

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

农药缓释颗粒剂产品标准编写规范

Guidelines on drafting specifications for controlled release granules of pesticides

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国农业农村部

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《文件化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本文件起草单位：农业农村部农药检定所、中国农业科学院植物保护研究所、河南好年景生物发展有限公司。

本文件主要起草人：

农药缓释颗粒剂产品标准编写规范

1 范围

本文件规定了……（制剂名称）缓释颗粒剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由……（有效成分1通用名）、……（有效成分2通用名）、……（有效成分3通用名）原药、载体和助剂利用……（加工工艺）加工而成的……（制剂名称）缓释颗粒剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

- GB/T 1600—2001 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药pH值的测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 28135 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法
- GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法
- GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法
- GB/T 33810 农药堆密度测定方法
- HG/T 2467.12 农药颗粒剂产品标准编写规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

缓释颗粒剂 controlled release granule (GR-CR)

通过功能材料或控释技术，有目的控制有效成分释放而具有持续长效的颗粒剂，可直接使用。

4 要求

4.1 外观

应为干燥、可自由流动的颗粒，无可见外来物和结块，基本无粉尘。

4.2 技术指标

……（制剂名称）缓释颗粒剂产品还应符合表1要求。

表 1 ……（制剂名称）缓释颗粒剂控制项目指标

项 目		指 标
……（有效成分 1 通用名）质量分数/%		标明含量+允许波动范围
……（有效成分 2 通用名）质量分数/%		标明含量+允许波动范围
……（有效成分 3 通用名）质量分数/%		标明含量+允许波动范围
……（相关杂质）质量分数/% ≤		
……（其他限制性组分）质量分数/%		标明含量+允许波动范围
水分/% ≤		
酸/碱度（以H ₂ SO ₄ 或NaOH计）/% 或 pH 范围 ≤		
堆密度	松密度/g/mL	规定范围
	实密度/g/mL	规定范围
粒度范围(粒径下限与上限的比不超过 1:4) ≥		
粉尘		合格
耐磨性/% ≥		
释放速率 ^{a、b}	(...min) /% ≤	
	(...min) /%	
	(...min) /% ≥	
热储稳定性 ^b		合格
^a 不同产品释放速率不同，应根据具体产品的释放曲线确定释放速率中的时间点。 ^b 正常生产时，释放速率试验和热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。		

5 试验要求

5.1 安全提示

使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

5.2 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

5.3 抽样

按GB/T 1605—2001中的5.3.3方法进行，用随机数法确定抽样的包装件；最终抽样量不少于500 g。

5.4 鉴别试验

按HG/T 2467.12中规定的格式编写。

5.5 ……（有效成分通用名）质量分数的测定

同5.4。

5.6 ……（其他限制性组分通用名）质量分数的测定

同5.4。

5.7 ……（相关杂质名称）质量分数的测定

同 5.4。

5.8 水分的测定

按GB/T 1600—2001中2.2进行。

5.9 酸（碱）度或 pH 值的测定

酸（碱）度的测定按 GB/T 28135 进行；pH 值的测定按 GB/T 1601 进行。

5.10 堆密度的测定

按GB/T 33810进行。

5.11 粒度范围的测定

5.11.1 仪器

标准筛组：孔径与规定的粒径范围一致。

振筛机：振幅……mm，……次/min。

5.11.2 测定步骤

将标准筛上下叠装，大粒径筛置于小粒径筛上面，筛下装承接盘，同时将组合好的筛组固定在振筛机上，准确称取颗粒剂试样……g（精确至 0.1 g），置于上面筛上，加盖密封，启动振筛机振荡……min，收集规定粒径范围内筛上物称量。

5.11.3 计算

试样的粒度范围按式（1）计算。

$$\omega = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω ——试样的粒度范围，以%表示；

m_1 ——规定粒径范围内筛上物的质量，单位为克（g）；

m_0 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.12 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。

5.13 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 进行。称取 50 g（精确至 0.01 g）过筛后的颗粒剂样品，加入等量玻璃珠（直径：4.0±0.2 mm）。转动完毕后将玻璃柱上黏附的样品和玻璃瓶中样品全部转移至 125 μm 标准筛中。

5.14 释放速率的测定（室内溶出度试验法）

5.14.1 方法提要

称取一定量试样于螺口玻璃瓶中，在规定的条件下，测定溶出介质中有效成分含量，计算其释放速率。

5.14.2 试剂和溶液

溶出介质：30%乙醇去离子水溶液或 0.5%吐温-80 去离子水溶液，也可根据农药溶解度情况采用其他溶液，使称取试样中的农药有效成分能够在 200 mL 溶出介质中完全溶解。

5.14.3 仪器

恒温振荡器：振幅20 mm ~30 mm，转速100 r/min~300 r/min，温度30 °C ±2 °C。

5.14.4 测定步骤

准确量取 200 mL 溶出介质于玻璃瓶中。称取含 10 mg~50 mg 有效成分的试样于透析袋（截留分子量 4000-10000）中，从玻璃瓶中移取适量的溶出介质于透析袋中，将试样浸没。将两端封闭的透析袋置于玻璃瓶中，密封玻璃瓶并放入恒温振荡器中进行溶出试验。按规定释放速率时间点准确移取 1.0 mL 溶液，按有效成分含量分析方法进行测定，并计算释放速率。向玻璃瓶中准确加入 1.0 mL 溶出介质，保持溶出介质总体积不变。

注：如果缓释颗粒剂比重小于1，需向透析袋中加入少量密度大的惰性物质如氧化锆珠或玻璃珠等；保证透析袋完全浸入溶出介质，并且透析袋内外溶出介质可自由交换。

5.14.5 计算

试样中有效成分的累积释放速率按式（2）计算。

$$Q = \frac{V_0 \times C_T + V \times \sum_{n=1}^{T-1} C}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- Q——累积释放百分率，以%表示；
- V₀——溶出介质的总体积，单位为毫升（mL），V₀=200 mL；
- C_T——释放时间点测定的溶出介质中的有效成分质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V——每次取样的体积，单位为毫升（mL），V=1 mL；
- W——体系中总的有效成分质量，单位为毫克（mg）。

5.15 热储稳定性试验

按GB/T 19136—2003中2.3进行，热储后，有效成分质量分数不低于储前的95%，粒度范围、pH值、粉尘和耐磨性符合标准要求为合格。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合GB/T 1604的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，产品质量保证期从生产日期算起为X年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

缓释颗粒剂产品的标志、标签和包装，应符合GB 3796的规定。

缓释颗粒剂产品采用塑料袋或防潮纸袋包装，每袋净重不超过50 kg；也可以根据用户要求或定货协议采用其他形式的包装，但要符合GB 3796中的有关规定。

7.2 储运

包装件应存放在通风、干燥的库房中。缓释颗粒剂产品储运时严防潮湿、高温和热晒，不得与食物、饲料混放，避免与皮肤，眼睛接触，防止由口鼻吸入。

附 录 A

(资料性)

…… (有效成分通用名) 的其它名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分…… (有效成分通用名) 的其它名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称:

CAS登录号:

CIPAC数字代号:

化学名称:

结构式:

分子式:

相对分子质量:

生物活性:

熔点:

蒸气压 (20 °C):

溶解度 (g/L, 20 °C):

稳定性:
