



中华人民共和国国家标准

GB/T 31270.8—2014

化学农药环境安全评价试验准则 第 8 部分：水-沉积物系统降解试验

Test guidelines on environmental safety assessment for chemical
pesticides—Part 8: Degradation in water-sediment systems

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 8 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：马晓东、郟凤华、林燕、宋宁慧、郭子靖、徐军、王会利、甘天。

化学农药环境安全评价试验准则

第 8 部分:水-沉积物系统降解试验

1 范围

GB/T 31270 的本部分规定了在好氧和厌氧条件下,化学农药在水-沉积物系统中降解转化的材料、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水-沉积物系统降解试验,其他类型的农药可参照使用。

本部分不适用于在水中易挥发的化学农药。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

沉积物 sediment

天然水体中沉积并与水体分离而成的、由矿物质和有机化学组分构成的混合物,其中有机化学组分中含有高碳、氮含量和高分子质量的化合物。

2.2

水-沉积物降解 degradation in water and sediment

农药在水体及底泥中的降解。

[NY/T 1667.5—2008,定义 3.4.3.2]

2.3

供试物 test substance

试验中需要测试的物质。

2.4

降解半衰期 half-life time of degradation

供试物浓度经降解减少至初始浓度的 1/2 时所需的时间,用 $t_{0.5}$ 表示。

2.5

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]

2.6

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]

2.7

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]

2.8

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

水-沉积物降解试验是将供试物施入水-沉积物系统中,在一定试验条件下进行培养,定期取样,测定供试物在水-沉积物系统中的降解特性。

4 试验方法

4.1 材料和条件

4.1.1 供试物

供试物应使用农药纯品、原药或制剂。

4.1.2 供试沉积物

4.1.2.1 供试沉积物的选择

使用两种沉积物:一种沉积物具有较高的有机碳含量和细质地([粘土+粉土]的含量大于50%的结构);另一种沉积物具有较低的有机碳含量和粗质地([粘土+粉土]的含量小于50%的结构)。两种沉积物的有机质含量差异不小于2%, [粘土+粉土]成分含量差异不小于20%。厌氧降解试验中,使用取自表面水体厌氧区域的沉积物及其相关水体。

4.1.2.2 供试沉积物的采集

自厚度在5 cm~10 cm厚的沉积物层采集供试沉积物,同时在同一处采样点采集相关的水样。

4.1.2.3 供试沉积物的处理

采集的沉积物先过滤除去多余的水,再用2 mm筛网湿筛。测定水和沉积物的理化参数。水样测定温度、pH、总有机碳含量(TOC)、含氧量和氧化还原势能;沉积物测定pH、粒度、总有机碳含量、微生物量和氧化还原势能。

4.1.2.4 供试沉积物的储存

沉积物应先过滤除去多余的水,再用2 mm筛网湿筛后连水一起存储。水层厚度为6 cm~10 cm,储存在黑暗、(4±2)℃的条件下。好氧降解试验的供试沉积物应在通气良好的环境下存储(例如在开放的容器里),厌氧降解试验的供试沉积物应去氧处理。

在储存和运输的过程中不得冷冻或干燥沉积物和水。

4.1.3 主要仪器设备

主要仪器设备如下：

- 恒温培养箱；
- 气相色谱仪或液相色谱仪或气质联用仪或液质联用仪等。

4.1.4 试验条件

好氧降解试验，在 $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、黑暗条件下进行培养，并且培养瓶中通入充足的氧气。厌氧降解试验，培养期间向培养瓶中通入惰性气体（如氮气）使其保持厌氧环境。

4.2 试验操作

4.2.1 预培养

施入供试物之前，水和沉积物在与正式试验条件相同的环境条件下进行预培养，使系统达到合理稳定的状态。预培养时间一般为7d~14d，一般不超过28d。每个培养瓶中水和沉积物的体积比控制在3:1和4:1之间，沉积物层的厚度为 $(2.5 \pm 0.5)\text{cm}$ ，每个培养瓶中的沉积物不少于50g（干重）。

