МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33043— 2014

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Вымывание из почвенных колонок

(OECD, Test No312:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1. ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык руководящего документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. №71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 – 97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004 – 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 ноября 2014 г. № 1699-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33043–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу OECD, Test No 312:2004 Leaching in Soil Columns (ОЭСР, Тест № 312:2004 Вымывание из почвенных колонок).

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Химические вещества могут попадать в почву за счет их преднамеренного внесения (например, агрохимикаты или пестициды) или опосредовано (например, со сточными водами, осадками сточных вод, с пылью и осадками). Для оценки риска этих химикатов важно установить их потенциальную возможность к трансформации в почве и к миграции в более глубокие слои почвы (вымыванию) и, в итоге, к попаданию в грунтовые воды.

Существуют несколько лабораторных методов оценки миграции химических веществ в почве, например, почвенная тонкослойная хроматография, почвенная толстослойная хроматография, почвенная колоночная хроматография и адсорбционно-десорбционные измерения [1], [2]. Для неионизированных веществ коэффициент распределения n-октанол/вода (Pow) позволяет предварительно оценить их адсорбционный потенциал и потенциал к вымыванию [3], [4], [5].

Метод, описанный в данном стандарте, основан на колоночной хроматографии почв нарушенного сложения. Для изучения (а) процесса миграции тестируемого вещества или (б) продуктов его трансформации (опыты с состаренными остатками) в почвах используют два типа экспериментов в контролируемых лабораторных условиях[1)]. Метод базируется на существующих руководствах [6], [7], [8], [9], [10], [11].

Типы почв и их количество, используемых в этом тесте, регламентируется результатами Совещания ОЭСР по вопросу отбора почв и донных отложений, состоявшемся в Белгирате (Италия) в 1995 году. Там же подготовлены рекомендации по отбору, обработке и хранению проб почв для экспериментов по вымыванию.

[1)] Колоночные эксперименты с пестицидами могут дать информацию о подвижности тестируемого вещества и продуктах его трансформации и тем самым дополнить сорбционные исследования.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Вымывание из почвенных колонок

Testing of chemicals of environmental hazard
Leaching in Soil Columns

Дата введения – 2015—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения способности химических веществ вымываться из почв.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применимы термины со следующими определениями:

2.1 **состаренные остатки в почве** (aged soil residue): Тестируемое вещество и продукты его трансформации, находящиеся в почве после внесения и последующего за ним периода достаточно длительного для протекания процессов миграции, адсорбции, метаболизма и диффузии, изменяющих распределение и химическую природу вносимого химического вещества [1].

2.2 **модельные осадки** (artificial rain): Раствор 0,01 М $CaCl_2$ в дистиллированной или бидистиллированной воде.

2.3 **среднее расстояние вымывания** (average leaching distance): Нижняя граница сегмента почвы, где кумулятивный выход вещества составляет 50 % от его общего выхода (в обычном эксперименте по вымыванию) или нижняя граница сегмента почвы, где кумулятивный выход вещества составляет 50 % от содержания в слое состаренных остатков [2].

2.4 **фильтрат** (leachate): Водная фаза, просочившаяся через почвенный профиль или почвенную колонку [1].

2.5 **вымывание** (leaching): Процесс, при котором химическое вещество движется вниз по почвенному профилю или почвенной колонке [1].

2.6 **расстояние вымывания** (leaching distance): Самый глубокий сегмент почвы, где после процесса вымывания обнаруживается более 0,5 % внесенного тестируемого вещества или его состаренных остатков (эквивалентно глубине проникновения).

2.7 **предел обнаружения** (limit of detection–LOD) **и предел количественного определения** (limit of quantification–LOQ): Предел обнаружения (LOD) является концентрацией вещества, ниже которой вещество нельзя отличить от аналитических артефактов; предел количественного определения (LOQ)–концентрация вещества, ниже которой концентрация не может быть определена с необходимой точностью.

2.8 **относительный коэффициент подвижности** (relative mobility factor–RMF): Расстояние вымывания тестируемого вещества, см/расстояние вымывания вещества сравнения, см.

2.9 **тестируемое вещество** (test substance): Любое вещество, как исходное, так и продукты его трансформации.

2.10 **продукты трансформации** (transformation product): Все вещества, образующиеся в результате биотических или абиотических реакций трансформации тестируемого вещества, включая CO_2, и находящиеся в связанных остатках.

2.11 **почва** (soil): Смесь минеральных и органических химических компонентов с высоким содержанием углерода, азота и высокой молекулярной массой, заселенная микроорганизмами; почва может быть использована в эксперименте в двух состояниях:

-ненарушенном, как она развивалась во времени, с характерными почвенными горизонтами, характерными для различных типов почв;

-нарушенном, какое обычно встречается на пахотных участках, или когда почвенные образцы отбирают выкапыванием для использования согласно руководству [2].

