



中华人民共和国国家标准

GB/T 31270.1—2014

化学农药环境安全评价试验准则 第 1 部分：土壤降解试验

Test guidelines on environmental safety assessment for chemical
pesticides—Part 1: Transformation in soils

2014-10-10 发布

2015-03-11 实施

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 发布

前 言

GB/T 31270《化学农药环境安全评价试验准则》分为 21 个部分：

- 第 1 部分：土壤降解试验；
- 第 2 部分：水解试验；
- 第 3 部分：光解试验；
- 第 4 部分：土壤吸附/解吸试验；
- 第 5 部分：土壤淋溶试验；
- 第 6 部分：挥发性试验；
- 第 7 部分：生物富集试验；
- 第 8 部分：水-沉积物系统降解试验；
- 第 9 部分：鸟类急性毒性试验；
- 第 10 部分：蜜蜂急性毒性试验；
- 第 11 部分：家蚕急性毒性试验；
- 第 12 部分：鱼类急性毒性试验；
- 第 13 部分：溞类急性活动抑制试验；
- 第 14 部分：藻类生长抑制试验；
- 第 15 部分：蚯蚓急性毒性试验；
- 第 16 部分：土壤微生物毒性试验；
- 第 17 部分：天敌赤眼蜂急性毒性试验；
- 第 18 部分：天敌两栖类急性毒性试验；
- 第 19 部分：非靶标植物影响试验；
- 第 20 部分：家畜短期饲喂毒性试验；
- 第 21 部分：大型甲壳类生物毒性试验。

本部分是 GB/T 31270 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分负责起草单位：农业部农药检定所、环保部南京环境科学研究所。

本部分主要起草人：孔德洋、陶传江、石利利、单正军、乔雄梧、蔡晓明、刘毅华、何红梅。

化学农药环境安全评价试验准则

第1部分：土壤降解试验

1 范围

GB/T 31270 的本部分规定了好氧和积水厌气条件下化学农药土壤降解试验的材料、条件、操作、质量控制、数据处理、试验报告等的基本要求。

本部分适用于为化学农药登记而进行的好氧和积水厌气条件下的土壤降解试验，其他类型的农药可参照使用。

本部分不适用于高挥发性化学农药的土壤降解特性测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

土壤降解 degradation in soil

农药在成土因子与田间耕作等因素的共同影响下，土壤中的残留农药逐渐由大分子分解成小分子，直至失去生物活性的全过程。

[NY/T 1667.5—2008, 定义 3.4.3]

2.2

降解半衰期 half-life time of degradation

农药降解量达 1/2 时所需的时间，用 $t_{0.5}$ 表示。

[NY/T 1667.5—2008, 定义 3.4.3]

2.3

供试物 test substance

试验中需要测试的物质。

2.4

化学农药 chemical pesticide

利用化学物质人工合成的农药。其中有些以天然产品中的活性物质为母体，进行仿制、结构改造，创新而成，为仿生合成农药。

同义词：有机合成农药 synthetic organic pesticide。

[NY/T 1667.1—2008, 定义 2.3.1]。

2.5

原药 technical material

在制造过程中得到的有效成分及杂质组成的最终产品，不能含有可见的外来物质和任何添加物，必要时可加入少量的稳定剂。

[NY/T 1667.2—2008, 定义 2.5.1]

2.6

制剂 formulation product

由农药原药(或母药)和助剂制成使用状态稳定的产品。

[NY/T 1667.2—2008,定义 2.4]

2.7

有效成分 active ingredient; a. i.

农药产品中具有生物活性的特定化学结构成分。

[NY/T 1667.2—2008,定义 3.1]

3 试验概述

将供试物添加到不同特性的土壤中,在一定的温度与水分含量条件下避光培养,定期采样测定土壤中供试物的残留量,以得到供试物在不同性质土壤中的降解曲线,求得供试物土壤降解半衰期。

4 试验方法

4.1 材料和条件

4.1.1 供试土壤

推荐红壤土、水稻土、黑土、潮土、褐土等5类土壤为供试土壤,其中,红壤土 pH 4.5~5.5,有机质含量为 0.8%~1.5%;水稻土 pH 5.5~7.0,有机质含量为 1.5%~2.0%;黑土 pH 6.5~7.5,有机质含量为 2.0%~3.0%;潮土 pH 7.5~8.5,有机质含量为 1.0%~2.0%;褐土 pH 6.5~8.5,有机质含量为 0.8%~1.5%。

采集时需了解记录采集地的植被、耕种作物、农药及化肥使用历史并选择含水量适合过筛的 0 cm~20 cm 表层土壤,除去植株根系、残体、石块等杂质。储存及运输过程中避免长时间风干、渍水、冰冻。采集后尽快进行处理,过 2 mm 筛,4 °C±2 °C 下避光、好气保存备用,并测定土壤 pH、有机质、阳离子代换量和机械组成,土壤保存期不超过半年。使用前在 25 °C 下加水至 40% 饱和持水量,避光培养 14 d 备用。

4.1.2 供试物

供试物应使用农药纯品、原药或制剂。

4.1.3 主要仪器设备

主要仪器设备如下:

