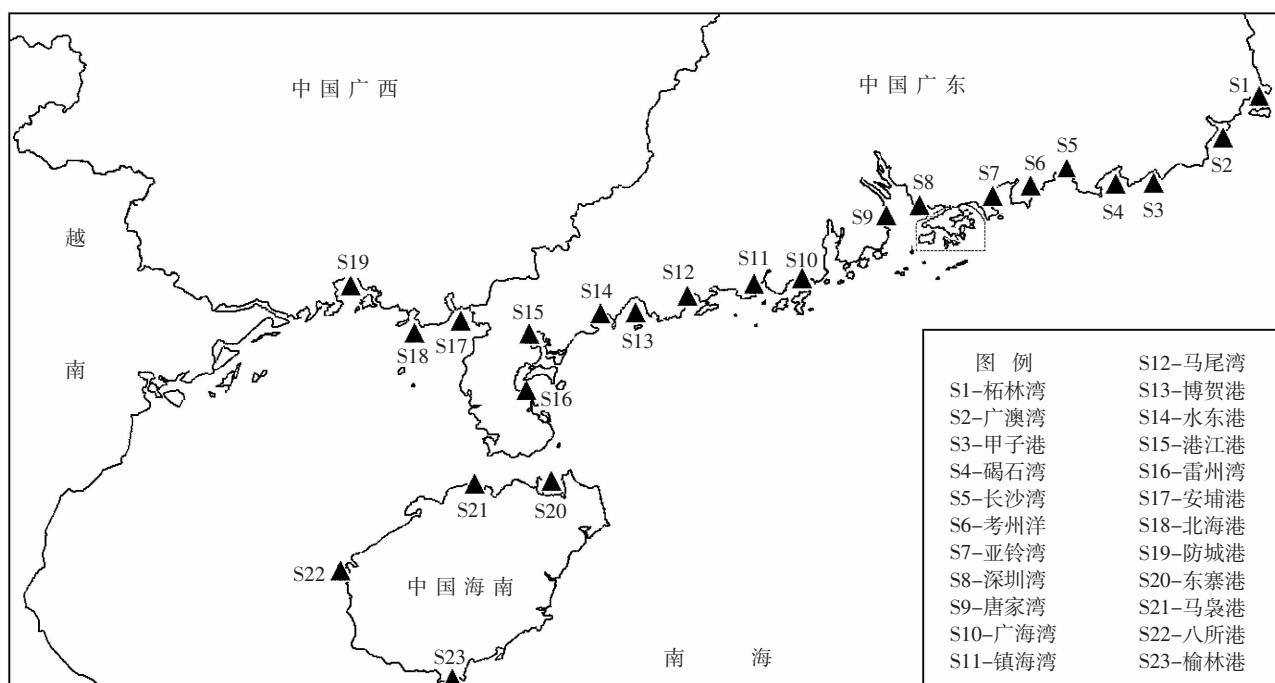


图1 牡蛎采样站位示意图
Figure 1 Sketch map of oyster sampling sites

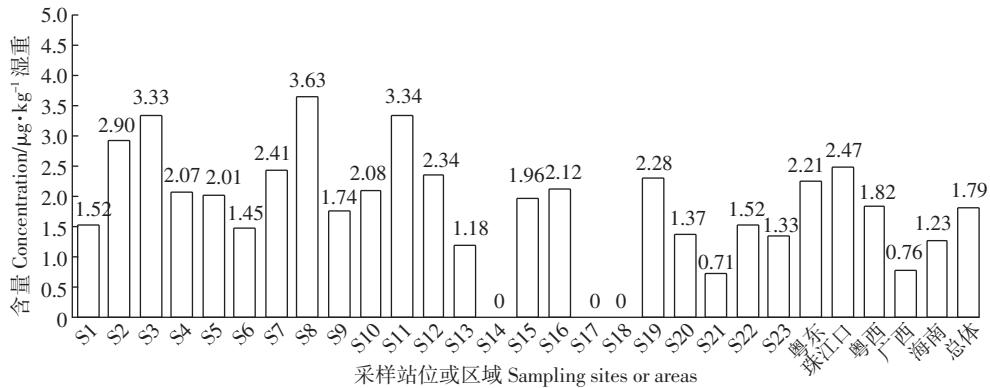


图2 不同观测站或区域牡蛎体中硫丹平均含量

Figure 2 Mean contents of endosulfan in oysters from different sampling sites or areas