Издание официальное

3 Принцип теста

Колонки, изготовленные из подходящего инертного материала (стекло, нержавеющая сталь, алюминий, тефлон, ПВХ и т.д.), заполняют почвой, затем насыщают водой, начинают промывать «модельным дождем» (см. определения в пункте 2) и дают воде стечь. Затем на поверхность каждой почвенной колонки наносят тестируемое вещество и/или состаренные остатки тестируемого вещества. Потом почвенные колонки промывают «модельным дождем», а промывную воду (фильтрат) собирают. По окончании процесса промывки почву удаляют из колонок и разделяют на необходимое количество сегментов в зависимости от задач эксперимента. Каждый почвенный сегмент и фильтрат затем анализируют на наличие тестируемого вещества и, при необходимости, продуктов его трансформации или других интересующих веществ.

4 Применимость теста

Метод применим к тестируемым веществам (без радиоактивной метки или с меткой, например, по изотопу ^{14}C), для которых существуют аналитические методы, обладающие необходимой точностью и чувствительностью. Метод не применим для веществ, которые испаряются из почвы и воды и, таким образом, не остаются в почве и/или фильтрате в условиях данного эксперимента.

5 Информация о тестируемом веществе

5.1 Для измерения подвижности веществ в почвенных колонках могут использоваться тестируемые вещества без радиоактивной метки или с меткой. Материал с радиоактивной меткой необходим при изучении продуктов трансформации тестируемого вещества (состаренных остатков) и определения баланса масс. Рекомендуется метка по изотопу ^{14}C, но возможно использование и других изотопов: ^{13}C, ^{15}N, ^{3}H, ^{32}P. Предпочтительнее метку помещать в наиболее стабильную часть молекулы. Чистота тестируемого вещества должна быть не ниже 95 %.

5.2 Большинство препаратов должно изучаться в виде определенных веществ. Однако для пестицидов при изучении вымывания возможно использование препаративных форм. Исследование действующего вещества особенно необходимо, если препаративная форма может влиять на скорость высвобождения вещества (например, гранулированные препараты или препараты с контролируемым высвобождением). Для опытов с вымыванием состаренных остатков необходимо использовать чистое исходное тестируемое вещество.

5.3 Перед выполнением теста по вымыванию в почвенных колонках требуется следующая информация о тестируемом веществе:

a) растворимость в воде [13];
b) растворимость в органических растворителях;
c) давление пара [13] и константа Генри;
d) коэффициент распределения n-октанол/вода [13];
e) коэффициент адсорбции (Kd, Kf или Koc) [13];
f) данные по гидролизу [13];
g) константа диссоциации (pKa) [13];
h) аэробная и анаэробная трансформация в почве [13].

Примечание – Температура, при которой проводились эти измерения, должна быть указана в отчете.

5.4 Количество тестируемого вещества, внесенного в почвенные колонки, должно быть достаточным для обнаружения как минимум 0,5 % от внесенной дозы в каждом отдельном почвенном сегменте. Для пестицида количество внесенного тестируемого вещества может соответствовать максимальной рекомендуемой норме его однократного применения.

5.5 Для определения количества тестируемого вещества и, при необходимости, продуктов его трансформации в почве и фильтрате необходимо применять подходящий аналитический метод с известной точностью, разрешением и чувствительностью. Также должен быть известен аналитический предел обнаружения тестируемого вещества и основных продуктов его трансформации (обычно для всех продуктов трансформации, которые составляют 10 % и более от внесенной дозы) (см. пункт 7.2.2).

6 Вещества сравнения

6.1 Для оценки относительной подвижности тестируемого вещества в почве следует применять вещества сравнения с известной подвижностью, например, атразин или монурон, которые рассматриваются как вещества со средней подвижностью в полевых условиях [1], [8], [11]. Чтобы проследить движение воды в колонке и подтвердить гидродинамические свойства почвенной колонки, следует использовать несорбирующиеся и устойчивые полярные вещества сравнения (например, тритий, бромид-ион, флуоресцеин, эозин).

6.2 Аналитические стандарты веществ также могут быть использованы для характеристики и/или идентификации продуктов трансформации, обнаруживаемых в почвенных сегментах и фильтратах хроматографическими, спектроскопическими или другими подходящими методами.

7 Критерии качества теста

7.1 Степень извлечения

Сумма процентного содержания тестируемого вещества, обнаруженного в почвенных сегментах и в прошедшем после промывания через колонку фильтрате, составляет степень извлечения вещества в колоночном эксперименте. Степень извлечения должна быть от 90 % до 110 % для веществ с радиоактивной меткой [11] и от 70 % до 110 % для веществ без метки [8].

