

团 体 标 准

T/CCPIA 054—2020

缓释颗粒剂产品标准编写规范

Guidelines on development of specifications for controlled release granules

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照 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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：河南好年景生物发展有限公司、陕西标正作物科学有限公司、河北德瑞化工有限公司、山东大农药业有限公司、农业农村部农药检定所、中国农业科学院植物保护研究所。

本标准主要起草人：黄啟良、徐博、张宏军、吴进龙、曹立冬、黄伟、赵鹏跃、冉刚超、李雪杰、赵萍、刘亚南、滕振远、毕超、王玥。



CCPIA

缓释颗粒剂产品标准编写规范

1 范围

本标准规定了……（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。

本标准适用于由……（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

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所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。

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—2016 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—2003 农药颗粒剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 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。

3.2 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	(...min) ^a /%	≤
	(...min) ^a /%	≥
热储稳定性 ^b		合格
^a 正常生产时, 释放速率试验每 3 个月至少测定一次。具体控制指标和测定方法应根据产品特性进行相应调整。 ^b 正常生产时, 热储稳定性试验每 3 个月至少进行一次。		

4 试验方法

安全提示: 使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水, 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。

4.2 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。

4.3 鉴别试验

参照相关产品标准中相同方法格式编写。

4.4 (有效成分通用名) 质量分数的测定

参照相关产品标准中相同方法格式编写。

4.5（其他限制性组分通用名）质量分数的测定

按所采用的具体方法编写。

4.6（相关杂质名称）质量分数的测定

按所采用的具体方法编写。

4.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.2进行。

4.8 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。

4.9 堆密度的测定

按 GB/T 33810 进行。

4.10 粒度范围的测定

4.10.1 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。

4.10.2 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 0.1g），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。

4.10.3 计算

试样的粒度范围按公式（1）计算。

$$W_1 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W_1 ——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）。

4.11 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行，基本无粉尘为合格。

4.12 耐磨性的测定

按 GB/T 33031—2016 进行，其中样品为50.0g缓释颗粒剂与50.0g玻璃珠混合。转动完毕后将玻璃珠上黏附的样品和玻璃瓶中的样品全部转移至125 μm标准筛中。

4.13 释放速率的测定（室内溶出度试验法）

4.13.1 方法提要

称取一定量试样于锥形瓶（或智能溶出度仪的溶出杯）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。

4.13.2 试剂和溶液

溶出介质：去离子水（或0.1%吐温-80去离子水溶液，也可根据农药溶解度情况采用5%甲醇去离子水溶液）。

4.13.3 仪器

恒温水浴磁力搅拌器：温度（30±2）℃，转速50~1 000 r/min可调（或者使用具有同等控制指标的智能溶出度仪）。

转子：15 mm×5 mm（中部直径）。

透析袋：MW4000-10000。

有效成分含量测定所需仪器。

4.13.4 测定步骤

准确称取5.0 g（精确至0.000 2 g）缓释颗粒剂试样于透析袋中，并加入适量溶出介质将试样浸没。将透析袋两端封闭后置于250 mL锥形瓶中，准确加入200 mL、（30±2）℃溶出介质，将锥形瓶放入恒温水浴磁力搅拌器中；或将透析袋两端封闭后置于智能溶出度仪的溶出杯中，准确加入200 mL、（30±2）℃溶出介质。在（30±2）℃、100 r/min条件下进行溶出试验，定时取出0.5 mL溶液（并以相同量溶出介质补充，使液体总体积保持不变），分别按有效成分含量测定条件测定溶出介质中有效成分含量。

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。

4.13.5 计算

试样中有效成分的累积释放速率按公式（2）计算。

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

式中：

Q ——累积释放百分率，以%表示；

V_0 ——溶出介质的总体积，单位为毫升（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）；

W ——体系中总的有效成分质量，单位为毫克（mg）。

4.14 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。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 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。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 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。

6.2 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。



CCPIA

附 录 A
(资料性附录)

..... (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:



实验式:

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:

CCPIA