

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4451—2023

纳米农药产品标准编写规则

Rules for drafting of specifications for nano-pesticides product

2023-12-22 发布

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《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：中国农业科学院植物保护研究所、农业农村部农药检定所、南京善思生态物科技有限公司、中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所、北京工业大学、沈阳沈化院测试技术有限公司、深圳诺普信农化股份有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、河南好年景生物发展有限公司、惠州市银农科技股份有限公司。

本文件主要起草人：曹立冬、张芳、黄啟良、陶传江、侯春青、段丽芳、崔海信、张子勇、姜宜飞、赵鹏跃、曹冲、吴进龙、石凯威、郑丽、梁冰、王芳、陈根良、徐博、廖联安、崔博、李广泽、叶世胜、黄桂珍、冉刚超、王爱臣。



纳米农药产品标准编写规则

1 范围

本文件规定了纳米农药产品标准的结构、起草表述规则和编写规则，并给出了有关表述样式。
本文件适用于纳米农药产品标准的编写。

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 1.1—2020 标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则

GB/T 1600—2021 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 20001.10—2014 标准编写规则 第10部分：产品标准

GB/T 28135 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

GB/T 31737 农药倾倒性测定方法

GB/T 32775 农药分散性测定方法

GB/T 33031 农药水分散粒剂耐磨性测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米农药 nano-pesticide

通过纳米制备技术，使农药有效成分在制剂或/和使用分散体系中的平均粒径以纳米尺度分散状态稳定存在的农药。

3.2

纳米乳剂 nano-emulsion

在表面活性剂等功能助剂作用下，将不溶于水的农药有效成分分散成平均粒径以纳米尺度(1 nm~100 nm)增溶于水形成的乳状液体制剂。

3.3

纳米悬浮剂 nano-suspension concentrate

利用纳米制备技术,使农药有效成分及固体配方组分以平均粒径为纳米尺度(1 nm~300 nm)的固体微粒或微囊分散在水中形成的悬浮液体制剂。

3.4

纳米水分散粒剂 nano-water dispersible granule

利用纳米制备技术,制备成在水中可崩解的粒状制剂,在用水稀释使用时,农药有效成分及固体配方组分以纳米尺度(1 nm~300 nm)的固体微粒稳定存在。

3.5

Z-均粒径 Z-average particle diameter

(动态光散射)调和光强加权算术平均值。

3.6

D₅₀

(激光衍射)体积累积分布百分数达到 50%时所对应的粒径值。

3.7

D₉₀

(激光衍射)体积累积分布百分数达到 90%时所对应的粒径值。

3.8

多分散指数 polydispersity index(PDI)

(动态光散射)用于描述粒度分布的无量纲量。

4 结构与编排要求

4.1 纳米农药产品标准一般情况下应针对每种纳米农药制剂产品编制一项单独的标准。

4.2 纳米农药产品标准的构成要素、要素内容的确定方法、编排格式应符合 GB/T 1.1—2020、GB/T 20001.10—2014 和本文件第 5 章的规定。

4.3 纳米农药产品标准中的要素一般应采用表 1 规定的典型编排。

表 1 纳米农药产品标准要素的典型编排

| 要素类型 | | 要素的编排 | GB/T 1.1—2020 的条款 | GB/T 20001.10— 2014 的编排 | 具体标准 中的条款 | 要素允许的 表达形式 |
|-----------------|---------|----------------------|-------------------------|-------------------------------|--------------|---------------------|
| 资料性 概述 要素 | 必备要素 | 封面 | 8.1 | | | 文字 |
| | 可选要素 | 目次 | 8.2 | | | 文字(自动生成的内容) |
| | 必备要素 | 前言 | 8.3 | | | 条文 注、脚注 |
| | 可选要素 | 引言 | 8.4 | 6.1 | | 条文、图表、注、脚注 |
| 规范性 一般 要素 | 必备要素 | 标准名称 | | 6.2 | | 文字 |
| | 必备要素 | 范围 | 8.5 | 6.3 | 1 | 条文、图表、注、脚注 |
| | 可选/必备要素 | 规范性引用文件 ^a | 8.6 | | 2 | 文件清单(规范性引用) 注、脚注 |
| 规范性 技术 要素 | 可选/必备要素 | 术语和定义 ^a | 8.7 | | 3 | 条文、图表、注、脚注 |
| | 必备要素 | 技术要求 | | 6.5 | 4 | |
| | 必备要素 | 取样 | | 6.6 | 5.2 | |
| | 必备要素 | 试验方法 | | 6.7 | 5 | |
| | 必备要素 | 检验规则 | | 6.8 | 6 | |
| | 必备要素 | 验收和质量保证期 | | | 7 | |
| | 必备要素 | 标志、标签、包装和储运 | | 6.9 | 8 | |
| 可选要素 | 规范性附录 | | | | 条文、图表、注、脚注 | |