7.2 Воспроизводимость и чувствительность аналитического метода

7.2.1 Воспроизводимость аналитического метода для количественной оценки тестируемого вещества следует оценивать повторным анализом того же экстракта из почвенного сегмента или фильтрата (см. пункт 5.5).

7.2.2 Предел обнаружения (LOD) используемого аналитического метода для анализа тестируемого вещества и продуктов его трансформации должен составлять не более 0,01 мг/кг тестируемого вещества в каждом почвенном сегменте или фильтрате или не ниже 0,5 % от внесенной дозы в каждом отдельном почвенном сегменте. Предел количественного определения (LOQ) должен быть также указан.

8 Описание теста

8.1 Тест–система

Колонки для изучения миграции (разделенные или неразделенные на секции) должны быть изготовлены из инертного материала (например, стекло, нержавеющая сталь, алюминий, тефлон, ПВХ) с внутренним диаметром не менее 4 см и минимальной высотой 35 см. Материал колонок должен быть проверен на потенциальную возможность взаимодействия с тестируемым веществом и/или продуктами его трансформации. Примеры подходящих секционных и несекционных колонок показаны в приложении А.

Для заполнения и уплотнения почвенных колонок используют ложку, плунжер и встряхиватель.

Для нанесения модельных осадков на почвенные колонки используют поршень или перистальтические насосы, душевые насадки, бутылки Мариотта или простые капельные воронки.

8.2 Лабораторное оборудование и реактивы

Требуется стандартное лабораторное оборудование, а именно:

-аналитические приборы, например, оборудование для ГЖХ, ВЭЖХ, ТСХ, включая необходимую систему детектирования для анализа веществ с радиоактивной меткой или без нее или методом обратного изотопного разведения;

-приборы для идентификации веществ (например, МС, ГХ-МС, ВЭЖХ-МС, ЯМР и т. д.);

-жидкостной сцинтилляционный счётчик для тестируемых веществ с радиоактивной меткой;

-установка окисления для озоления меченых материалов;

-приборы для экстракции (например, центрифужные пробирки для холодной экстракции и аппарат Сокслета для непрерывной экстракции в обратном потоке);

-аппаратура для концентрирования растворов и экстрактов (например, роторный испаритель).

Химические реактивы: органические растворители аналитической квалификации (ацетон, метанол и т.д.), сцинцилляционный раствор, раствор 0,01М $CaCl_2$ в дистиллированной или бидистилированной воде (модельные осадки).

8.3 Тестируемое вещество

8.3.1 Для внесения тестируемого вещества на почвенную колонку его нужно растворить в дистиллированной или бидистиллированной воде. Если вещество слабо растворимо в воде, его следует вносить или в виде препаративной формы (при необходимости после суспензирования или

эмульгирования в воде), или в любом органическом растворителе. При использовании органического растворителя его нужно брать в минимальном количестве и дать ему испариться с поверхности почвы до начала процедуры промывки. Твердые препаративные формы, такие как гранулы, следует вносить в твердой форме без воды. Чтобы обеспечить их лучшее распределение на поверхности почвенной колонки, перед внесением их можно смешать с небольшим количеством кварцевого песка (около 1 г).

8.3.2 Количество внесенного тестируемого вещества должно быть достаточным для обнаружения в каждом почвенном сегменте–не менее 0,5 % от внесенной дозы. Для пестицида это может быть основано на максимальной рекомендуемой норме применения (при однократной обработке). Как для исходных, так и для состаренных остатков пестицида, следует учитывать площадь поверхности используемой почвенной колонки[2)].

8.4 Вещество сравнения

В экспериментах по вымыванию должны быть использованы вещества сравнения (см. пункт 6.1). Их нужно вносить на поверхность почвенной колонки таким же способом, как и тестируемое вещество, и в такой дозе, которая обеспечивает требуемый уровень обнаружения;

или в виде внешнего стандарта вместе с тестируемым веществом в ту же почвенную колонку, или отдельно в отдельную почвенную колонку. Предпочтительнее, чтобы оба вещества продвигались в одной и той же колонке, кроме случаев, когда вещества одинаково помечены.

8.5 Почвы

8.5.1 Выбор почв

8.5.1.1 Для колоночных экспериментов необходимо использовать три-четыре типа почвы с различными величинами pH, содержанием органического углерода и гранулометрическим составом [12]. Руководством для выбора почв для колоночных экспериментов может служить таблица 1. Для ионизируемых тестируемых веществ почвы должны охватывать широкий диапазон pH, чтобы оценить подвижность вещества в его ионизированной и неионизированной формах. По крайней мере три типа почвы должны иметь ту величину pH, при которой тестируемое вещество находится в подвижной форме.