4.2.2 正式试验

将供试物配制成水溶液施入试验系统的水相，尽可能地减小对沉积物相的干扰。直接用于水体的供试物，用推荐的最大使用剂量与培养瓶的水相表面积推算初始供试物浓度。当初始供试物浓度接近最低检测限时，可适当提高添加量；其他情况下，供试物初始浓度应保证阐明供试农药在水-沉积物系统中的降解特性。

好氧降解试验，在 $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、黑暗条件下进行培养，并且培养瓶中通入充足的氧气。厌氧降解试验，培养期间向培养瓶中通入惰性气体（如氮气）使其保持厌氧环境。

培养过程中定期取样，至少取样7次（包括0点），每次取样至少有两个重复。取样后将沉积物和其上层的水分开，分别测定供试物含量。同时设置未加供试物的空白对照，试验结束后测定空白对照中沉积物的微生物量和水中总有机碳量。如使用助溶剂，一般应不超过1%；如超过1%则需设置两个溶剂对照。

试验持续至供试物降解至90%以上，但试验时间不超过100d。

4.3 数据处理

降解规律遵循一级动力学方程的供试物，按式(1)~式(3)计算供试物在水相和整个系统中的半衰期；降解规律不遵循一级动力学方程的农药无需计算半衰期。计算结果保留三位有效数字。

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

式中：

- C_t —— t 时水相中的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- C_0 ——水相中的初始浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- k ——降解速率常数；
- t ——培养时间。

$$M_t = M_0 e^{-kt} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- M_0 ——整个系统中的初始含量，单位为毫克(mg)；
- M_t —— t 时整个系统中的含量，单位为毫克(mg)。

$$t_{0.5} = \frac{\ln 2}{k} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$t_{0.5}$ ——半衰期；

k ——降解速率常数。

4.4 质量控制

质量控制条件包括：

——水和沉积物中供试物残留量测定的添加回收率在70%~110%之间，最低检测浓度应低于初始浓度的1%。添加回收试验应至少包括初始浓度的10%和初始添加浓度，每个添加浓度5次重复。

——供试物在水中和水-沉积物系统中的降解动态曲线至少包括7个点，其中5个点的浓度或含量为初始值的20%~80%。

5 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

——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；

——供试沉积物的信息，包括采样点的位置和描述(必要时包括其污染史)、水和沉积物采集、处理、储存和预培养的信息、水和沉积物的理化性质；

——主要仪器设备；

——试验方法描述，包括试验系统(试验器皿、水体积、沉积物重量、水和沉积物的厚度、通气设备、通风途径、搅动的方法等)、初始施用浓度和施入方法、试验温度、取样次数；

——水和沉积物中供试物残留分析方法，包括样品提取、测定条件、线性范围、添加回收率、相对标准偏差、最低检测限、添加回收试验典型谱图；

——试验结果，包括供试物在水、沉积物以及整个系统中的含量及实测典型谱图，供试物在水中、整个系统中的降解曲线和降解半衰期；

——供试物的降解特性等级划分参见附录A。

附 录 A
(资料性附录)

农药在水-沉积物系统中降解特性等级划分

按农药在水-沉积物系统中的降解半衰期,将农药在水-沉积物系统中的降解特性划分成四个等级,见表 A.1。

表 A.1 农药在水-沉积物系统中的降解特性等级划分

等级	半衰期 $t_{0.5}/d$	降解特性
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, Transport and Transformation Test Guidelines.
 - [5] OECD(2002). Guideline 308: Aerobic and Anaerobic Transformation in Aquatic Sediment Systems. OECD testing guidelines for chemicals.
 - [6] USEPA (2008). Aerobic Aquatic Metabolism (OCSPP 835.4300). Fate, transport and transformation test guidelines.
 - [7] USEPA (2008). Anaerobic Aquatic Metabolism Fate (OCSPP 835.4400). Transport and transformation test guidelines.
 - [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.
-