表 1 (续)

| 要素类型 | | 要素的编排 | GB/T 1.1—2020 的条款 | GB/T 20001.10— 2014 的编排 | 具体标准 中的条款 | 要素允许的 表达形式 |
|----------------------------------|------|-------|-------------------------|-------------------------------|--------------|-------------------|
| 资料性 补充 要素 | 必备要素 | 资料性附录 | | | | 条文、图表、注、脚注 |
| | 可选要素 | 参考文献 | 8.13 | | | 文件清单(规范性引用) 脚注 |
| * 章编号和标题的设置是必备的,要素内容的有无根据具体情况选择。 | | | | | | |

5 编写要求

5.1 封面

封面应给出标示标准的信息,包括:标准的名称、英文译名、层次(国家标准应为“中华人民共和国国家标准”,行业标准应为“中华人民共和国农业行业标准”等)、标志、编号、国际标准分类号、中国标准分类号、发布日期、实施日期、发布部门等。

5.2 目次

按标准内容依次列出前言、引言、章、带标题的条、附录(在圆括号内标明其性质)及对应的页码。

5.3 前言

前言应视情况依次给出下列内容:

- a) 标准所依据的起草规则,给出 GB/T 1.1 的版本号和名称。
- b) 标准代替的全部或部分其他文件说明。给出被代替的标准(含修改单)或其他文件的编号和名称,列出与前一版本相比的主要技术变化。
- c) 有关专利的说明。
- d) 标准的提出或归口信息。
- e) 标准的起草单位和主要起草人。
- f) 标准所代替标准的历次版本发布情况。

5.4 引言

如果需要,可给出标准技术内容的特殊信息或说明,以及编制该标准的原因。

5.5 标准名称

标准名称应由几个尽可能短的要素组成,其顺序由一般到特殊,通常不多于下述 3 种:

- a) 引导要素(可选);
- b) 主体要素(必备),为农药名称和具体剂型;
- c) 补充要素(可选)。

示例:

示例 1:××××纳米乳剂;

示例 2:××××纳米悬浮剂;

示例 3:××××纳米水分散粒剂。

5.6 范围

范围应明确界定标准化对象和所涉及各个方面,指明标准的使用界限,表述形式一般为:

——“本文件规定了……。”

——“本文件描述了……。”

——“本文件适用于……。”

5.7 规范性引用文件

5.7.1 规范性引用文件这一章应列出文件中规范性引用的文件,由引导语和文件清单构成,设置为文件的第 2 章,不分条。

5.7.2 规范性引用文件由以下引导语构成：“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。”

5.7.3 如果不存在规范性引用文件，应在章标题下给出以下说明：“本文件没有规范性引用文件。”

5.7.4 引用的文件应为国家标准、行业标准、地方标准(仅适用于地方标准化文件的起草)、团体标准(需满足一定的条件)、其他机构或组织的标准化文件(需满足一定的条件)，并按标准代号首字母顺序由小到大排列。

5.7.5 当引用完整标准，且接受其将来所有改变时，采用不注日期引用；当引用标准的某一条款时，采用注日期引用。

5.7.6 当有适用的基础通用标准或方法标准时，尽可能采用引用的方式，不重复表述。

5.8 术语和定义

5.8.1 术语和定义这一章由引导语和文件清单构成，设置为文件的第3章，术语条目应分别由下列适当的引导语引出：

- “下列术语和定义适用于本文件。”(如果仅该要素界定的术语和定义适用时)；
- “……界定的术语和定义适用于本文件。”(如果仅其他文件的术语和定义适用时)；
- “……界定的以及下列术语和定义适用于本文件。”(如果其他文件以及该要素界定的术语和定义适用时)。

5.8.2 如果没有需要界定的术语和定义，应在章标题给出以下说明：“本文件没有需要界定的术语和定义。”

