

中华人民共和国农业行业标准

NY/T xxxx—xxxx

化学农药 旱田田间消散试验准则

Terrestrial Field Dissipation/Degradation

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

xxxx -xx-xx发布

xxxx -xx-xx实施

中华人民共和国农业部发布

前 言

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种植业管理司提出并归口。

本部分负责起草单位：农业部农药检定所、中国农业科学院植物保护研究所。

本部分主要起草人：

化学农药 田间(旱地)消散试验准则

1 范围

本部分规定了旱田田间消散试验的供试物信息、田间小区位置选择、田间小区设计、试验步骤、试验材料与条件、试验设计与操作、数据分析、质量控制、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旱田田间消散试验，其他类型的农药可参照使用。颗粒剂、缓慢释放等农药剂型不适用本准则。

2 规范性引用文件

下列文件对本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

NY/T 1667.1-2008 农药登记管理术语 第一部分：基本术语

NY/T 1667.2-2008 农药登记管理术语 第二部分：产品化学

NY/T 1667.5-2008 农药登记管理术语 第五部分：环境影响

NY/T XXXXXX 农药登记 环境降解动力学评估及计算指南

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

旱田田间消散 Terrestrial Field Dissipation

旱地田间消散是指旱地田间土壤中农药等物质从其施用位置消失或与环境分离的全部过程，包括土壤降解、土壤表面光解、挥发、植物吸收和淋溶。用来指导农药在田间的降解消散研究，确定有效成分及其主要转化产物在环境中的消解和归宿。

3.2

消散半衰期 half-life time of dissipation

农药在环境介质中消失量达 1/2 时所需的时间，用 $t_{0.5}$ (DT_{50}) 表示。当明确消失的过程仅为降解时，可表示为 $DegT_{50}$ ；当消失的过程为消散时，可表示为 $DisT_{50}$ 。

3.3

降解半衰期 half-life time of degradation

农药在环境介质中降解量达 1/2 时所需的时间，用 $DegT_{50}$ 表示。

4 试验概述

将农药供试物按推荐方法均匀施用于经人工准备的田间裸露土壤表面，定期田间采样并测定

土壤中供试物的残留量，以得到供试物在田间土壤中的消散曲线，求得供试物土壤消散半衰期。当挥发、土壤表面光解等表面消散过程的影响可以被排除时（如施药后即发生降雨或化合物既不易挥发，也不宜光解），可计算降解半衰期（参见附录 A）。

5 试验方法

5.1 材料和条件

5.1.1 田间小区设计

5.1.1.1 位置选择

根据农药供试物推荐的主要应用地区和作物情况选择田间试验点数，通常是3到6个试验点。试验点应选择有代表性的土壤、气候、田间管理措施等的区域，所选的小区位置应至少三年内未使用过试验农药供试物或其他相似性质（化学分类、通常不挥发转化产物等）的农药。小区位置选择应是环境风险最糟糕情况下，农药供试物推荐使用的典型区域或者基于暴露分析模型中需要的关注点。主要考虑以下因素：

- 推荐使用/作物的情况
- 土壤特征
- 地形（地面需水平且平整）
- 气候（包括温度、降水量及分布、光照强度）
- 施用农药的剂型、时间、频率和方法
- 试验地的田间管理

5.1.1.2 小区大小

典型的小区面积从4m×10m到10m×10m不等。当农药供试物分散不均匀或消解曲线难以产生或解释时，可以适当减少小区面积（如2m×6m或2m×12m）。小区大小的设置主要考虑以下因素：

- 农药供试物的物理化学性质；
- 实验室获得的环境归趋数据；
- 农药供试物推荐的施用技术、使用方法；
- 试验地特征；
- 采样时间间隔和需采集土壤样品数量。

处理小区至少应设2重复，另设一个未处理的空白对照小区。小区之间设足够面积的保护行（区）。

5.1.1.3 小区管理

小区准备：传统耕作，保护性耕作或免耕，施药前可以浅耕（20-30cm），保证试验小区表层土壤均匀平坦且没有石块、草根、地膜等杂物。

杂草控制：杂草面积超过小区面积 10% 时，应选择适当除草剂进行除草。试验周期内，应避免机械除草。

灌溉：试验中应根据当地历史气象数据，使用合适的灌溉设备和方法（一般采用喷淋方法）对试验田补充适量的水分（当试验期间平均月降雨量小于前十年月平均降雨量时，应灌溉补水达到上一年的平均降雨量），以防止超出当地正常气象条件下的干旱现象出现。当采用灌溉措施时，应该记录灌溉的时间和用水量。

环境条件和监控：第一次施药前 5d 至试验结束，记录每日空气和土壤的最高、最低和平均温度，总降水量，平均风速和蒸腾量等信息。

5.1.1.4 供试物的施用

施药设备：施药设备每个喷头喷雾量不应超过 10% 的误差，应使用最小化飘移损失的施药设备。

施用量和施用方式：农药应按照农药供试物标签上推荐的最大使用量（或年度累计使用量）和施药方法施药一次。当无法满足分析检测限定时，可提高推荐的最大使用量进行试验，但需保证不影响土壤微生物作用。

施用的其他要求：

- 农药供试物应按推荐的使用方法在一年中作物生长周期所对应的特定时间和阶段施用。
- 按照供试物标签说明使用统一的特定剂型进行施药。
- 当供试物推荐的使用方法为混剂时，应直接施用混剂。