- 恒温恒湿培养箱;
- 天平;
- 气相色谱仪;
- 液相色谱仪等。

4.2 试验操作

4.2.1 供试物溶液配制

将供试物溶于水中,对难溶于水的农药,可用少量对农药降解无干扰影响的有机溶剂助溶(如乙醇、丙酮等),加量不超过 1%(体积分数)。

4.2.2 好氧条件下的土壤降解

称取 20 g~50 g 土壤(干重,准确到 0.01 g)样品若干份,分别置于 150 mL 或 250 mL 锥形瓶中,并

加入 20 μg ~ 200 μg 供试物拌匀后,加水将土壤含水量调节到饱和持水量的 60%,塞上棉塞(或透气的硅胶塞),置于 25 °C ± 1 °C 黑暗的恒温恒湿箱中培养,定期取样至少 7 次,每次两个平行样,分别测定土壤中供试物残留量。培养过程中及时调节锥形瓶内水分含量,以保持原有持水状态。

通常试验进行至降解率达 90% 以上时终止;试验最长进行至 120 d。

4.2.3 积水厌气条件下的土壤降解

称取 20 g ~ 50 g 土壤(干重,准确到 0.01 g)样品若干份,分别置于 150 mL 或 250 mL 锥形瓶中,加入 20 μg ~ 200 μg 供试物拌匀后,加水至土壤表面有 1 cm 水层,塞上棉塞(或透气的硅胶塞),置于 25 °C ± 1 °C 黑暗的恒温恒湿箱中培养,定期取样至少 7 次,每次两个平行样,分别测定土壤中供试物残留量。培养过程中及时调节锥形瓶内水分含量,以保持原有持水状态。

试验持续时间同 4.2.2 好氧条件下的土壤降解试验。

4.3 数据处理

降解规律遵循一级动力学方程的农药,按式(1)、式(2)计算在土壤中的降解半衰期;降解规律不遵循一级动力学方程的农药,无需计算降解半衰期。

$$C_t = C_0 e^{-kt} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

C_t —— t 时土壤中供试物残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_0 —— 土壤中供试物初始含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

k —— 降解速率常数;

t —— 反应时间,单位为小时(h) 或天(d)。

$$t_{0.5} = \frac{\ln 2}{k} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$t_{0.5}$ —— 降解半衰期,单位为小时(h) 或天(d);

k —— 降解速率常数。

4.4 质量控制

质量控制条件包括:

—— 土壤中农药残留量分析方法回收率为 70% ~ 110%,最低检测浓度限应低于初始添加浓度的 1%。添加回收浓度应至少为初始添加浓度及其初始添加浓度的 10%,每个浓度 5 次重复。

—— 土壤中供试物初始(实测)含量 1 mg/kg ~ 10 mg/kg。

—— 降解动态曲线至少 7 个点,其中 5 个点浓度为初始含量的 20% ~ 80%。

5 试验报告

试验报告至少应包括下列内容:

—— 供试物的信息,包括供试农药的通用名、化学名称、结构式、CAS 号、纯度、基本理化性质、来源等;

—— 供试土壤的类型、pH 值、有机质含量、阳离子代换量、机械组成等基本理化性质;

—— 主要仪器设备;

—— 试验条件,包括温度、持水量、初始浓度、取样时间;

—— 土壤中农药残留量分析方法描述,包括样品前处理、测定条件、线性范围、添加回收率、相对标

准偏差、方法定量限、典型谱图等；

——试验结果,包括测定结果、降解曲线、降解半衰期、相关系数、典型降解产物及实测典型谱图等；

——降解性等级划分参见附录 A。

附 录 A

(资料性附录)

农药对在土壤中的降解性等级划分

按农药土壤降解半衰期,将农药土壤降解特性划分为四级,见表 A.1。

表 A.1 农药在土壤中的降解性等级划分

等 级	半衰期 $t_{0.5}/d$	降 解 性
I	$t_{0.5} \leq 30$	易降解
II	$30 < t_{0.5} \leq 90$	中等降解
III	$90 < t_{0.5} \leq 180$	较难降解
IV	$t_{0.5} > 180$	难降解

参 考 文 献

- [1] NY/T 1667.1—2008 农药登记管理术语 第1部分:基本术语
 - [2] NY/T 1667.2—2008 农药登记管理术语 第2部分:产品化学
 - [3] NY/T 1667.5—2008 农药登记管理术语 第5部分:环境影响
 - [4] US EPA (1998). Soil Biodegradation (OPPTS 835.3300). Fate, Transpot and Transformation Test Guidelines.
 - [5] US EPA (2008). Aerobic Soil Metabolism (OPPTS 835.4100). Fate, Transpot and Transformation Test Guidelines.
 - [6] US EPA (2008). Anaerobic Soil Metabolism (OPPTS 835.4200). Fate, Transpot and Transformation Test Guidelines.
 - [7] OECD (2002) Guideline 307: Aerobic and Anaerobic Transformation in soil, OECD Guidelines for the Testing of Chemicals.
 - [8] 蔡道基. 农药环境毒理学研究. 北京:中国环境科学出版社,1999.
-