8.5.1.2 Иногда для представления почв холодных, умеренных и тропических регионов стран-членов ОЭСР может быть необходимо использовать другие типы почв. В таком случае эти почвы должны быть охарактеризованы теми же параметрами и иметь аналогичные диапазоны свойств, как те, что описаны в руководстве по выбору почв для экспериментов по вымыванию (таблица 1), даже если они не совсем точно соответствуют указанным критериям.

Таблица 1 – Руководство для отбора почв в колоночных экспериментах по вымыванию

№ почвы	pH	Органический углерод, %	Содержание глины, %	Грансостав*
1	> 7,5	3,5 – 5,0	20 - 40	Тяжелый суглинок
2	5,5 - 7.0	1,5 – 3,0	15 - 25	Средний суглинок
3	4,0 – 5,5	3,0 – 4,0	15 - 30	Суглинок
4	<4,0 – 6,0**	<0,5 – 1,5***	<10 – 15**	Супесь
5	< 4,5	> 10****	< 10	Супесь/песок

* по классификации FAO и USDA.

**Соответствующие показатели предпочтительно должны находиться в пределах данного диапазона. Если, тем не менее, возникают трудности в подборе подходящей почвы, то могут быть приняты величины ниже указанного минимума.

*** Почвы с содержанием органического углерода менее 0,3 % могут нарушать корреляции между содержанием органического вещества и адсорбцией. Поэтому рекомендуется использовать почвы с минимальным содержанием органического углерода 0,3 %.

**** почвы с очень высоким содержанием углерода (более 10 %) могут оказаться неприемлемыми юридически, например, для целей регистрации пестицида.

[2)] Количество вещества для внесения в цилиндрическую почвенную колонку можно вычислить по следующей формуле:

$$M[\mu g] = \frac{A[kg/ha]\cdot 10^9[\mu g/kg]\cdot d^2[cm^2]\cdot \pi}{10^8[cm^2/ha]\cdot 4}, \quad (1)$$

где M–количество, внесенное в колонку, мкг;

A–доза внесения, кг/га;

d–диаметр почвенной колонки, см.

8.5.1.3 Для опытов с состаренными остатками следует использовать одну почву [12]. В ней должно быть содержание песка более 70 %, содержание органического углерода от 0,5 % до 1,5 % (например, почва №4 в таблице 1). Если необходимы данные и о продуктах трансформации вещества, то нужно использовать больше типов почв.

8.5.1.4 Для всех почв должны быть представлены данные о гранулометрическом составе (процент песка, пыли и ила по классификации FAO и USDA [14], pH, емкость катионного обмена, содержание органического углерода, плотность сложения (для нарушенных почв) и водоудерживающая способность. Измерение микробной биомассы требуется только для тех почв, которые используются в течение периода старения/инкубации перед выполнением эксперимента с вымыванием состаренных остатков. Для интерпретации результатов может понадобиться информация и о других почвенных свойствах (например, классификация, минералогия илистой фракции, удельная поверхность). Для определения почвенных характеристик используют методы, указанные в ссылках [15], [16], [17], [18], [19].

8.5.2 Отбор и хранение проб почв

8.5.2.1 Пробы почв отбирают из верхнего горизонта (горизонт А) до глубины максимально 20 см. Удаляют растительные остатки, макрофауну, камни. Почвы (кроме тех, которые будут использоваться для состаривания тестируемого вещества) высушивают на воздухе при комнатной температуре (предпочтительно от 20 °С до 25 °С). Дезагрегирование должно быть выполнено с минимальным усилием, так чтобы исходная текстура почвы изменялась как можно меньше. Почвы просеивают через сито с отверстиями диаметром менее 2 мм. Рекомендуется осторожное перемешивание для лучшей воспроизводимости результатов. До начала использования почвы можно хранить в воздушно-сухом состоянии при комнатной температуре [12]. Длительность хранения не ограничена, но образцы, хранившиеся более трех лет, должны быть предварительно повторно проанализированы на содержание органического углерода и pH.

8.5.2.2 Должна быть собрана наиболее полная информация об истории полевых участков, где производился пробоотбор почв. Информация включает точное местоположение (точно установленное с помощью UTM (Universal Transversal Mercator-Projection/European Horizontal Datum) или географические координаты), растительный покров, обработки пестицидами, внесение органических и минеральных удобрений, добавки биологических материалов или случайного загрязнения [12]. Если почва была обработана тестируемым веществом или его структурными аналогами в течение предыдущих четырех лет, то такие почвы нельзя использовать в колоночных экспериментах по вымыванию.