牡蛎中硫丹含量在2011年明显较低($0.26 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重),其他年份的在 $2.4\sim3.5 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重之间波动;粤西牡蛎中硫丹含量在2008年明显较高($3.5 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重),其他年份的在 $1\sim2 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重之间波动;广西的牡蛎硫丹含量在2012年明显低于2009年和2011年,在2008年和2010年均未检出;海南岛牡蛎在2011年未检出硫丹,硫丹含量在2008年和2012年($0.72 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重和 $0.76 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)明显低于2009年和2010年($2.18 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重和 $2.50 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)。南海北部总体的牡蛎在2008年和2010年较高($2.33 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重和 $2.29 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重),在2009年次之($1.82 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重),在2011年和2012年较低($1.16 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重和 $1.38 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 湿重)。

2.2 牡蛎体中硫丹组成特征

硫丹的 α 、 β 两种立体异构体在工业品原药中的比例约为 $2:1$ ^[18]。 α -硫丹不太稳定,可部分转化成 β -硫丹。被水体沉积物吸附的硫丹半衰期约9个月,代谢物硫丹硫酸酯的半衰期则长达6年^[19]。本研究的115份牡蛎样本中, α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯的检出率分别为33%、32%和2.6%,检出 α -硫丹的样品中一般也能检出 β -硫丹,个别样品中只检出 α -硫丹、 β -硫丹或硫丹硫酸酯。

从图4可见,本研究的牡蛎样本中硫丹的组成与原药中的不同,粤东、珠江口和粤西牡蛎中 α -硫丹/ β -硫丹比值在 $1.1\sim1.2$ 之间,广西和海南岛牡蛎中 α -硫丹/ β -硫丹比值 <1 ,说明牡蛎体中的硫丹已有不同程度的转化。硫丹硫酸酯在珠江口和海南岛牡蛎中未检出,在粤东、粤西和广西牡蛎中所占比例较低,因其在环境中易于光解。根据硫丹原药的组成和本研究结果,笔者初步认为:可以用研究样本中 α -硫丹与 β -硫丹之比值,大体推测样本采集区域或其附近区

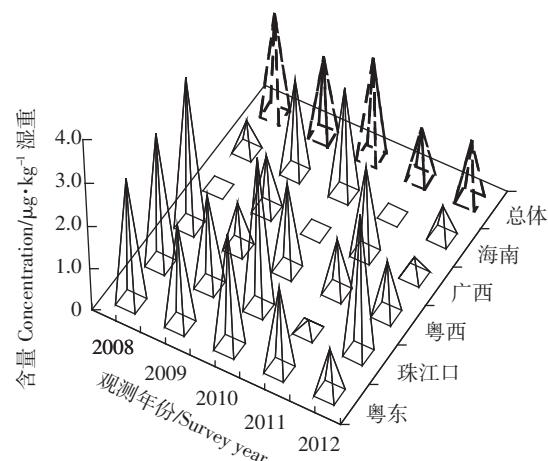


图3 不同区域牡蛎体中硫丹年平均含量

Figure 3 Annual average contents of endosulfan in oysters from different areas

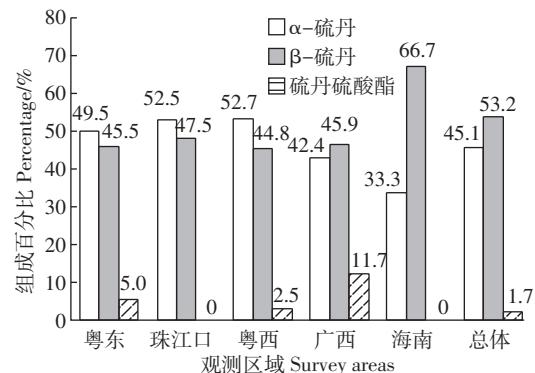


图4 不同区域牡蛎体中硫丹的组成

Figure 4 Composition of endosulfan in oysters from different areas

域是否在近期使用过硫丹,这个比例越接近2,近期用过硫丹的可能性越大。根据图4初步推测近年仍在使用硫丹的可能性,广东沿岸地区比广西沿岸地区略大,两广沿岸地区比海南岛沿岸地区大。

2.3 牡蛎体中硫丹来源探讨

据报道,硫丹普遍存在于陆地环境中,比如硫丹

湿重平均含量在印度 Kollro 湿地的底泥中为 $238 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ^[20], 硫丹干重含量在印度尼西亚苏拉威西岛北部沿岸海域的海藻、沉积物中分别达 660 、 $32\,296 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ^[21]。在西非 Queme 河的 19 种鱼中 84% 的样本检出硫丹, 在坦桑尼亚坦噶尼喀湖的 7 种鱼中有 3 种检测到硫丹^[22]。在福建省闽江河口、北京市的个别水库的水体和底泥中, 均检测到硫丹^[18,23]。