5.1.1.5 土壤采样

采样方法：土壤样品的采集数目和直径（通常为 2.5-12 厘米）的确定应该基于小区的面积大小、土壤类型和需要分析的土壤样品的数量。一个重复小区中采集的多个相同土层深度的土壤样品可混合，作为有代表性的混合样品用于检测分析，并根据不同时间的采样次数，把实验小区进一步划分多个次级小区（至少 10 个），每次级小区应选足够数量（5 个点）的采样点以确保样品能够代表本次级小区的情况。试验全程应统一采样方法，采样后应该标记取样位置，避免同一位置采样两次。采样后用未处理区域的土壤填满采样点，以防止不同深度土层的交叉污染。

采样深度：每次采样时应根据农药供试物及其降解产物垂直分布特征，确定土壤采样深度。当供试物的实验室归趋特征显示淋溶是其重要的消解途径时，土壤采样通常应在 1m 深的土层进行，且把 1m 土层分为若干段用于检测分析（例如 10cm, 10cm, 10cm, 20cm, 50cm）。当供试物的实验室归趋参数表明该农药的淋溶性较低时，可减少土壤采样深度，但应需在土壤的生物活性区

域（该区域可定义为耕作最大深度、农作物的生根深度和不透水土层深度三者中的最大值），但至少不应低于 30cm。

土壤采样时间和数量：土壤采样应该在处理前、处理后（0 d）和递增的采样间隔期（每天、每周、每月）进行，采样时间间隔的确定应基于实验室试验相关数据和其他田间试验结果。空白对照小区的土壤采样只需要在试验开始前期进行。样品采集量应足够后续样品分析所需，采集次数应保证能监测到供试物母体化合物小于初始浓度的 10%，以及土壤主要代谢物达到峰值，并降到小于峰值的 10%，或试验进行至 2 年时终止。

5.1.1.6 土壤样品处理

当土壤样品不能立即提取分析时，则应该尽快冷冻运输和保存（至少 24 小时之内，-18℃及以下）。样品在加工过程中要在冷冻或者干冰存在下进行，土壤样品在提取前不能风干。

5.1.1.7 提高灵敏度

在技术和条件可行的情况下，应根据试验需要通过以下方式提高分析方法灵敏度：

- 降低采样土壤层厚度；
- 增加土壤采样面积；
- 在适当情况下增加施药量；
- 在适当情况下增加土壤样品采集的重复次数。

5.1.2 主要仪器设备

- 田间土壤采样器；
- 喷雾器；
- 土壤研磨机；
- 振荡机；
- 离心机；
- 超高效液相色谱三重四级杆质谱串联仪等。

5.1.3 环境条件

除有特殊要求外，试验期间的气象、试验区环境等条件均应保持与试验地周边保持一致，并详细记录试验现场所获得的各种气象信息。

5.2 试验操作

5.2.1 供试物药液配制

根据供试物农药制剂标签推荐的最大使用量，准确称量并用水稀释为均匀药液于喷雾器中（或采用土壤混合的方式），并搅拌均匀。施药前应进行喷雾器校准。

5.2.2 试验步骤

将配制好的供试物药液按试验设计要求均匀喷施（如采用土壤混合的方式施药，则采用合适的方法均匀撒施）在试验小区土壤表面，待表面土壤风干后 4 小时内采集 0d 样品（可适当减少采样深度），定期取样至少 8 次，田间小区至少 2 个重复，每次在 2 个重复小区中各采两个平行样（一个平行样 5 个点），分别测定每个重复小区土壤中的供试物残留量。

5.2.3 试验终点

当供试物母体化合物和主要代谢或降解产物消散率达 90 %以上，或试验进行至 2 年时终止试验。

5.3 数据处理

按 NY/T XXXX-XXXX 农药登记 环境降解动力学评估及计算指南 6.2.2.4 的要求计算 $DisT_{50}$ 和 $DegT_{50}$ 。

5.4 质量控制

质量控制条件包括：

——田间实际施药量损失 \leq 30%；

——土壤中农药残留量分析方法平均回收率为 70 %~110 %，相对标准偏差（RSD） \leq 20%；

最低添加浓度在 LOQ 附近，每个浓度 5 次重复；

——消散动态曲线至少包含 8 个数据点。

6 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

——供试物及其代谢物信息，包括供试物剂型、化学名称、结构式、CAS 号、纯度、基本理化性质、来源等；

——试验田的位置，包括地理坐标（如纬度，经度）、位置图（如地形图，航空照片或土壤勘测图）、处理区和空白对照区的大小和性状；

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

——试验田三年的历史信息（例如种植的作物、所使用的农药和化肥）；

——主要仪器设备；

——试验条件，包括每日气温（最小值，最大值）、每日降雨和灌溉（记录单独的降雨事件），强度和持续时间、每周和每月的降水量和灌溉量总和、每周平均土壤温度、土壤水分含量、取样时间、田间实际施用量、施用次数等；

——土壤中残留分析方法描述，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、消散曲线、消散半衰期、相关系数、典型降解产物及实测典型谱图等。

附录 A

(资料性附录)

降解半衰期(DegT₅₀)模块处理方法

当试验数据主要用于计算 DegT₅₀ 时，按降解半衰期(DegT₅₀)模块进行旱田田间消散试验操作并应遵循以下要求：

- 施药后待表面土壤风干后翻地 7-10cm，防止供试物光解。
- 或施药后待表面土壤风干后覆沙 1cm 左右，防止供试物光解。
- 或施药后待表面土壤风干后淋雨 10mm（总降雨量达到 10mm），或当施药后 X 天下雨并降雨量达到 10mm 时，从 X 天的下一天到试验结束。

参考文献

- [1] OECD (2016) Guideline: Guidance Document for Conducting Pesticide Terrestrial Field Dissipation Studies.
 - [2] EPA (2006) Guideline: NAFTA Guidance Document for Conducting Terrestrial Field Dissipation Studies.
-