9 Условия проведения теста

9.1 Тест с почвенными колонками проводят в темноте при комнатной температуре (температуре окружающей среды), которая должна поддерживаться в пределах ±2 °С. Рекомендуемая температура от 18 °С и 25 °С.

9.2 Искусственные осадки (0,01 М $CaCl_2$) наносят непрерывно на поверхность почвенных колонок в количестве 200 мм за 48 часов[3)]; это эквивалентно внесению 251 мл на колонку с внутренним диаметром 4 см. В зависимости от целей эксперимента могут использоваться и другие показатели внесения модельных атмосферных осадков и большая длительность внесения.

10 Проведение теста

10.1 Вымывание исходного тестируемого вещества

10.1.1 Не менее двух колонок заполняют необработанной воздушно-сухой просеянной почвой (< 2 мм) до высоты примерно 30 см. Чтобы обеспечить однородное заполнение колонки, почву добавляют в колонки ложкой небольшими порциями и уплотняют плунжером при одновременном легком встряхивании колонки, пока она не заполнится доверху. Для получения воспроизводимых результатов колоночного эксперимента необходимо равномерное заполнение колонки. Детальное руководство по заполнению колонки почвенным материалом приведено в [21], [22], [23]. Для контроля воспроизводимости процедуры заполнения колонок определяют общую массу почвы в колонке[4)], которая в колонках-дубликатах должна быть сходной.

---

[3] Это имитация очень сильного дождя. Например, среднегодовое количество осадков в Центральной Европе составляет порядка от 800 до 1000 мм.

[4)] Примеры плотности насыпных почв: песчаные - 1,66 г·мл$^{-1}$;
супесчаные – 1,58 г·мл$^{-1}$; суглинистые – 1,17 г·мл$^{-1}$; глинистые – 1,11г·мл$^{-1}$.

10.1.2 После заполнения колонки с почвой смачивают модельными осадками (0,01 М $CaCl_2$) снизу, чтобы вода вытеснила воздух из порового пространства почвы. Затем почвенные колонки оставляют для установления равновесия и стекания избытка воды. Методы насыщения колонок водой описаны в [23].

10.1.3 Затем тестируемое вещество и/или вещество сравнения наносят на почвенные колонки (см. также пункт 8.3). Чтобы получить равномерное распределение растворов, суспензии или эмульсии тестируемого вещества и/или вещества сравнения должны вноситься равномерно над поверхностью почвенных колонок. Если для применения тестируемого вещества рекомендована его заделка в почву, то его следует смешать с небольшим количеством почвы (около 20 г) и добавить на поверхность почвенной колонки.

10.1.4 Поверхность почвенных колонок накрывают часовым стеклом, фильтром из стекловолокна или диском фильтровальной бумаги, чтобы модельные осадки равномерно распределялись по всей поверхности и чтобы поверхность почвы не разбивалась каплями осадков. Чем больше диаметр колонки, тем тщательнее нужно наносить модельные осадки на колонки, чтобы обеспечить их равномерное распределение по поверхности почвы. Осадки вносят в почвенные колонки капельным способом с помощью поршня, перистальтического насоса или капельной воронки. Предпочтительно, чтобы промывные воды собирались по фракциям и соответствующие объемы фракций фиксировались[5)].

10.1.5 После промывки колонки и стекания излишков влаги почвенные колонки разделяют на необходимое количество сегментов в зависимости от целей эксперимента. Сегменты почв обрабатывают соответствующими растворителями или смесью растворителей и экстракты анализируют на содержание тестируемого вещества и, при необходимости, продуктов его трансформации; на общую радиоактивность и на содержание вещества сравнения. Промывные воды или их фракции анализируют непосредственно или после экстракции тех же продуктов. При использовании веществ с радиоактивной меткой следует идентифицировать все фракции, содержащие 10% и более от внесенной радиоактивности.

10.2 Вымывание состаренных остатков

10.2.1 Свежую почву (без предварительного высушивания) обрабатывают тестируемым веществом с радиоактивной меткой в дозе, соответствующей площади поверхности почвенных колонок (см. пункт 8.3.2), и инкубируют в аэробных условиях согласно [13]. Период инкубации (старения) должен быть достаточно долгим, чтобы образовались значимые количества продуктов трансформации. Рекомендуемый период старения–период полуразложения тест-вещества[6)], но не более 120 дней. До начала процедуры промывки состаренная почва должна быть проанализирована на тест-вещество и продукты его трансформации.