本研究结果显示, 2008—2012 年在华南沿海 23 个观测站采集的 115 份牡蛎样本中, 硫丹的总体检出率为 35%。这表明硫丹不仅影响陆地环境, 而且已影响沿岸海洋环境, 并进入和残留在海洋生物体内。硫丹在牡蛎体内的存在与其目前仍在生产和广泛使用不无关系。在澳大利亚新南威尔士的棉田喷洒硫丹时, 部分硫丹逸散进空中并随大气迁移而被降水裹挟进入水体, 喷洒后部分暂留于作物和土壤的硫丹, 被地表径流裹挟进入水体^[22]。在硫丹生产工厂的废气、废水和废渣中, 程度不同地存在硫丹, 并影响其附近的水环境。硫丹的亲脂性强于亲水性, 水生生物体是其在水环境中的重要归宿之一^[18]。

本研究的牡蛎样本中硫丹含量的站间差别较大(图 2), 并且区域分布和年际变化不均匀(图 3)。这说明硫丹污染物的来源不完全固定、污染强度不稳定。初步推测其原因主要有四方面: 第一, 地区之间或采样点之间的经济结构有差别, 种植业所占的比例不同; 第二, 在不同地区或对不同的害虫用药量有差别; 第三, 气象水文条件可能影响硫丹在牡蛎体内的代谢和在环境中的残留时间; 第四, 种植业常有增产不一定增收的现象, 这会影响局部种植作物的品种、规模或田间管理, 从而导致同一观测站或区域硫丹用量的年际变化。但 S8 站邻近种植业很少的珠三角经济区, 为何在此站出现最高值? 其原因有待进一步研究。

2.4 牡蛎食用安全性分析

人体吸入、摄入或经皮肤吸收硫丹后会中毒, 并有致突变作用^[16], 近年来发达国家高度关注其在食品中的残留。对本研究结果进行统计表明, 华南沿海牡蛎样本中硫丹含量在未检出~ $12.2 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重范围内, 平均为 $1.8 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重。中国是水产品生产大国和重要输出国, 牡蛎是华南等地出产的重要贝类, 畅销海内外。与日本残留限量($4 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重^[9])比较, 硫丹含量超限的在 2008 年为 5 站次, 在 2009 年为 2 站次, 在 2010 年为 7 站次, 在 2011、2012 年均为 4 站次。超日本残留限量 2~3 倍的总计 5 站次(4.3%), 其余 17 站次的只是略微超限。与欧盟残留限量($10 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重^[24])比较, 硫丹含量在 2008、2009 年各有 1 站次略微超限。若与澳大利亚和加拿大的标准($100 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重^[9] 和 $200 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重^[25])比较, 华南沿海牡蛎样本中硫丹含量远低于其残留限量。

初步推测少数样本中硫丹超限的原因主要有三方面: 第一, 近几年我国仍在使用硫丹; 第二, 硫丹普遍存在于水环境中, 并向水生生物体转移^[18,23]; 第三, 硫丹的残留限量越来越严格, 比如欧盟过去规定为 $300 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重, 但 2006 年起修改为 $10 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重^[24]。日本于 2006 年起实施肯定列表制度, 其中硫丹限量为 $4 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重, 从中国输入日本的 1 批鳗鱼、2 批泥鳅因硫丹略超限而被迫退货^[26]。必须指出: 本研究的牡蛎样品中硫丹最高含量为 $12.2 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$, 即使体重 60 kg 的成人 1 d 摄入 1 kg 牡蛎肉, 或体重 6 kg 的儿童 1 d 摄入 100 g 牡蛎肉, 则人体对硫丹的摄入量最多为 $0.18 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{d}^{-1}$, 显然远低于世界卫生组织评估的人体安全摄取量($6 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{d}^{-1}$ ^[9])。因此, 笔者认为本研究的牡蛎不会因个别样品硫丹略超日本限量而影响其食用安全。

3 结论

2008—2012 年在华南沿海 23 个观测站采集的 115 份近江牡蛎样本中, α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸酯的检出率分别为 33%、32% 和 2.6%, 硫丹(三者合计)的检出率为 35%。硫丹含量在未检出~ $12.2 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重范围内, 平均为 $1.8 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重。区域平均值相对高低依次为珠江口($2.47 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)>粤东沿岸($2.21 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)>粤西沿岸($1.82 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)>海南沿岸($1.23 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)>广西沿岸($0.76 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重), 或广东沿岸($2.13 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)>海南沿岸($1.23 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)>广西沿岸($0.76 \text{ } \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 湿重)。硫丹含量存在不同程度的区域间、观测站间、年际间的差异, 显示其污染来源不固定, 污染强度不稳定。粤东、珠江口和粤西牡蛎中 α -硫丹/ β -硫丹的比值在 1.1~1.2 之间, 广西和海南岛牡蛎中 α -硫丹/ β -硫丹比值<1, 初步推测近年使用硫丹的可能性是广东沿岸地区>广西沿岸地区>海南岛沿岸地区。少数样本中硫丹残留量接近欧盟限量或略超过日本限量, 但远低于澳大利亚、加拿大的限量和世界卫生组织评估的人体安全摄取量。

致谢: 本研究所与上海海洋大学联合培养硕士研究生李娟、卢腾腾、王贺威、秦洁芳等协助样品处理, 特致谢忱!

参考文献:

- [1] 叶 玖, 姜琳琳, 余 颖. 渔业环境沉积物中硫丹及其代谢物残留的气相色谱分析[J]. 福建水产, 2012, 34(3):177-182.
- Ye M, Jiang L L, Yu Y. Analysis of endosulfan and its metabolite residues in sediment from fisheries environment by gas chromatography[J]. *Journal of Fujian Fisheries*, 2012, 34(3):177-182.
- [2] 胡国成, 许木启, 戴家银, 等. 硫丹对水生生物毒理效应的研究进展[J]. 中国水产科学, 2007, 14(6):1042-1047.
- Hu G C, Xu M Q, Dai J Y, et al. Research progress on toxicological effects of endosulfan on aquatic organism[J]. *Journal of Fishery Science of China*, 2007, 14(6):1042-1047.
- [3] Sharma S, Nagpure N S, Kumar R P, et al. Studies on the genotoxicity of endosulfan in different tissues of fresh water fish *Mystus vittatus* using the Comet Assay[J]. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 2007, 53(4):617-623.
- [4] 任南琪, 张晓丹, 周广红, 等. 硫丹致小鼠生精细胞凋亡及其机制研究[J]. 环境科学, 2008, 29(2):386-390.
- Ren N Q, Zhang X D, Zhou G H, et al. Induced apoptosis and mechanism of endosulfan in mouse germ cells[J]. *Environmental Science*, 2008, 29(2):386-390.
- [5] Weber J, Halsall C J, Muir D, et al. Endosulfan, a global pesticide: A review of its fate in the environment and occurrence in the Arctic[J]. *Science of the Environment*, 2010, 408(15):2966-2984.
- [6] Silva M H, Beauvais S L. Human health risk assessment of endosulfan I: Toxicology and hazard identification[J]. *Regul Toxicol Pharmacol*, 2010, 56(1):4-17.
- [7] 徐 甫, 周志俊. 硫丹的毒理学研究进展[J]. 环境与职业医学, 2011, 28(5):319-320.
- Xu P, Zhou Z J. Progress in research on toxicology of endosulfan[J]. *Journal of Environmental & Occupational Medicine*, 2011, 28(5):319-320.
- [8] 刘 琴. 硫丹将全球禁用[J]. 农药市场信息, 2011(13):7.
- Liu Q. Endosulfan will be disabled globally[J]. *Market Pesticide News*, 2011(13):7.
- [9] 李 娟, 甘居利. 几种有机氯杀虫剂对鱼类的毒性和残留效应[J]. 环境化学, 2011, 30(7):1241-1246.
- Li J, Gan J L. Toxic and residual effect on fish of several organochlorine insecticides[J]. *Environmental Chemistry*, 2011, 30(7):1241-1246.
- [10] 郭少忠. 关于鳗鱼硫丹残留初步调查的探讨[J]. 科学养鱼, 2006(10):6-7.
- Guo S Z. Discussion on preliminary investigation for endosulfan residues in eels[J]. *Scientific Fish Farming*, 2006(10):6-7.
- [11] 贾晓平, 林 钦, 李纯厚, 等. 南海渔业生态环境与生物资源污染效应研究[M]. 北京: 海洋出版社, 2004:4-20.
- Jia X P, Lin Q, Li C H, et al. Pollution effect on fishery environment and biological resource in South China Sea[M]. Beijing: Ocean Press, 2004:4-20.
- [12] Yatawara M, Qi S H, Owago O J, et al. Organochlorine pesticide and heavy metal residues in some edible biota collected from Quanzhou Bay and Xinghua Bay, Southeast China[J]. *Journal of Environmental Sciences*, 2010, 22(2):314-320.
- [13] 丘耀文, 郭玲利, 张 干. 深圳湾典型有机氯农药的生物累积及其人体健康风险[J]. 生态毒理学报, 2008, 3(1):42-47.
- Qiu Y W, Guo L L, Zhang G. Levels of organochlorine pesticides in organisms from Deep Bay and human health risk assessment[J]. *Asian Journal of Ecotoxicology*, 2008, 3(1):42-47.
- [14] Gan J L, Jia X P, Lin Q, et al. Changes in DDT and HCH levels in oysters (*Crassostrea rivularis*) from coast of Guangdong, China between 2003 and 2007[J]. *Journal of Environmental Science and Health, Part B: Pesticides, Food Contaminants, and Agricultural Waste*, 2009, 44(8):817-822.
- [15] 王清云, 甘居利, 陈海刚, 等. 广东沿岸牡蛎体内DDTs的时空变化趋势研究[J]. 水产学报, 2013, 37(3):86-93.
- Wang Q Y, Gan J L, Chen H G, et al. Spatial-temporal distribution characteristics of DDTs in Oysters (*Crassostrea rivularis* Gould) along Guangdong Coast, China[J]. *Journal of Fisheries of China*, 2013, 37(3):86-93.
- [16] 陈树兵, 俞雪钧, 樊苑牧, 等. 冷冻去脂-固相萃取-气相色谱法快速测定水产品中硫丹、硫丹硫酸酯和溴氰菊酯残留量[J]. 分析试验室, 2008, 27(4):80-83.
- Chen S B, Yu X J, Fan Y M, et al. Rapid determination of endosulfan, endosulfan sulfate and deltamethrin residues in aquatic products by freezing lipid filtration, solid phase extraction and gas chromatography[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2008, 27(4):80-83.
- [17] 李爱军, 周 晓, 张代辉, 等. 气相色谱法快速测定鱼肉中硫丹含量[J]. 饲料研究, 2007(6):20-21.
- Li A J, Zhou X, Zhang D H, et al. Rapid determination of endosulfan in fish meat by gas chromatography[J]. *Feed Research*, 2007(6):20-21.
- [18] Wu Y, Zhang J, Zhou Q. Persistent organochlorine residues in sediments from Chinese river/estuary systems[J]. *Environmental Pollution*, 1999, 105:143-150.
- [19] 李富根, 张文君, 王以燕. 硫丹的使用风险和管理动态[J]. 农药, 2009, 48(7):542-544.
- Li F G, Zhang W J, Wang Y Y. Usage risk and management dynamic of endosulfan[J]. *Pesticide*, 2009, 48(7):542-544.
- [20] Rao D M R. Studies on the relative toxicity and metabolism of endosulfan to the Indian major carp *Catla catla* with special reference to some biochemical changes induced by the pesticide[J]. *Pest Biochem Physiol*, 1989, 33(3):220-229.
- [21] Rachmansyah U, Yulianingsih R, Radiarta I N. Distribution of endosulfan residue along the west coast of South Sulawesi (Indonesia)[J]. *Journal Penelitian Indonesia*, 1999, 5(2):1-3.
- [22] Nowak B, Julli M. Residues of endosulfan in wild fish from cotton growing areas in New South Wales, Australia[J]. *Toxicological and Environmental Chemistry*, 1991, 33(3-4):151-167.
- [23] Xue N D, Zhang D R, Xu X B. Organochlorinated pesticide multi-residues in surface sediments from Beijing Guanting reservoir[J]. *Water Research*, 2006, 40(2):183-194.
- [24] Instruction 86/363/EEC 2006. Maximum Residue Limits on Pesticide Residue in Animal Derived Food[S].
- [25] Uenoa D, Inouea S, Ikeda K, et al. Specific accumulation of polychlorinated biphenyls and organochlorine 13 pesticides in Japanese common squid as a bioindicator[J]. *Environmental Pollution*, 2003, 125(2):227-235.
- [26] 肖 乐, 胡国成, 王 峰. 硫丹超标事件再次说明了什么[J]. 中国水产, 2006(9):13-15.
- Xiao L, Hu G C, Wang F. What it explains again that endosulfan residual exceed the limit[J]. *China Fisheries*, 2006(9):13-15.