5.8.3 对不进行定义其含义会引起误解或对技术内容的理解产生困惑、歧义时，才有必要将这些术语一一列出并进行定义。

5.9 技术要求

5.9.1 一般要求

技术要求为产品标准的必备要素，应包括：纳米农药产品的外观和技术指标。

5.9.2 纳米乳剂技术指标

……纳米乳剂应符合表2的要求。

表2 ……纳米乳剂技术指标

| 项 目 ^a | | 指 标 | |
|---|-----------------|----------------------------|------|
| ……(有效成分1通用名)质量分数 ^b , % 或……(有效成分1通用名)质量浓度(20℃), g/L | | 标明含量+允许波动范围 标明浓度+允许波动范围 | |
| ……(有效成分2通用名)质量分数 ^b , % 或……(有效成分2通用名)质量浓度(20℃), g/L | | 标明含量+允许波动范围 标明浓度+允许波动范围 | |
| ……(离子名称)质量分数, % | | ≥ | |
| ……(其他限制性组分通用名)质量分数, % | | 标明含量+允许波动范围 | |
| ……(相关杂质名称)质量分数, % | | ≤ | |
| 酸度(以 H ₂ SO ₄ 计), % 或碱度(以 NaOH 计), % 或 pH | | ≤ ≤ 规定范围 | |
| 粒径从 ^{c,d} , nm | Z-均粒径 | 稀释前 | ≤100 |
| | | 稀释20倍, 静置5 h | |
| | | 稀释200倍, 静置5 h | |
| | D ₅₀ | 稀释前 | ≤100 |
| | | 稀释20倍, 静置5 h | |
| | | 稀释200倍, 静置5 h | |
| | D ₉₀ | 稀释前 | ≤300 |
| | | 稀释20倍, 静置5 h | |
| | | 稀释200倍, 静置5 h | |

表 2 (续)

| 项 目 ^a | | 指 标 |
|--|----------|---|
| 乳液稳定性 ^d | 稀释 20 倍 | 在量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出 |
| | 稀释 200 倍 | |
| 持久起泡性(1 min 后泡沫量), mL | | ≤ |
| 低温稳定性 | | 冷储后,离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL,粒径仍应符合本文件要求 |
| 热储稳定性 | | 热储后,……(有效成分 1 通用名)、……(有效成分 2 通用名)质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%,……(其他限制性组分通用名)质量分数、……(相关杂质名称)质量分数、酸碱度或 pH、粒径和乳液稳定性等仍应符合本文件的要求 |
| ^a 所列项目不是详尽无疑的,也不是任何纳米乳剂产品标准必须包括的,可根据不同农药产品的具体情况加以增减。 ^b 当质量发生争议时,以……(有效成分通用名)质量分数为仲裁依据。 ^c Z-均粒径通过动态光散射法测定,且 PDI 需满足≤0.3;通过激光衍射法测定的 D ₅₀ 和 D ₉₀ 需同时满足上述粒径要求。 ^d 稀释 20 倍针对低容量喷雾,稀释 200 倍针对常规喷雾。 | | |

5.9.3 纳米悬浮剂技术指标

……纳米悬浮剂应符合表 3 的要求。

表 3 ……纳米悬浮剂技术指标

| 项 目 ^a | | | 指 标 |
|---|-----------------|-----------------|---|
| ……(有效成分 1 通用名)质量分数 ^b , % 或……(有效成分 1 通用名)质量浓度(20 ℃), g/L | | | 标明含量+允许波动范围 标明浓度+允许波动范围 |
| ……(有效成分 2 通用名)质量分数 ^b , % 或……(有效成分 2 通用名)质量浓度(20 ℃), g/L | | | 标明含量+允许波动范围 标明浓度+允许波动范围 |
| ……(离子名称)质量分数, % | | | ≥ |
| ……(其他限制性组分通用名)质量分数, % | | | 标明含量+允许波动范围 |
| ……(相关杂质名称)质量分数, % | | | ≤ |
| 酸度(以 H ₂ SO ₄ 计), % 或碱度(以 NaOH 计), % 或 pH | | | ≤ ≤ 规定范围 |
| 粒径 ^{c,d} , nm | Z-均粒径 | 稀释前 | ≤300 |
| | | 稀释 20 倍,静置 5 h | |
| | | 稀释 200 倍,静置 5 h | |
| | D ₅₀ | 稀释前 | ≤300 |
| | | 稀释 20 倍,静置 5 h | |
| | | 稀释 200 倍,静置 5 h | |
| | D ₉₀ | 稀释前 | ≤600 |
| | | 稀释 20 倍,静置 5 h | |
| | | 稀释 200 倍,静置 5 h | |
| 悬浮率 ^d , % | 稀释 20 倍,静置 5 h | ≥85 | |
| | 稀释 200 倍,静置 5 h | | |
| 倾倒性 | 倾倒后残余物/ % | ≤ | |
| | 洗涤后残余物/ % | ≤ | |
| 持久起泡性(1 min 后泡沫量), mL | | | ≤ |
| 低温稳定性 | | | 冷储后悬浮率、粒径仍应符合本文件的要求 |
| 热储稳定性 | | | 热储后,……(有效成分 1 通用名)、……(有效成分 2 通用名)质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%,……(其他限制性组分通用名)质量分数、……(相关杂质名称)质量分数、酸碱度或 pH、粒径、悬浮率和倾倒性等仍应符合本文件的要求 |