В экспериментах с состаренными остатками используют колонки, заполненные той же почвой (но воздушно-сухой) на высоту до 28 см, как описано в пункте 10.1.1; также определяют общую массу почвы в колонке. Затем почвенные колонки смачивают, как описано в пункте 10.1.2.

10.2.2 Далее тестируемое вещество и продукты его трансформации наносят на поверхность почвенных колонок в виде состаренных в почве остатков (см. пункт 10.2.1) как двухсантиметровый почвенный сегмент. Общая высота почвенных колонок (необработанная почва + почва с состаренными остатками) не должна превышать 30 см (см. пункт 10.1.1).

10.2.3 Промывание выполняют, как описано в пункте 10.1.4. После промывания сегменты почвы и фильтрат анализируют на содержание тестируемого вещества, продуктов его трансформации и неэкстрагируемой радиоактивности, как указано в пункте 10.1.5. Чтобы определить, сколько состаренного остатка осталось в верхнем двухсантиметровом слое после промывания, этот сегмент анализируют отдельно.

11 Данные и подготовка отчета

11.1 Обработка результатов

11.1.1 Количества тестируемого вещества, продуктов его трансформации, неэкстрагируемых веществ и вещества сравнения (если его использовали) выражают в процентах от исходно внесенной дозы для каждого почвенного сегмента и фракции фильтрата. Для каждой почвенной колонки

[5)] Типичные объемы фильтратов варьируют в диапазоне от 230 мл до 260 мл, составляя примерно от 92 % до 104% от внесенного количества модельных осадков (251 мл) при использовании колонок с диаметром 4 см и длиной 30 см.

[6)] В почве может образоваться более одного продукта трансформации тестируемого вещества, и они могут появиться в разное время в течение эксперимента. В таких случаях проводят эксперименты по вымыванию состаренных остатков разного возраста.

представляют график, отражающий процентное содержание как функцию глубины почвы.

11.1.2 Когда в колоночном эксперименте применяют вещество сравнения, вымывание тестируемого вещества оценивают по относительной шкале, используя относительный коэффициент подвижности (RMF), который позволяет сравнивать данные по вымыванию различных химических веществ из различных почв. Примеры значений RMF для ряда пестицидов приведены в приложении Б.

11.1.3 Оценки величин Koc (коэффициента адсорбции вещества из расчета на 1 % органического углерода) и Kom (коэффициента адсорбции вещества из расчета на 1 % органического вещества) также могут быть получены из результатов колоночного эксперимента, исходя из среднего расстояния вымывания или установленных корреляций между RMF и Kom, RMF и Koc или применяя теорию хроматографии [24]. Последний метод должен быть использован с осторожностью, особенно для тех случаев, когда процесс вымывания проходит не только в условиях насыщения влагой, но и включает ненасыщенные системы.

11.2 Интерпретация результатов

Колоночные эксперименты по вымыванию, описанные в данном руководстве, позволяют определить вымываемость или потенциальную подвижность в почве тестируемого вещества (для исследования исходного химиката) и/или продуктов его трансформации (в исследованиях по вымыванию состаренных остатков). Эти данные не могут дать количественный прогноз поведения вещества в полевых условиях, но их можно использовать для сравнения «вымываемости» тестируемого вещества с «вымываемостью» веществ с известной подвижностью в почве [24]. Они также не позволяют количественно определить, какой процент внесенного химиката может достичь грунтовых вод [11]. Однако результаты колоночных опытов по вымыванию могут помочь решить, необходимо ли проведение микрополевых или полевых опытов для веществ, обнаруживающих в лабораторных опытах высокий потенциал подвижности.

11.3 Отчет

Отчет должен включать:

Для тестируемого вещества и вещества сравнения (если его использовали):

- торговое наименование, химическое название (по номенклатуре IUPAC и CAS), CAS-номер, химическая структура (с указанием позиции метки для материалов с радиоактивной меткой) и важнейшие физико-химические свойства;
- чистоту (примеси) тестируемого вещества;
- радиохимическую чистоту для вещества с радиоактивной меткой и удельную активность (где необходимо).

Для почв опыта:

- описание участков пробоотбора;
- свойства почв: pH, содержание органического углерода и глины, гранулометрический состав и объемную массу (для почв с нарушенной структурой);
- микробиологическую активность почвы (только для почв, используемых для состаривания тестируемого вещества);
- длительность и условия хранения.

Условия теста:

- даты проведения опыта;
- длину и диаметр почвенных колонок;
- общую массу почвы в почвенных колонках;
- количество внесенного тестируемого вещества и, при необходимости, вещества сравнения;
- объем, частоту и длительность внесения модельных осадков;
- температуру экспериментальной установки;
- количество повторностей (по крайней мере, две);
- методы анализа тестируемого вещества, продуктов его трансформации и, где необходимо, вещества сравнения в различных сегментах почвы и фильтратах;
- методы характеристики и идентификации продуктов трансформации в сегментах почвы и фильтратах.

Результаты теста:

- таблицы результатов, выраженных в единицах концентрации и в процентах от внесенной дозы в сегментах почвы и фильтратах;
- массовый баланс (при необходимости);
- объемы фильтратов;
- расстояния вымывания и, где необходимо, относительные показатели мобильности;
- графики, отражающие зависимость процентного содержания вещества, обнаруженного в сегментах почвы, от глубины;
- обсуждение и интерпретация результатов.

Приложение А
(рекомендуемое)



(1) Drescher, N. (1985). Moderner Acker- und Pflanzenbau aus Sicht der Pflanzenschutzmittelindustrie. In Unser Boden – 70 Jahre Agrarforschung der BASF AG, 225-236. Verlag Wissenschaft und Politik, Köln.

Рисунок–1 Пример стеклянных несекционных колонок длиной 35 см и внутренним диаметром 5 см [25].

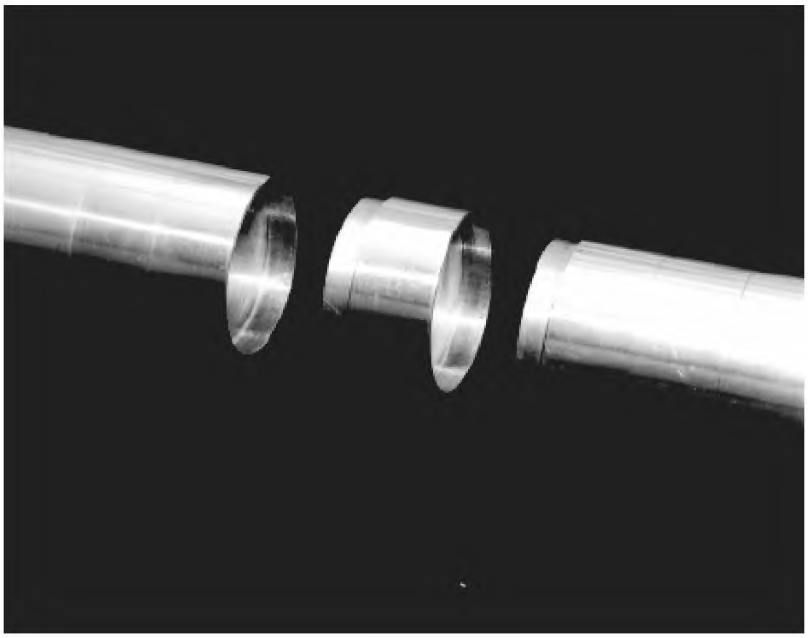


Рисунок 2 – Пример металлических секционных колонок с внутренним диаметром 4 см [25].

Приложение Б
(справочное)

Примеры коэффициентов относительной подвижности* (RMF) для ряда пестицидов ([1], [2]) и соответствующие классы подвижности***

RMF-Диапазон	Вещество (RMF)	Класс подвижности
< 0,15	паратион (< 0,15), флуородифен(0,15)	I неподвижное
0,15 – 0,80	профенофос (0,18), пропиконазол (0,23), диазинон (0,28), диурон (0,38), тербутилазин (0,52), метидатион (0,56), прометрин (0,59), пропазин (0,64), алахлор (0,66), метолахлор (0,68)	II слабо подвижное
0,80 – 1,30	монурон** (1,00), атразин (1,3), симазин (1,04), флуометурон (1,18)	III умеренно подвижное
1,30 – 2,50	прометон (1,67), цианазин (1,85), бромацил (1,91), карбутилат (1,98)	IV довольно подвижное
2.50 – 5,00	карбофуран (3,00), диоксакарб (4,33)	V подвижное
> 5,0	монокротофос (> 5,0), дикротофос (> 5,0)	VI очень подвижное

*Коэффициент относительной подвижности рассчитывается как [3]:

RMF–расстояние вымывания тест-вещества, см / расстояние вымывания вещества сравнения, см.

**Вещество сравнения

***Другие системы для классификации подвижности химического вещества в почве основаны на значениях Rf при почвенной ТСХ [4] и на величинах Кос [5], [6].

Библиография

[1] Guth, J.A., Burhard, N. and Eberle, D.O. (1976). Experimental Models for Studying the Persistence of Pesticides in Soil. Proc. BCPC Symposium: Persistence of Insecticides and Herbicides.