表 3 (续)

| 项 目 ^a | 指 标 |
|---|-----|
| ^a 列项目不是详尽无疑的,也不是任何纳米悬浮剂产品标准必须包括的,可根据不同农药产品的具体情况加以增减。 | |
| ^b 当质量发生争议时,以……(有效成分通用名)质量分数为仲裁依据。 | |
| ^c Z-均粒径通过动态光散射方法测定,且 PDI 需满足 ≤ 0.3 ;通过激光衍射法测定的 D_{50} 和 D_{90} 需同时满足上述粒径要求。 | |
| ^d 稀释 20 倍针对低容量喷雾,稀释 200 倍针对常规喷雾。 | |

5.9.4 纳米水分散粒剂技术指标

……纳米水分散粒剂应符合表 4 的要求。

表 4 ……纳米水分散粒剂技术指标

| 项 目 ^a | 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 | | |
| ……(离子名称)质量分数, % | \geq | | |
| ……(其他限制性组分通用名)质量分数, % | 标明含量+允许波动范围 | | |
| ……(相关杂质名称)质量分数, % | \leq | | |
| 水分, % | \leq | | |
| 酸度(以 H_2SO_4 计), % 或碱度(以 $NaOH$ 计), % 或 pH 值 | \leq \leq 规定范围 | | |
| 粒径 ^{b,c} , nm | Z-均粒径 | 稀释 20 倍,静置 5 h | ≤ 300 |
| | | 稀释 200 倍,静置 5 h | |
| | D_{50} | 稀释 20 倍,静置 5 h | ≤ 300 |
| | | 稀释 200 倍,静置 5 h | |
| | D_{90} | 稀释 20 倍,静置 5 h | ≤ 600 |
| | | 稀释 200 倍,静置 5 h | |
| 悬浮率 ^c , % | 稀释 20 倍,静置 5 h | ≥ 85 | |
| | 稀释 200 倍,静置 5 h | | |
| 润湿时间, s | \leq | | |
| 分散性, % | \geq | | |
| 持久起泡性(1 min 后泡沫量), mL | \leq | | |
| 粉尘, mg | \leq | | |
| 耐磨性, % | \geq | | |
| 热储稳定性 | 热储后,……(有效成分 1 通用名)、……(有效成分 2 通用名)质量分数应不低于热储前测得质量分数的 95%,……(其他限制性组分通用名)质量分数、……(相关杂质名称)质量分数、酸碱度或 pH、粒径、悬浮率、润湿时间、分散性、粉尘和耐磨性等仍应符合本文件的要求 | | |
| ^a 所列项目不是详尽无疑的,也不是任何纳米水分散粒剂产品标准必须包括的,可根据不同农药产品的具体情况加以增减。 | | | |
| ^b Z-均粒径通过动态光散射方法测定,且 PDI 需满足 ≤ 0.3 ;通过激光衍射法测定的 D_{50} 和 D_{90} 需同时满足上述粒径要求。 | | | |
| ^c 稀释 20 倍针对低容量喷雾,稀释 200 倍针对常规喷雾。 | | | |

5.10 试验方法

5.10.1 通则

5.10.1.1 对于每项技术要求应有对应的试验方法。

5.10.1.2 应首先引用现有适用的试验方法。

5.10.1.3 对于没有现成的试验方法,可以建立新的试验方法,但方法需经过验证。

5.10.1.4 试验方法的内容通常包括方法提要、试剂或材料、仪器、试样的制备和保存、测定步骤和结果的表述(包括计算方法以及试验方法的准确度和测量不确定度)。

5.10.1.5 如果试验方法涉及危险的物品、仪器或过程,应包括警示用语。

5.10.2 取样

取样一般规定取样的条件和方法,以及样品保存方法,位于试验方法一章的起始部分。

纳米农药产品的取样按 GB/T 1605 的规定执行,用随机数表法确定取样的包装件;最终取样量依据纳米农药产品的剂型确定。

5.10.3 鉴别试验

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑问时,至少要用另外一种有效的方法进行鉴别。如果采用高效液相色谱法、气相色谱法或离子色谱法鉴别,建议作如下表述:

高效液相色谱法(气相色谱法或离子色谱法)——本鉴别试验可与……(有效成分通用名或离子名称)质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中……(有效成分通用名或离子名称)色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

对本文件中没有的试验方法,应写明试验条件和操作步骤。

5.10.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.10.5 有效成分质量分数(质量浓度)的测定

按所采用的具体方法编写。

5.10.6 ……(离子名称)质量分数的测定

按所采用的具体方法编写。

5.10.7 其他限制性组分质量分数的测定

按所采用的具体方法编写。

5.10.8 相关杂质质量分数的测定

按所采用的具体方法编写。

5.10.9 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.3 的规定执行。

5.10.10 酸度(碱度)或 pH 的测定

酸(碱)度的测定按 GB/T 28135 的规定执行;pH 的测定按 GB/T 1601 的规定执行。

5.10.11 粒径的测定

采用动态光散射法或激光衍射法,对试样和按规定倍数稀释后的试样药液分别进行粒径测定。按所采用的具体方法编写。

5.10.12 乳液稳定性试验

称取适量试样,分别用标准硬水稀释 20 倍和 200 倍,按 GB/T 1603 的规定执行。

5.10.13 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.10.14 悬浮率的测定

称取适量纳米悬浮剂或纳米水分散粒剂,分别按 GB/T 14825—2006 中 4.2 或 4.3 的规定执行,稀释倍数为 20 倍或 200 倍,静置时间为 5 h。

5.10.15 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.10.16 粉尘的测定

按 GB/T 30360 的规定执行。

5.10.17 耐磨性的测定

按 GB/T 33031 的规定执行。

5.10.18 分散性的测定

按 GB/T 32775 的规定执行。

5.10.19 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 的规定执行。

5.10.20 低温稳定性试验

纳米乳剂、纳米悬浮剂分别按 GB/T 19137—2003 中 2.1、2.2 的规定执行。

5.10.21 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储时,样品应密封储存,热储前后质量变化率应不大于 1%。

5.11 检验规则

规定检验的类型、检验项目、组批规则以及判定规则。

5.12 验收和质量保证期

应规定纳米农药产品的验收和质量保证期。

纳米农药产品的验收按照 GB/T 1604 的规定执行。

5.13 标志、标签、包装和储运

5.13.1 纳米乳剂应符合 GB 4838 的规定,纳米悬浮剂、纳米水分散剂应符合 GB 3796 的规定。并应适当规定包装的材质、规格等要求。

5.13.2 应规定包装、储存和运输的技术要求,防止因包装、储存和运输不当引起危险、毒害或环境污染,又可以保护产品。

5.14 附录

5.14.1 对于未在正文中列出的其他试验方法可作为规范性附录列出,对产品理化性质等资料性文字可作为资料性附录列出。

5.14.2 在标准正文中应提及附录的方式:对规范性附录一般表述为“按附录 A 的规定”“应符合附录 B 的规定”等;对于资料性附录一般表述为“见附录 B”“可按附录 D”等。

5.14.3 按条文中提及附录的先后顺序编排附录的顺序,以附录 A、附录 B、附录 C……进行排列。

5.14.4 附录由附录编号、附录性质(在括号内表述)、附录标题和附录条文等部分组成。附录中的章、条、公式、图表等均以附录编号进行编号,如 A.1、表 A.1、图 A.1、公式(A.1)等。

5.15 参考文献

5.15.1 参考文献位于附录后,用来列出文件中资料性引用的文件清单,以及其他信息资源清单,以供参阅。

5.15.2 清单中列出该文件中资料性引用的每个文件。每个列出的参考文献或信息资源前应在方括号内给出序号。

5.15.3 列出的国际文件、国外文件不必给出中文译名。