[2] Russel, M.H. (1995). Recommended approaches to assess pesticide mobility in soil. In Progress in Pesticide Biochemistry and Toxicology, Vol.9 (Environmental Behaviour of Agrochemicals – T.R. Roberts and P.C. Kearny, Eds.). J. Wiley & Sons.

[3] Briggs, G.G. (1981). Theoretical and experimental relationships between soil adsorption, octanol-water partition coefficient, water solubilities, bioconcentration factor, and the parachor. J. Agric. Food Chem. 29, 1050-1059.

[4] Chiou, C.T., Porter, P.E. and Schmedding, D.W. (1983). Partition equilibria of non-ionic organic compounds between soil organic matter and water. Environ. Sci. Technol. 17, 227-231.

[5] Guth, J.A. (1983). Untersuchungen zum Verhalten von Pflanzenschutzmitteln im Boden. Bull. Bodenkundliche Gesellschaft Schweiz 7, 26-33.

[6] US-Environmental Protection Agency (1982). Pesticide Assessment Guidelines, Subdivision N. Chemistry: Environmental Fate.

[7] Agriculture Canada (1987). Environmental Chemistry and Fate Guidelines for registration of pesticides in Canada.

[8] European Union (EU) (1995). Commission Directive 95/36EC amending Council Directive 91/414/EEC concerning the placing of plant protection products on the market. Annex I: Fate and Behaviour in the Environment.

[9] Dutch Commission for Registration of Pesticides (1991). Application for registration of a pesticide. Section G: Behaviour of the product and its metabolites in soil, water and air.

[10] BBA (1986). Richlinie fur die amtliche Prufung von Pflanzenschutzmitteln, Teil IV, 4-2. Versickerungsverhalten von Pflanzenschutzmitteln.

[11] SETAC (1995). Procedures for Assessing the Environmental Fate and Ecotoxicology of Pesticides. Mark R. Lynch, Ed.

[12] OECD (1995). Final Report of the OECD Workshop on Selection of Soils/Sediments. Belgirate. Italy, 18-20 January 1995.

[13] OECD Guidelines for the Testing of Chemicals. (1993) and Adedenda 6-14 to OECD Guidelines for the Testing of Chemicals. (1994-2002). Paris.

[14] Soil Texture Classification (US and FAO systems). Weed Science, 33. Suppl. (1995) and Soil Sci. Amer. Proc. 26, 305 (1962).

[15] Methods of Soil Analysis (1986). Part 1, Physical and Mineralogical Methods (A. Klute, Ed.). Agronomy Series No 9, 2nd Edition.

[16] Methods of Soil Analysis (1992). Part 2, Chemical and Microbiological Properties (A. L. Page, R.H. Miller and D.R. Kelney Eds.). Agronomy Series No 9, 2nd Edition.

[17] ISO Standard Compendium Environment (1994). Soil Quality – General aspects; chemical and physical methods of analysis; biological methods of analysis. First Edition.

[18] Muckenhausen, E. (1995). Die Bodenkunde und ihre geologischen, geomorphologischen, mineralogischen Grundlagen. DLG-Verlag, Frankfurt/Main.

[19] Scheffer, F. And Schachschabel, P. (1998). Lehrbuch der Bodenkunde. F. Enke Verlag, Stuttgart.

[20] Weber, J.B. and Peeper, T.F. (1997). In Reserch Methods in Weed Science, 2nd Edition (B. Truelove, Ed.) Soc. Weed Sci., Auburn, Alabama, 73-78.

[21] Weber, J.B., Swain, L.R., Strek, H.J., and Sartory, J.L. (1986). In Research Methods in Weer Science, 3nd Edition (N.D. Camper, Ed.) Soc. Weed Sci., Champaign, IL, 190-200.

[22] Oliviera, et al. (1996). Packing of sands for the production of homogeneous porous media. Soil Sci. Soc. Amer. J. 60(1):49-53.

[23] Shackeford, C.D. (1991). Laboratory diffusion testing for waste disposl. – A review. J. Contam. Hydrol. 7, 177-217.

[24] Hamaker, J.W. (1975)/ Interpretation of soil leaching experiments. In Environmental Dynamics of Pesticides (R. Hague, V.H. Freed, Eds), 115-133. Plenum Press, New York.

[25] Burkhard, N., Eberle d.o. and Guth, J.A. (1975). Model systems for studying the environmental behaviour of pesticides. Environmental Quality and safety, Suppl. Vol. III, 203-213.

УДК 658.382.3:006.354 МКС 71.040.50 IDT

Ключевые слова: химическая продукция, окружающая среда, почва, вымывание, почвенные колонки

Подписано в печать 12.01.2015. Формат 60х84 1/8.

Усл. печ. л. 1,86. Тираж 33 экз. Зак. 175.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru