

4. FINALIDADES, APLICABILIDAD Y REQUISITOS DE LAS CLÁUSULAS

Nota. Ciertas cláusulas adicionales para insecticidas de uso doméstico y plaguicidas microbianos aparecen en la Sección 8 y 9. En estos casos, los propósitos, aplicabilidad y requisitos son generalmente evidentes en el contexto de las cláusulas.

Introducción

Una especificación no deberá exigir que el comprador ejerza su criterio, por lo cual las cláusulas, en sí, deben describir los parámetros cuantificables y entregar límites para ellos. Además del título y de la descripción, los elementos no cuantificables deben incluirse en una nota adjunta a la especificación, sin formar parte de la misma. Tales notas pueden contener información sobre la clasificación de peligrosidad del ingrediente activo y de las formulaciones, tales como el punto de ignición u otras propiedades y características para ayudar al usuario, por ejemplo, referencias sobre regulaciones nacionales e internacionales para la manipulación y transporte, fitotoxicidad y otros problemas potenciales relacionados al uso del producto técnico o formulado. Además, las notas deben entregar información de respaldo respecto a las condiciones de ensayo o, en algunos casos, entregar detalles de los métodos de prueba. Sin embargo, en la mayoría de los casos, las especificaciones simplemente entregan referencias de los métodos de prueba a ser usados.

Los ingredientes activos grado técnico deben ser tan puros como económicamente sea viable, ya que por lo general tiende a minimizar los problemas de formulación y de toxicidad, así como también los que surjan por contaminación, fitotoxicidad, etc. Al establecer estándares de calidad, la JMPS considerará los problemas técnicos que surjan asociados a la calidad, pero, aun cuando no existan razones competentes para hacerlo, las ventajas a largo plazo de mejorar la calidad compensarán las desventajas.

La especificación para una formulación considera propiedades que sean relevantes en cuanto a, por ejemplo, eficacia, seguridad del operador e impacto sobre el medio ambiente. Aún no existen ensayos estandarizados para todos los parámetros para los cuales son deseables límites de especificación y, en algunos casos, disponer de ensayos estandarizados no es lo ideal. Por tanto, hay una necesidad continuada de desarrollar nuevos métodos de ensayo y mejorar los existentes.

Determinadas cláusulas en las directrices que se presentan en las secciones 5 a 9 pueden ser inapropiadas o para una especificación en particular, pueden ser necesarias cláusulas adicionales. Cuando la necesidad de la cláusula depende claramente del ingrediente activo, los proponentes simplemente deben establecer que no es relevante. En las especificaciones preliminares, la inserción de una cláusula propuesta o la eliminación de una estandarizada, debe ser respaldada por un caso fundado, el cual puede ir desde una simple explicación a un argumento técnicamente detallado con información de apoyo.

Con la excepción de las tolerancias sobre el contenido de ingrediente activo, las propuestas de límites de especificación que son más estrictos que los indicados en las directrices son generalmente aceptables para la JMPS. Las propuestas de los límites de especificación que son menos estrictos que los indicados en las directrices deben ser apoyadas por un caso razonado y, cuando sea posible, datos que muestran que la formulación se comporta satisfactoriamente en uso.

Las especificaciones de formulación normalmente se refieren sólo a un único principio activo. Donde dos o más ingredientes activos se co-formulan:

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

- 1) Se espera que la pureza mínima especificada y el contenido máximo de todas las impurezas relevantes para cada ingrediente activo a aplicar.
- 2) Los métodos de análisis mencionados en las especificaciones ya no pueden aplicarse sin modificación. Es deber del fabricante que presente la información adecuada.
- 3) Para las propiedades físicas
 - cuando se recomiendan límites bajos los "Requisitos" en la Sección 4.5 de este Manual, se espera que apliquen estos límites.
 - cuando no límites son recomendados, se aplicará el valor menos estricto de las especificaciones "individuales".

Los ejemplos de la aplicación de estos procedimientos

Especificación para producto de 1 ingrediente activo	Especificación para producto de 2 ingredientes activos	Especificación para productos de mezcla de 1 y 2 ingredientes activos
70% suspensibilidad	95% suspensibilidad	60% suspensibilidad
70% suspensibilidad	ninguna especificación	60% suspensibilidad
Capacidad de vertido 1%	Capacidad de vertido 3%	Capacidad de vertido 3%
Capacidad de vertido 1%	Ninguna especificación	Capacidad de vertido 5%
pH 3 ... 6	pH 4 ... 8	pH 4 ... 6
pH 3 ... 6	Ninguna especificación	Ninguna especificación

En casos excepcionales, una especificación puede ser aceptado para un producto co-formulado, pero el fabricante deberá explicar el fundamento de la exigencia.

Especificaciones FAO/OMS no se aplican a las mezclas preparadas en el tanque de aspersión, etc.

En la medida de lo posible, una muestra tomada para la prueba del cumplimiento de una especificación deberá ser representativa de todo el lote del plaguicida bajo escrutinio. Recomendaciones para la toma de muestras se presentan en las secciones 8 y 9, en las notas a las especificaciones únicamente.

4.1 Título y código

Propósito

Para proporcionar una breve identificación inequívoca y la descripción del plaguicida técnico o formulado.

Aplicabilidad

Todas las especificaciones.

Métodos

Irrelevante.

Requisitos

Nombres

El E-ISO (o INCI para repelentes, etc.) nombre común del ingrediente activo se deben utilizar, lo que indica el estado del nombre. Si el nombre de ISO o INCI no existe, entonces el nombre trivial, o el nombre químico según la IUPAC o convenciones CA, se puede utilizar. Si se utiliza un nombre trivial, el nombre químico de la IUPAC o CA se debe dar en adición.

Códigos

Códigos CIPAC para ingredientes activos están referenciados en el Apéndice F. Códigos internacionales CropLife para plaguicidas técnicos y tipos de formulación se enumeran en el Apéndice E.

Comentario

Los códigos para especificaciones FAO desarrollados bajo procedimientos anteriores incluyen un código de estado. El sistema anterior se explica en el Apéndice B del Manual sobre el Desarrollo y Uso de Especificaciones FAO para Productos de Protección Fitosanitaria, cuarta edición, Producción y Protección Vegetal papel 128, 1995, FAO, Roma. Estos códigos de estado serán sustituidos cuando las especificaciones anteriores son revisadas.

Códigos desarrollados bajo procedimientos anteriores para las especificaciones completas OMS incluyeron un código de estado y el tipo de producto plaguicida, seguido de un número asignado a cada compuesto y producto formulado. Los códigos para especificaciones provisionales incluyen un código de estado y un número de referencia al año de publicación y número de expediente. Como parte de la transición al nuevo procedimiento, los códigos para las especificaciones más recientes de la OMS provisionales han incluido el tipo de producto, número CIPAC y año de publicación.

4.2 Descripción

Propósitos

Para proporcionar una descripción breve, clara de las propiedades del ingrediente activo grado técnico o de la formulación, que pueden ser controlados por simple inspección, y las declaraciones que identifican el ingrediente (s) activo y la presencia de aditivos esenciales.

Aplicabilidad

Todas las especificaciones.

Métodos

Irrelevante.

Requisitos

La descripción de un ingrediente activo grado técnico o formulación debe incluir el estado físico (por ejemplo, cristales, líquidos, grumos duros, etc.), el color, el olor (en su caso, y el sabor de los productos destinados a su uso en agua potable) y, cuando sea necesario, declaración de los agentes modificadores presentes (por ejemplo, agentes de molienda). Términos generales, como "sólido" o "líquido", deben estar calificados con adjetivos adecuados para hacerlos más descriptivo. La descripción debe ser lo suficientemente específica para cumplir con el objetivo de verificar mediante inspección simple, y se prefiere una descripción genérica. Cada guía de especificación (Secciones 5 a 9) incluye una cláusula estándar para la descripción.

Cuando un ingrediente activo exista en varias formas químicas, la descripción deberá brindar una identificación completa de la forma. Por

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

ejemplo, en el caso del 2,4-D, el ingrediente activo deberá describirse ya sea como sal sódica del 2,4-D, ácido libre del 2,4-D, éster iso-octílico del 2,4-D, etc., según corresponda. Si la misma especificación se aplica a más de una sal, éster, etc., las cláusulas deben identificarla. Por ejemplo, como "...una sal de sodio, potasio o amonio..." o como "una mezcla de sales de sodio y potasio". La frase debe ser eliminada de la descripción (Secciones 5 a 8) si no correspondiera. El título debe incluir el código CIPAC para la sal o el derivado.

En la mayoría de los casos, una especificación se aplicará sólo a un ingrediente activo, esté o no formulado con otros. Cuando la formulación contenga más de un ingrediente activo, la descripción deberá incluir todos los ingredientes activos presentes.

Si la identidad y cantidad de aditivos esenciales no son características críticas, información sobre ellos se puede proporcionar en una nota, pero no se considera parte de la especificación. Si son características críticas, una cláusula de límite apropiado debe insertarse apoyado por un método analítico validado en pares.

4.3 Ingrediente Activo

4.3.1 Ensayos de identidad

Propósito

Suministrar un medio probatorio de identificación del ingrediente(s) activo(s).

Aplicabilidad

Todas las especificaciones.

Métodos

Deben estar referenciados y si aún no están publicados, se deberá suministrar una descripción completa a la FAO y / o la OMS. En los casos en que las técnicas utilizadas no son estandarizadas, la descripción debe aparecer como una nota al final de la especificación.

Requisitos

Se requieren al menos dos pruebas de identidad para el ingrediente activo, o su componente activo, para permitir tomar una decisión clara si una prueba produce resultados ambiguos.

Cuando el ingrediente activo esté en forma de una sal (etc.) y el contra-ión (etc.) no se identifique por medio del análisis para el componente activo, se requerirá un ensayo de identidad para el contra-ión (etc.), por separado. Este análisis es usualmente más importante para las especificaciones TC/TK, por lo cual los formuladores deben estar seguros del material inicial. Sin embargo, si la identidad del contra-ión es importante por motivos de la estabilidad del producto, seguridad, eficacia, etc., el ensayo también puede ser requerido para la formulación. El ensayo de identidad para el contra-ión puede ser más simple que, o parte de, el ensayo de identidad para el componente activo. Por ejemplo, el punto de fusión puede ser usado o, si el ensayo de identidad para un ingrediente activo está basado en IR, una

banda específica para la sal puede ser suficiente. Un ensayo de identidad único es usualmente suficiente para el contra-ión (etc.).

Cuando el ingrediente activo es una mezcla de isómeros y su nombre común ISO define la mezcla, la especificación no requiere una cláusula para definir la mezcla. Si la mezcla no se define por un nombre común de la ISO, las especificaciones de los productos técnicos y formulados normalmente incluirán una cláusula de relación de isómeros. En este último caso, JMPS efectuará un examen de las propuestas por el fabricante considerará la práctica corriente regulatoria en los países donde se registra el ingrediente activo. En ambos casos, el método analítico para determinar la relación de isómeros debe ser validada en pares, como mínimo.

4.3.2 Contenido de ingrediente activo

Propósitos

Asegurar que el contenido de ingrediente activo sea descrito a través de límites, reconociendo el hecho que los resultados analíticos y las concentraciones son variables.

Aplicabilidad

Todas las especificaciones.

Métodos

El método(s) de análisis debe ser adoptado por CIPAC o AOAC (acción provisional o de primera, como mínimo) antes de la publicación de la especificación. Si el método aún no se ha publicado, entonces los detalles deben ser presentadas a la FAO y/o la OMS por el proponente.

Requisitos

Para sólidos, plaguicidas técnicos líquidos, líquidos volátiles (punto de ebullición máximo 50 °C) y líquidos viscosos (con viscosidad cinemática mínima de $1 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ a $20 \pm 2 \text{ °C}$) que el contenido debe ser expresada en g/kg.

Para otros líquidos el contenido de ingrediente activo puede ser declarada en términos de g/kg o g/l a $20 \pm 2 \text{ °C}$.

El contenido de ingrediente activo de **material técnico (TC)** debe ser expresado como:

"El [Nombre común de la ISO] deberá ser declarado (no menos de g/kg) y, cuando se haya determinado, el contenido promedio medido no deberá ser menor que el contenido mínimo declarado. "

El contenido de ingrediente activo de **concentrados técnicos (TK) y plaguicidas formulados** debería expresarse como:

"El [Nombre común de la ISO] deberá ser declarado (g/kg o g/l a $20 \pm 2 \text{ °C}$), y, cuando se haya determinado, el contenido promedio medido no podrá diferir del declarado en más de las tolerancias siguientes: "

Las tolerancias para productos formulados y TK deberán expresarse en la forma indicada en la siguiente tabla, incluyendo sólo el contenido y tolerancias correspondientes:

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

Contenido declarado en g/kg o g/l a 20 ± 2 °C	Tolerancia
hasta 25	± 15% del contenido declarado para formulaciones “homogéneas” (EC, SC, SL, etc.), <u>o</u> ± 25% para formulaciones “heterogéneas” (GR, WG, etc.)
Superior a 25 y hasta 100	± 10% del contenido declarado
Superior a 100 y hasta 250	± 6% del contenido declarado
Superior a 250 y hasta 500	± 5% del contenido declarado
Superior a 500	± 25 g/kg or g/l
<u>Nota</u> En cada intervalo está incluido el límite superior	

Comentarios

Las tolerancias se refieren al resultado analítico promedio obtenido, y normalmente sólo consideran las variaciones en fabricación, muestreo y análisis, excepto cuando se requiere un excedente. Si la formulación incluyera un excedente para compensar la degradación durante el almacenamiento, se pueden utilizar las desviaciones positivas de los límites superiores entregados en la tabla. Los requisitos para un excedente deben justificarse cuando se proponga la especificación preliminar.

Los materiales técnicos (TC) no tienen límites superiores para el contenido porque es deseable que su pureza sea tan alta como sea posible y un incremento en el contenido del ingrediente activo por encima del mínimo especificado no tendrá consecuencias de riesgo medibles, a la vez que la disminución consecuente en el contenido de impurezas puede reducir los riesgos y minimizar la dispersión de las impurezas dentro del ambiente.

Se considerará que la concentración de materiales técnicos o las formulaciones cumplen con la especificación si el resultado analítico promedio se ubica dentro del rango de tolerancia del contenido declarado.

En casos de discrepancia, si una especificación tiene límites en g/kg y en g/l, los resultados analíticos deben determinarse y expresarse en g/kg. La conversión de la información desde g/kg a g/l debe basarse en la medición del peso actual por ml de la formulación a una temperatura específica, no sobre el valor nominal.

La validación del método(s) y la elaboración de la especificación debe seguir adelante en paralelo, o la anterior preceder a la última. Sin embargo, la especificación no será publicada hasta que se complete la validación del método.

La tabla de tolerancias debe incluir sólo aquellas concentraciones de formulación que están disponibles en el mercado y, en el caso de las especificaciones OMS, aquellas que han sido evaluadas por WHOPES (Esquema de evaluación de plaguicidas de la OMS).

Cuando los métodos para la determinación del contenido de ingrediente activo se basan sólo en la detección del componente activo de la sal (etc.) y no de la sal completa (etc.), la especificación debe definir las bases exactas para el cálculo y la expresión del contenido de ingrediente activo.

Lo mismo es aplicable cuando el contenido de ingrediente activo es determinado indirectamente.

En casos especiales, se puede aceptar un excedente respecto al contenido nominal, pero el proponente debe justificar la necesidad del excedente y éste debe ser tan bajo como sea posible.

4.3.3 Tolerancias ampliadas para contenido de ingrediente activo de las formulaciones sólidas mixtas

Propósito

Para permitir el hecho de que los sólidos no se pueden mezclar para producir el grado de homogeneidad alcanzable con mezclas líquidas.

Aplicabilidad

Mezclas de productos sólidos preparados después de la formulación.

Método

Un ejemplo de cálculo se da en el Apéndice J. Para los límites de contenido de ingrediente activo (Sección 4.3.2) dentro de cada formulación componente se amplían mediante la aplicación de una tolerancia correspondiente al contenido de la formulación dentro de la mezcla, de la siguiente manera.

i.a. Formulación superior o límite inferior, g/kg (A) =
contenido declarado de i.a. en el componente, g/kg $\pm$ tolerancia

Límite superior o inferior de componentes, g/kg (B) =
contenido declarado de componente en la mezcla, g/kg $\pm$ tolerancia

i.a. expandido superior o límite inferior, g/kg = $(A \times B)/1000$

donde:

i.a. = ingredient activo;

componente = la formulación que contiene el i.a.

tolerancia = valor obtenido de la tabla de tolerancias (4.3.2), de acuerdo con el valor declarado para el contenido o componente. La tolerancia se añade o se resta para calcular los valores límite superior o inferior, respectivamente, para A y B.

Requisitos

Debe indicarse el tamaño de la muestra a analizar (porción analítica).

Comentarios

Los valores para B no pretenden ser tolerancias para la adición de los componentes a la mezcla. Proporcionan un enfoque simple y empírico para el cálculo de las tolerancias más amplios y reflejan límites alcanzables con las buenas prácticas en la fabricación.

4.3.4 Uniformidad de la dosis en tabletas

Propósito

Para asegurarse de que la dosis de ingrediente activo es habitualmente precisa.

Aplicabilidad

tableta para la aplicación directa (DT) solubles en agua (ST), tabletas dispersables en agua (WT)

Método

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

Análisis de un número determinado de comprimidos individuales para determinar la desviación estándar relativa de contenido de ingrediente activo.

Requisitos

Los límites generales no pueden ser suministrados.

4.3.5 Tasa de liberación, o el índice de resistencia al lavado, de ingrediente activo

Propósito

Para asegurarse de que el movimiento del ingrediente activo dentro, o a la superficie de, o de un producto de liberación lenta/ controlada ocurre de una manera definida.

Aplicabilidad

Gránulos de liberación lenta (GR), suspensiones encapsuladas (CS), de liberación lenta, formulación líquida de varios caracteres (ZC, ZW, ZE), mosquiteros de larga duración tratados con insecticida (LN), bolsas de duración larga de almacenamiento (LB), formulación de liberación de la matriz (MR).

Métodos

Método de prueba apropiados no estén disponibles para los gránulos de liberación lenta. Métodos de ensayo para CS, LN, LB y MR son productos específicos. CIPAC ha desarrollado un método para determinar el índice de resistencia al lavado de ingrediente activo para LN y LB. El índice de resistencia de lavado se determina mediante el análisis de muestras de red, por triplicado, que representan puntos de lavado 0 y 4 para el contenido total de ingrediente activo y calcular el índice promedio de resistencia al lavado por lavado. Es una estandarización del método de lavado de la OMS publicado en las "Directrices de la OMS para las pruebas de laboratorio y de campo de mosquiteros con insecticidas de larga duración", documento de la OMS / CDS / WHOPES / GCDPP / 2005.11, Organización Mundial de la Salud, Ginebra, 2005.

MT 190 Propiedades de liberación de formulaciones micro-encapsuladas con lambda-cyhalothrina, MT 195, índice de resistencia al lavado de LN.

Requisitos.

Los límites generales no se pueden suministrar.

Comentarios

La liberación del ingrediente activo a partir de formulaciones de liberación lenta o controlada depende del entorno externo y las fuerzas físicas impuestas sobre las cápsulas, gránulos o tela. Gránulos encapsulados y cápsulas son generalmente sometidos a un ambiente más o menos consistente después de la aplicación y las pruebas reflejan esto. En contraste, las formulaciones LN para la salud pública se lavan de forma intermitente por el usuario y las pruebas pueden ser diseñados para mostrar que suficiente contenido de ingrediente activo se mantiene durante el lavado o migra a la superficie después del lavado.

Las pruebas requieren estricta adhesión al protocolo de método porque la liberación ingrediente o retención de características activas se definen por

el método de medición. El método está destinado a distinguir un producto que tiene una liberación / retención aceptable en el uso de uno que libera el ingrediente activo con demasiada rapidez o demasiado lentamente. Ninguna prueba puede simular todo, o cualquiera, de las condiciones que se producen durante el uso normal, pero se espera que el método para proporcionar una amplia indicación de si la liberación / retención es aceptable cuando el producto se utiliza según las recomendaciones de la etiqueta.

4.3.6 Ingrediente activo “libre”¹

Propósito

Para limitar la proporción de ingrediente activo que puede ser considerado como no-encapsulado en una formulación encapsulada, con el fin de limitar los riesgos de la exposición cutánea a los usuarios (la formulación puede ser enjuagado de la piel antes de que ocurra una penetración significativa).

Aplicabilidad

Suspensiones encapsuladas de liberación lenta cápsula (CS), gránulos de liberación lenta (GR). Formulación líquida multi-caracter (ZC, ZW, ZE).

Método

Los métodos de pruebas son específicos del producto. Métodos de pruebas apropiados deben estar disponibles.

Requisito.

Los límites generales no se pueden suministrar.

Comentario

El ingrediente activo “libre” puede estar en solución, emulsión o adherirse a la parte exterior de paredes de la cápsula. El ingrediente activo dentro de cápsulas de liberación lenta es por lo general en equilibrio dinámico con el ambiente externo y se deduce que cualquier medición que perturba el equilibrio cambiará la distribución. El uso de los métodos por lo tanto requiere el cumplimiento estricto del protocolo de extracción porque el ingrediente activo “libre” se define por el método de medición.

4.4 Impurezas relevantes

4.4.1 Subproductos de fabricación o almacenamiento

Propósito

Limitar el contenido de impurezas (distintas del agua o las sustancias insolubles) que puedan incrementar los riesgos asociados con el manejo o uso del material técnico o de la formulación, o bien que afecten adversamente la eficacia de la formulación.

Aplicabilidad

¹ No incluye concentración superficial del ingrediente activo en formulaciones tales como LN, que tienden a variar con la corriente (o historia de) las condiciones en las que la formulación es (o ha sido) guardado. Aunque la concentración superficial es de importancia para el usuario, por lo general es demasiado inestable para formar parte de una especificación.

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

A todas las especificaciones cuando se puedan asociar impurezas relevantes con el ingrediente activo.

Métodos

Los métodos de análisis deben, como mínimo ser objeto de validación. Cuando no se haya publicado el método analítico y la validación de los datos homólogos, los métodos deben ser presentados a la FAO y / o la OMS, para su evaluación por la JMPs. Aunque esté publicado, el método analítico debe ser descrito en una nota de la especificación. CIPAC ha emitido una guía¹sobre los requisitos para la validación de los métodos homólogos de impurezas relevantes.

Requisitos

El nivel máximo permitido debe cuantificarse en g/kg del ingrediente activo. El nivel máximo permitido debe cuantificarse en g/kg del producto formulado sólo en casos inusuales donde se entrega evidencia para demostrar que su concentración respecto a la del ingrediente activo es afectada por la formulación, la dilución, etc.

Las cláusulas deben ser entregadas sólo para las impurezas relevantes (ver comentarios más abajo).

Para cada impureza relevante deben entregarse cláusulas por separado.

¹ CIPAC Guía para métodos analíticos y la determinación de impurezas relevantes referenciadas en las especificaciones FAO/OMS para formulaciones de plaguicidas con ingredientes activos grado técnico rev.7 (Junio 2009)". Disponible bajo <http://cipac.org/index.php/guidelines> Marzo 2016.

Comentarios

La Sección 3.1 D describe cómo la JMPS decide si una impureza es relevante o no relevante y cómo se establecen Los límites para las impurezas relevantes.

Las impurezas relevantes pueden ocurrir en formulantes y la contaminación accidental con otros productos químicos puede ocurrir durante la preparación de una formulación. Los formulantes y sus impurezas y los contaminantes de formulación, no están dentro del alcance de las especificaciones de FAO y la OMS. En casos excepcionales, cuando una impureza en un formulante es capaz de aumentar el contenido de una impureza pertinente producida por síntesis o la degradación del ingrediente activo, el contenido máximo de la impureza relevante puede ser especificado en una base de formulación (en contraposición a la habitual base de ingrediente activo). En todos los demás casos en que los compuestos peligrosos podrían estar presentes en los inertes, los fabricantes de formulaciones deben asegurarse de que los riesgos de estas fuentes se reducen al mínimo y aceptable.

El nivel medido promedio de una impureza relevante no debe exceder su límite máximo declarado.

4.4.2 Agua

Propósito

Limitar el contenido de agua en los preparados, cuando ésta puede afectar adversamente la estabilidad en almacenamiento o, en el caso de TC/TK, cuando una formulación posterior de un ingrediente activo que contiene mucha agua puede derivar en un producto no aceptable.

Aplicabilidad

Materiales técnicos, concentrados técnicos y formulaciones no acuosas.

Métodos

Método MT 30.2: método Dean and Stark

MT 30.5 Agua: método Karl Fischer utilizando reactivos exentos de piridina.

Requisito

El nivel máximo permitido debe expresarse en g/kg del ingrediente activo grado técnico o formulación.

Comentarios

Esta cláusula es necesaria sólo cuando el agua se considera directamente como una impureza relevante, o tiene el potencial de convertirse en una impureza relevante en productos formulados a partir de un TC/TK, y el agua no se limita adecuadamente por otra cláusula. El agua generalmente se acepta como una impureza relevante en un TC/TK si se va a utilizar para preparar formulaciones sensibles al agua, tales como EC, UL, DC, OL y OD.

4.4.3 Materias Insolubles

Propósitos

Limitar la presencia de materiales insolubles en solventes especificados. Esto permite que los formuladores cuantifiquen las impurezas que puedan

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

bloquear filtros y boquillas durante la aplicación en el campo, o que también puedan afectar adversamente las propiedades físicas de la formulación. Se debe demostrar que las partículas insolubles son relevantes para poder incluirlas en la especificación.

Aplicabilidad

Materiales técnicos y concentrados técnicos, si es requerido.

Métodos

MT 7 material insoluble en etanol;

MT 71 material insoluble en hidróxido de sodio;

MT 10 material insoluble en agua;

MT 11 material insoluble en xileno;

MT 27 material insoluble en acetona;

MT 35 material insoluble en aceite.

Requisito

El nivel máximo permitido debe expresarse en g/kg del ingrediente activo grado técnico. El método a utilizar debe indicarse.

Comentario

Si ninguno de los métodos existentes fuese adecuado, se debe dar las razones y alternativas, junto con la información que respalde su validación.

4.5 Propiedades físicas

Introducción

Para los efectos de este Manual, se agrupan en forma amplia y se enumeran de la siguiente manera: i) propiedades de densidad, 1-10; ii) propiedades de tensión superficial, 11-20; iii) propiedades de volatilización, 21-30; iv) propiedades granulométricas, de fragmentación y de adhesividad, 31-40; v) propiedades de dispersión, 41-50; vi) propiedades de flujo, 51-60; vii) propiedades de solución y disolución, 61-70. Este grupo no es definitivo y algunas propiedades pueden ser ubicadas en más de una categoría.

Los ensayos de las propiedades físicas no pueden emular lo que ocurre en el campo en todas las circunstancias. No obstante, los ensayos entregan modelos simples para juzgar si un comportamiento es satisfactorio o insatisfactorio. Los límites para un comportamiento satisfactorio se basan en la experiencia de los fabricantes, de WHOPES y otros, respecto al comportamiento físico en el campo para probar los resultados. Los resultados de las pruebas son, por consiguiente, indicadores del comportamiento físico, pero no definen exactamente cómo un producto se comportará bajo condiciones específicas.

Se han establecido límites para algunos ensayos físico-químicos. Por ejemplo, en el caso de la suspensibilidad, no menos del 60% del ingrediente activo debe permanecer en suspensión. Sin embargo, en ciertos casos, debido a las condiciones estandarizadas del ensayo (por ejemplo, el ensayo de temperatura), los resultados de la prueba pueden no cumplir los límites de las normas, a pesar del hecho de que la formulación es adecuada para el propósito establecido. Un límite menor al considerado no implica automáticamente que la formulación no sea adecuada para el

uso, pero cuando un límite propuesto es menos restrictivo que el de la norma, la JMPs requiere evidencia para demostrar un comportamiento aceptable en el tanque de aspersión u otro equipo de aplicación.

Las propiedades físicas de las formulaciones que se diluyen con agua antes de su uso pueden ser afectados por la dureza del agua utilizada para la dilución y la temperatura del agua. Temperaturas de ensayo para la determinación de ciertas propiedades físicas se han armonizado a 30 ± 2 °C. No porque este representa una temperatura del campo "promedio", pero debido a que es una temperatura que se mantiene fácilmente en la mayoría de laboratorios (por ejemplo, en un baño de agua, que puede ser difícil o relativamente costosos para controlar a temperaturas más bajas). Sin embargo, CIPAC ha comenzado a aplicar 25 ± 5 °C como rango de temperatura estándar en MT métodos revisados o nuevos, por ejemplo, en MT 47.3 (espuma persistente) y MT 197 (desintegración de las tabletas).

El Manual CIPAC F incluye las aguas estándares que pueden ser utilizadas en pruebas de laboratorio, para simular las aguas de origen natural. Con ciertas excepciones, Agua Estándar D debe adoptarse en las pruebas, incluso cuando se recomienda una alternativa de agua estándar en el método CIPAC. Las excepciones son las pruebas de estabilidad de la emulsión y la estabilidad de la dispersión, donde deben usarse las aguas estándares A y D.

Las concentraciones de ensayo deben relacionarse a las dosis de uso recomendadas en la etiqueta. Cuando se recomiendan varias dosis de uso, deben usarse las concentraciones máximas y mínimas (mientras que estén dentro de las limitaciones de los métodos de ensayo), aún cuando el método CIPAC existente indique otras concentraciones. Los métodos CIPAC recientemente revisados han tomado esto en consideración.

(i) Propiedades de densidad

4.5.2 Densidad aparente (perforar y verter)

Propósito

Suministrar información para el embalaje, transporte y aplicación. Las especificaciones para densidad pueden tener una especial utilidad para los materiales sólidos, donde la medición de la dosis se hace más por volumen que por peso.

Aplicabilidad

Materiales granulados.

Método

MT 186 Densidad aparente, el método de preferencia.

Requisito

Los límites generales no pueden ser suministrados.

Comentario

Los límites deben ser justificados

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

(ii) Propiedades de la superficie

4.5.11 Humectabilidad

Propósito

Asegurar que los polvos y gránulos dispersables/solubles y que los polvos y gránulos emulsificables se humecten rápidamente al mezclarlos con agua, por ejemplo, en el tanque de una máquina pulverizadora.

Aplicabilidad

Todas las formulaciones sólidas para dispersarse o disolverse en agua.

Método

MT 53.3 Humectación de polvos mojables.

Requisito

Normalmente la formulación deberá humectarse en 1 minuto, sin agitación.

4.5.12 Persistencia de la espuma

Propósito

Para limitar la cantidad de espuma producida al llenar el tanque de aspersión.

Aplicabilidad

Todas las formulaciones destinadas para la dilución con agua antes de su uso.

Método

MT 47.3 Persistencia de la espuma.

Requisito

Normalmente deber un máximo de 60 ml de espuma después de 1 min.

Comentarios

La masa de muestra a ser utilizada en el ensayo deberá estar a la dosis más alta de uso recomendada por el proveedor.

A excepción de las formulaciones envasadas en bolsas hidrosolubles, formación de espuma persistente no se prueba después de almacenamiento a temperatura elevada, porque tensioactivos son poco probable que sean más eficaz después de su almacenamiento.

(iii) Propiedades de volatilización¹

4.5.21 Volatilidad

Propósito

Para asegurar que la aplicación de formulaciones de ultra bajo volumen no conduce a la deriva inaceptable debido a la rápida evaporación de las gotitas esparcidas.

Aplicabilidad

Volúmenes de líquidos ultra-bajos (UL).

Métodos

No hay métodos de prueba adecuados que estén disponibles para la volatilidad de UL.

Requisito

Depende del método de medición.

Comentarios

La velocidad de evaporación de las gotitas depende de su tamaño, composición y de la temperatura del aire. En parte, el tamaño de gota está en función del equipo de aplicación utilizado. En ausencia de una prueba estándar para medir la velocidad de evaporación, el método que se adopte para la especificación debe ser suministrado a FAO y/u OMS, junto con los datos que respalden su validez.

La información de respaldo debe ser entregada sobre la base de la correlación entre la volatilidad especificada y la reducción del tamaño de gota y el consecuente aumento en el potencial de deriva.

¹ Punto de ignición es una importante característica de seguridad de muchas formulaciones líquidas. Bajo procedimientos anteriores de la FAO/OMS, cláusulas para limitar punto de ignición se incluyeron en ciertas especificaciones de orientación pero se retiraron bajo el nuevo procedimiento. Punto de ignición se determina generalmente por los disolventes utilizados para la formulación y, por tanto, está bajo el control de fabricación. Sin embargo, el punto de ignición es una medida de peligro, no de rendimiento, y, como en el caso del ingrediente activo, los riesgos son dependientes de la aplicación. Al igual que con otros peligros, la JMPS no pueden llevar a cabo las evaluaciones de riesgos y se basa en las evaluaciones realizadas por las autoridades nacionales de registro, la OMS / PCS, IPCS y la JMPR de la FAO/OMS. Las evaluaciones de riesgos relacionados con el ingrediente activo generalmente se pueden adoptar libremente * debido a las características de peligro como la toxicidad no están influenciados en gran medida por el clima. Por el contrario, los riesgos asociados con el punto de ignición dependen tanto del clima y los usos específicos que se registran y es difícil proporcionar especificaciones globales para esta característica. En los casos en que el punto de ignición es de gran preocupación, una "nota" puede ser insertada en una especificación, llamando la atención sobre la necesidad de cumplir con los requisitos nacionales, pero las especificaciones FAO/OMS no puede proporcionar un único límite, universal para punto de ignición.

* Nota. Un criterio para el desarrollo de una especificación de la FAO/OMS es el registro actual por una o más autoridades competentes, lo que implica que los riesgos asociados con uno o más usos del producto se han evaluado como aceptable en uno o más países. La existencia de una especificación de la FAO/OMS no disminuye la necesidad de otras autoridades de registro para evaluar los riesgos asociados con los usos del producto en las zonas de las que son responsables.

(iv) Propiedades granulométricas, de fragmentación y de adhesividad

4.5.31 Prueba de tamizaje en húmedo

Propósito

Restringir el contenido de partículas insolubles de tamaños tales que puedan bloquear boquillas y filtros.

Aplicabilidad

A polvos mojables (WP), suspensiones concentradas incluyendo las destinadas a tratamiento de semillas y en base a aceite (SC, FS y OD); gránulos dispersables en agua (WG), suspensiones de encapsulado acuosas (CS), concentrados dispersables (DC), suspo-emulsiones (SE), tabletas solubles en agua y tabletas dispersables (ST y WT); y gránulos y polvos emulsificables (EG y EP).

Métodos

MT 182 Tamizado húmedo utilizando agua reciclada;

MT 185 Prueba de tamiz húmedo, el método de preferencia, una revisión de los métodos MT 59.3 y MT 167.

Requisito

Una cifra y valores adecuados pueden ser:

Máximo 2% retenido en un tamiz de prueba de 75 µm.

Comentario

En algunas normas para especificaciones no se incluye esta prueba, dado que está incluida en forma efectiva en otros ensayos, como, por ejemplo, en el de estabilidad de la solución (ver 4.5.64).

4.5.32 Prueba de tamizado en seco

Propósito

Restringir el contenido de partículas de tamaños no deseados.

Aplicabilidad

Polvos y granulados destinados a la aplicación directa.

Método

MT 170 Análisis de tamizado en seco de gránulos dispersables en agua (WG).

Requisito

Los límites generales no pueden ser suministrados.

4.5.33 Rango nominal de tamaño

Propósito

Asegurar que una proporción aceptable de una formulación granulada esté dentro de un rango granulométrico adecuado, a fin de minimizar la segregación o separación de las partículas durante el transporte y la manipulación, garantizando de esta manera un flujo uniforme en el equipo de aplicación.

Aplicabilidad

Gránulos (GR).

Métodos

MT 170 Análisis de tamizado en seco para gránulos dispersables en agua (WG)

MT 187 El análisis del tamaño de partículas por difracción láser

Requisitos

No menos del 85% de la formulación deberá estar dentro del rango nominal de tamaño.

Comentario

El rango de tamaños puede afectar la actividad biológica y la capacidad de funcionamiento del equipo de aplicación.

4.5.34 Pulverulencia

Propósito

Restringir la pulverulencia o formación de polvo en formulaciones granuladas, que pueda producir liberación de polvo hacia el ambiente durante la manipulación y aplicación y aumentar los riesgos a los usuarios.

Aplicabilidad

Los gránulos (GR), gránulos dispersables en agua (WG) gránulos emulsificables (EG) y gránulos solubles en agua (SG).

Método

MT 171.1 Pulverulencia de formulaciones granulares¹.

Requisito

La formulación deberá tener un máximo de polvo recogido de 30 mg por el método gravimétrico o un factor máximo de polvo de 25 por el método óptico MT 171.1.

Comentarios

Método MT 171.1 describe dos formas de medir la pulverulencia: un método gravimétrico y un método óptico. El método óptico generalmente muestra una buena correlación con el método gravimétrico y puede, por lo tanto, ser utilizado como una alternativa, donde el equipo está disponible. Cuando la correlación esté en duda, deberá verificarse con la formulación a ensayar. En caso de conflicto, se utilizará el método gravimétrico

4.5.35 Resistencia al desgaste o el grado de desgaste

Propósitos

Asegurar que las formulaciones granuladas permanezcan intactas hasta su uso, minimizar los riesgos del polvo generado por efecto de la desintegración producida durante la manipulación o uso en el manejo y transporte y, en el caso de granulados (GR), evitar la generación de polvo

¹ El MT revisado 171.1 ha sido adoptado en la Reunión CIPAC en Atenas en 2015. El MT 171 ya no es compatible y no debe ser utilizado con nuevas propuestas de especificación, pero sigue siendo válido en apoyo de las especificaciones existentes. Los resultados obtenidos por MT 171.1 son equivalentes a los resultados obtenidos por MT 171.

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

y/o partículas finas que, además, pueden afectar la aplicación y la eficacia en el campo.

Aplicabilidad

Las formulaciones granulares (GR, WG, SG y EG) y las formulaciones de tabletas (DT, WT, ST, dependiendo de su modo pretendido de uso).

Método

MT 178 Resistencia a desgaste de los gránulos (GR).

MT 178.2 Resistencia al desgaste de los gránulos destinado a la dispersión en agua (WG, SG, EG).

MT 193 La friabilidad de las tabletas.

Requisito

Los límites generales no pueden ser suministrados.

Comentario

CIPAC MT 193 medidas de desgaste (la tendencia a perder materiales de superficies / bordes como resultado del impacto y la fricción).

La resistencia al desgaste de una tableta suele estar estrechamente relacionado con el diseño de envases. Si una tableta se envasa en un protector que absorbe los choques del contenedor, de sacarlo del contenedor para el propósito de la abrasión / pruebas de integridad, no puede ser apropiado para el control de calidad, debido a que estará sujeto a fuerzas de impacto y la abrasión muy superior a las que ocurren normalmente durante el transporte, almacenamiento y manipulación del contenedor comercial.

4.5.36 Integridad de las tabletas

Propósitos

Para asegurar que las tabletas permanezcan intactas hasta su uso, asegurar que se aplica la dosis prevista.

Aplicabilidad

Tabletas (DT, ST y WT).

Método

Observación visual.

Requisitos

No debe haber tabletas rotas en por lo menos una bolsa / paquete que contiene múltiples tabletas.

4.5.37 Adherencia a las semillas

Propósitos

Asegurar que la dosis prevista permanezca adherida a las semillas y no pueda ser removida fácilmente, ya que su desprendimiento incrementaría los riesgos durante la manipulación, y afectaría la eficacia.

Aplicabilidad

A todas las formulaciones para tratamiento de semillas.

Métodos

MT 194 Adhesión para la semilla tratada.

Requisito

Los límites generales no pueden ser suministrados.

4.5.38 Rango de tamaño de partícula

Propósito

Para restringir los tamaños de las partículas en suspensión a un rango suficientemente estrecho para asegurar la eficacia y / o seguridad óptima del producto.

Aplicabilidad

Formulaciones de fase múltiple, en su caso

Métodos

MT 187 Análisis del tamaño de partícula por difracción láser.

Requisitos

Los límites son generalmente dependientes de producto.

4.5.39 Dureza en tabletas

Propósito

Para asegurar que los comprimidos permanecen intactos durante la manipulación y aplicación.

Aplicabilidad

Las tabletas que no debe desintegrarse antes o durante la aplicación.

Método

No hay métodos de prueba adecuados que estén disponibles para la dureza del comprimido.

Requisitos

Los límites son usualmente dependientes del producto.

(v) Propiedades de dispersión

4.5.41 Dispersabilidad y la espontaneidad de la dispersión

Propósito

Para asegurar que la formulación se disperse fácil y rápidamente cuando se diluye con agua.

Aplicabilidad

A suspensiones concentradas (SC), suspensiones acuosas de encapsulados (CS) y gránulos dispersables en agua (WG).

Métodos

MT 160 La espontaneidad de la dispersión de suspensiones concentradas;

MT 174 Dispersabilidad de gránulos dispersables en agua.

Requisitos

Para las suspensiones concentradas, suspensiones de cápsulas, normalmente al menos 60% del ingrediente activo permanecerá en dispersión. Para gránulos dispersables en agua (WG) la dispersabilidad será de al menos 60% en análisis gravimétrico.

Comentarios

Utilizando el método MT 160, el análisis químico es la única técnica totalmente confiable para medir la masa de ingrediente activo que permanece en suspensión. Las mediciones más sencillas, como la extracción gravimétrica o con solventes, pueden ser utilizadas como práctica de rutina, siempre que demuestre dar los mismos resultados que el análisis químico. En caso de controversia, el análisis químico será el método de arbitraje. El método previsto para la determinación gravimétrica es el MT 174.

4.5.42 Tiempo de desintegración y grado de dispersibilidad o disolución

Propósitos

Asegurar que las tabletas solubles o dispersables se desintegren rápidamente al agregarse al agua y que la formulación se disperse o disuelva rápidamente.

Aplicabilidad

A tabletas solubles (ST) y a tabletas dispersables en agua (WT).

Métodos

MT 196 Propiedades de la solución de formulaciones ST;

MT 197 Desintegración de tabletas.

Requisitos

Límites generales no pueden ser dados

4.5.43 Suspensibilidad

Propósito

Para asegurar que una cantidad suficiente de ingrediente activo se dispersa homogéneamente en suspensión en el líquido de aspersión para dar una mezcla satisfactoria y eficaz durante la aplicación.

Aplicabilidad

Los polvos humectables (WP), suspensiones concentradas (SC), concentrado fluido para el tratamiento de semillas (FS) que se diluye para su uso, suspensiones de cápsulas (CS), gránulos dispersables en agua (WG) y tabletas dispersables en agua (WT).

Método

MT 184 Suspensibilidad para formulaciones que forman suspensiones en la dilución en agua (una armonización de los métodos MT 15, MT 161 y MT 168).

Requisito

En el caso de polvos mojables, suspensiones concentradas, suspensiones de encapsulado y gránulos dispersables en agua, no menos del 60% de ingrediente activo deberá permanecer en suspensión.

Comentarios

La suspensión se prepara por el método indicado en las instrucciones de uso de la formulación o, si no se da ningún método, por el método MT 184 (b), sin la formación de crema. La prueba se lleva a cabo normalmente antes y después de la prueba de la estabilidad a temperatura elevada, utilizando Agua Estándar CIPAC D. Las suspensiones deben ser probadas en las dosis más altas y las más bajas de uso recomendadas, siempre que estén dentro del alcance del método. Mientras que la prueba define un límite inferior de 0.2%, el límite superior se define de manera implícita por el remanente de 1/10 de 250 ml. Por lo tanto, la masa de la muestra utilizada debe dar lugar a un volumen de sedimentación que está por debajo de 25 ml. Este es el caso usualmente con las formulaciones que se diluyen en el % bajo del rango. Sin embargo, las formulaciones FS – si se diluyen todo antes ser utilizadas – tienen altas concentraciones de uso que no están en línea con el límite superior implícito de MT 184 y la suspensibilidad no debe ser probada. La prueba se lleva a cabo en un baño de agua a 30 ± 2 °C, a menos que se requieran otras temperaturas.

4.5.44 Estabilidad de la dispersión

Propósito

Asegurar que una proporción suficiente del ingrediente activo se disperse homogéneamente en suspensión y emulsión en el caldo, para obtener una mezcla satisfactoria y efectiva durante la aplicación.

Aplicabilidad

Suspo-emulsiones (SE), gránulos emulsificables (EG), polvos emulsificables (EP), concentrados dispersables (DC) y suspensiones concentradas en base aceite (OD).

Método

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

Estabilidad de dispersión de las suspo-emulsiones.

Requisito

La formulación, al ser diluida a 23 ± 2 °C (a menos que se requieran otras temperaturas) con Aguas CIPAC Estándar A y D, deberá continuar cumpliendo con la siguiente:

Tiempo de reposo de la dispersión	Límites de estabilidad
0 h	Dispersion inicial completa
0.5 h	"crema", máximo: ml "aceite libre", máximo: ml sedimento, máximo: ml
24 h	re-dispersión completa
24.5 h	"crema", máximo: ml "aceite libre", máximo: ml sedimento, máximo: ml

Comentario

El ensayo debe ser realizado a las dosis máximas y mínimas de uso recomendadas.

4.5.45 Estabilidad de la emulsión y re-emulsificación

Propósito

Para asegurar que una proporción suficiente del ingrediente activo se dispersa uniformemente en emulsión para formar una mezcla satisfactoria y efectiva durante la aplicación.

Aplicabilidad

A concentrados emulsificables (EC) , emulsiones aceite en agua (EW) y microemulsiones (ME).

Método

MT 36.3 Características de emulsión de concentrados emulsificables.

Requisitos

La formulación, al ser diluida a 25 ± 5 °C (a menos que se requieran otras temperaturas) con aguas CIPAC Estándar A y D, deberá cumplir con lo siguiente:

Tiempo después de la dilución	Límites de estabilidad , MT 36.3
0 h	Emulsificación inicial completa
0.5 h	"crema", máximo: ml
2.0 h	"crema", máximo: ml "aceite libre", máximo: ml
24 h	re-emulsification complete
24.5 h	"crema", máximo: ml "aceite libre", máximo: ml
Nota: pruebas después de 24 h se requieren sólo cuando los resultados en 2 h están en duda	

Comentarios

La prueba se lleva a cabo normalmente antes y después de la prueba de estabilidad térmica, utilizando Aguas Estándar CIPAC A y D a una

temperatura de 25 ± 5 °C. La prueba debe ser llevada a cabo a la más alta y más baja concentración de dosis utilizada y estando dentro del alcance del método.

(vi) Propiedades de flujo

4.5.51 Fluidez

Propósito

Para asegurarse de que los gránulos de aplicación directa fluyan libremente desde la maquinaria de aplicación; y que los gránulos de dispersión o disolución en agua fluyan libremente, en lugar de la formación de grumos, después del almacenamiento.

Aplicabilidad

Gránulos dispersables en agua (WG), gránulos solubles en agua (SG), gránulos (GR) y gránulos emulsificables (EG).

Métodos

MT 172.1 La fluidez de preparaciones granulares después de almacenamiento acelerado bajo presión.

Requisitos

Los límites generales no pueden ser suministrados.

4.5.52 Capacidad de vertido

Propósito

Para asegurar que las formulaciones poseen características que les permitan verter fácilmente a partir de contenedores.

Aplicabilidad

Las suspensiones concentradas (SC, FS, y OD), suspensiones acuosas de cápsulas (CS), suspoemulsiones (SE), emulsiones de aceite en agua (EW) y formulaciones de manera similarmente viscosas, pero también puede ser aplicado a las formulaciones en solución, tales como concentrados solubles (SL) y concentrados emulsionables (CE).

Métodos

MT 148.1 Capacidad de vertido de las suspensiones concentradas, revisado.

Requisito

"Residuo": máximo 5%.

Comentario

El "residuo" es la porción de la formulación que queda en el cilindro de ensayo.

La cláusula no define las propiedades de vertido y enjuague de los envases. Las propiedades de vertido de las combinaciones formulación / envase son específicas y el método de prueba solamente determina el comportamiento de la formulación en una columna de ensayo. Por importante que sean para el usuario las propiedades de vertido y enjuague de la combinación

4. Finalidades, aplicabilidad, y requisitos de las cláusulas, continuación

formulación / envase, aún no hay métodos disponibles que permitan incorporarlas a una especificación FAO/OMS.

4.5.53 Viscosidad

Propósito

Para asegurar que las formulaciones de una sola fase, por ejemplo, UL, tiene propiedades de viscosidad adecuados para el propósito.

Aplicabilidad

UL

Métodos

MT 192 Viscosidad de líquidos por viscosímetro rotacional;

MT 22 Viscosidad, cinemática (apto para productos newtonianos).

Requisitos

Los límites son generalmente dependientes del producto.

(vii) Propiedades de solución y disolución

4.5.61 Acidez, alcalinidad o rango de pH

Propósito

Minimizar el potencial de descomposición del ingrediente activo, el deterioro de las propiedades físicas de la formulación o la potencial corrosión del envase.

Aplicabilidad

Especificaciones para cualquier material en que pueda ocurrir una reacción adversa en presencia de ácido o álcali excesivo.

Métodos

MT 31.1 Acidez libre o alcalinidad;

MT 191 Acidez o alcalinidad libre de formulaciones, el método recomendado para acidez o alcalinidad;

MT 75.3 Determinación de los valores de pH.

Requisitos

Los límites generales no pueden ser suministrados.

Acidez y la alcalinidad deben ser expresados como g/kg de H₂SO₄ y NaOH, independientemente de la naturaleza de la especie ácida o alcalina presente.

pH debe ser expresado como un rango con límites superior e inferior.

Comentario

Los requisitos para esta cláusula deben ser justificados por el proponente. Por ejemplo, se justificará cuando ocurra la degradación catalizada por ácido o base del ingrediente activo, pero no se justificará si el ingrediente activo y los formulantes son estables sobre un amplio rango de valores de pH.

4.5.62 Miscibilidad con aceites hidrocarbonados

Propósito

Asegurar que se produzca una mezcla homogénea cuando una formulación es diluida en aceite.

Aplicabilidad

A cualquier formulación diseñada para ser diluida con aceite antes de usar (p. ej., OL).

Método

MT 23 Miscibilidad con aceite hidrocarbonado.

Requisito

Los límites generales no pueden ser suministrados.

4.5.63 Disolución de bolsas hidrosolubles

Propósito

Para asegurar que las formulaciones envasadas en bolsas hidrosolubles, cuando se dispersa o disuelta, no bloqueará filtros o boquillas del equipo de aplicación.

Aplicabilidad

Todas las formulaciones envasadas en bolsas hidrosolubles.

Método

MT 176 Velocidad de disolución de bolsas hidrosolubles.

Requisito

Un valor adecuado podría ser un máximo de 30 segundos.

4.5.64 Grado de disolución y/o estabilidad de la solución

Propósito

Para asegurar que: i) las formulaciones hidrosolubles se disuelvan rápidamente y, una vez diluidas, produzcan soluciones estables sin precipitación, floculación, etc.; ii) los concentrados solubles produzcan soluciones estables al diluirse.

Aplicabilidad

Especificaciones para todas las formulaciones hidrosolubles.

Métodos

MT 179.1 Grado de disolución y estabilidad de la solución;

MT 41.1 Estabilidad de la dilución;

MT 196 Propiedades de solución de formulaciones ST.

Requisitos

Máximo 2% retenido en prueba de tamiz de 75 µm (MT 179.1)

Traza de sedimento después de 30 minutos (MT 41.1)

Comentario

MT 179.1 ha sido probado de gránulos solubles en agua (SG), pero se ha acordado por CIPAC que también es aplicable a polvos solubles en agua (SP). MT 41.1 es aplicable a soluciones acuosas en general.

4.6 Estabilidad de almacenamiento

4.6.1 Estabilidad a 0 °C

Propósito

Asegurar que las propiedades de las formulaciones no sean afectadas adversamente por el almacenamiento durante períodos de frío, respecto de las propiedades de dispersión y de granulometría.

Aplicabilidad

Especificaciones para formulaciones líquidas.

Método

MT 39.3 Estabilidad a baja temperatura de formulaciones líquidas.

Requisitos

Después de un almacenamiento a 0 ± 2 °C por 7 días, la formulación deberá seguir cumpliendo con los requisitos de las cláusulas para dispersión inicial, estabilidad de emulsión o suspensión, y prueba de tamizado húmedo. La cantidad máxima normal permitida de sólidos y líquidos separados será de 0,3 ml.

Comentarios

Los principales problemas con las bajas temperaturas de almacenamiento se relacionan con la precipitación o separación de las fases líquidas. Las propiedades originales de la formulación deberán ser restauradas calentando y mezclando el contenido, de lo contrario es probable que la aplicación en el campo no resulte satisfactoria. De ser requerido, el ensayo puede realizarse a una temperatura más baja, de mutuo acuerdo entre el comprador y el vendedor.

En ciertos casos (ej. las CS) podrá ser importante evaluar el efecto de los ciclos de congelamiento y descongelamiento sobre la formulación. Puede haber efectos adversos en la retención del ingrediente activo por las cápsulas.

El método MT 39.3 es adecuado para formulaciones consistentes en una solución de plaguicida en agua o solvente orgánico (p. ej., concentrados solubles y concentrados emulsionables). Puede utilizarse en ciertas formulaciones líquidas consistentes en una dispersión en fase continua acuosa o no acuosa, pero en estos casos, la aplicabilidad del método debe ser establecida antes de que pueda servir de base a una Especificación FAO.

Estabilidad a 0 °C se debe considerar para formulaciones microbianas solamente en aquellos casos en que el almacenamiento en frío puede afectar negativamente a la estabilidad física de la formulación o la actividad biológica de los microorganismos.

4.6.2 Estabilidad a temperatura elevada

Propósito

Para asegurarse de que las propiedades de las formulaciones no se ven afectadas negativamente por el almacenamiento a alta temperatura, y para proporcionar medios para una predicción temprana de su estabilidad durante el almacenamiento a largo plazo a temperatura más moderada, con

respecto al contenido de ingrediente activo (y un posible aumento consecuente en impurezas relevantes) y ciertas propiedades físicas.

Aplicabilidad

Especificaciones para todo tipo de formulaciones a menos que el almacenamiento a temperatura elevada no sea posible por las condiciones recomendadas por el producto (por ejemplo, para los productos biológicos basados en microorganismos).

Método

MT 46.3 Procedimiento de almacenamiento acelerado.

Nota: MT 46.3 no está destinado para prueba en productos basados en microorganismos como bacterias u hongos, que no son compatibles con el almacenamiento a una temperatura más alta. En estos casos se deben seguir las condiciones de almacenamiento recomendadas para el producto.

Requisitos

Después de un almacenamiento a 54 ± 2 °C por 14 días, la formulación deberá seguir cumpliendo con los requisitos de las cláusulas apropiadas referidas al contenido de ingrediente activo, impurezas relevantes, y parámetros físicos relevantes.

El contenido de ingrediente activo no deberá descender a menos del 95% del contenido previo a la prueba, y las propiedades físicas significativas no deberán cambiar al punto que puedan afectar la aplicación y/o la seguridad.

Cuando la formulación no sea adecuada ni haya sido prevista para usarse en climas cálidos, y sea afectada adversamente por temperaturas muy altas, las condiciones de la prueba pueden ser modificadas. Probablemente sea necesario evitar temperaturas que excedan los 50 °C cuando la formulación esté envasada en bolsas hidrosolubles y esto también puede ser necesario en el caso de ciertos insecticidas caseros, como los aerosoles (AE).

Condiciones alternativas son: 4 semanas a 50 ± 2 °C, 6 semanas a 45 ± 2 °C; 8 semanas a 40 ± 2 °C, 12 semanas a 35 ± 2 °C o 18 semanas a 30 ± 2 °C.

Comentarios

Las muestras de la formulación tomadas antes y después del ensayo MT 46.3 deberán ser analizadas simultáneamente, después de la prueba, a fin de reducir el error analítico.

Debe ser suministrada mayor información si la degradación del ingrediente activo es superior al 5% o una propiedad física se ve afectada negativamente. Por ejemplo, los productos de degradación deben ser identificados y cuantificados. En formulaciones con concentraciones por debajo de 1% o puede haber problemas analíticos en la identificación de los productos de degradación que pueden ser sólo a nivel 0,05%. En tales casos deben proporcionar evidencia disponible y la argumentación científica sobre los productos de degradación probables.

En las etiquetas de las formulaciones deberá indicarse la fecha (mes y año) de fabricación del lote o partida. Se deberá suministrar información significativa sobre la estabilidad en almacenamiento, si la fecha prevista de

vencimiento fuera menor de 2 años. La fecha que figure en la etiqueta deberá ser la fecha de inicio, a partir de la cual el proveedor garantice la calidad de la formulación. Deberá utilizarse el término “fecha de fabricación” y no “fecha de formulación”, ya que esta última puede llevar a confusión entre el proveedor y el comprador (ver también *FAO Guidelines on Good Labelling Practice*, 2015).

Las formulaciones de plaguicidas químicos y en contraste con los plaguicidas biológicos, generalmente se espera que siga siendo satisfactoria en uso después de un almacenamiento durante al menos 2 años a partir de la fecha de liberación en los envases originales sin abrir, a condición de que éstos han sido almacenados de acuerdo a las instrucciones dadas en la etiqueta. Información sobre la estabilidad de almacenamiento de la formulación debe ser proporcionada en la etiqueta si la vida útil prevista es inferior a 2 años.

La FAO y la OMS generalmente no recomiendan el almacenamiento de formulaciones durante más de 2 años y las especificaciones no tienen la intención de aplicar a los períodos de almacenamiento más largos. Cuando una formulación ha sido sometida a un almacenamiento prolongado o condiciones adversas durante el almacenamiento, se recomiendan análisis y pruebas para evaluar su adecuación para el uso.

Para ciertos productos, por ejemplo, LN (mosquiteros de larga duración tratados con insecticida), se puede necesitar más tiempo de vida útil. La vida útil más larga alegada deberá estar sustentada con los datos que demuestran que el producto permanece dentro de las especificaciones para el período más largo.

La velocidad a la que los productos se someten a cambios químicos y / o físicos depende de la naturaleza del ingrediente activo (s), la formulación, el envase, y las condiciones de almacenamiento. El producto sigue siendo apto para su uso, siempre y cuando los cambios no afectan negativamente a la aplicación, el rendimiento biológico, o la seguridad de los operadores, los consumidores o el medio ambiente. Sin embargo, estos efectos adversos no se pueden evaluar de manera rutinaria por el comprador y - exceptuando los productos biológicos - la prueba de almacenamiento a temperatura elevada proporciona un medio económico para demostrar que no deberían ocurrir si el producto se almacena de acuerdo con las recomendaciones de la etiqueta.

La cinética de reacción (ecuación de Arrhenius) no son lineales con respecto a la temperatura y por lo tanto el almacenamiento a temperatura constante $t\text{ }^{\circ}\text{C}$ no es igual a almacenamiento a temperaturas variables con una media aritmética de $t\text{ }^{\circ}\text{C}$. Estimación de las temperaturas medias del aire / superficie es problemática, incluso cuando las medidas exactas de máximos y mínimos diarios están disponibles. Además, la mayor parte principal de un producto no se somete normalmente a los extremos de temperatura alcanzada por el embalaje. Por lo tanto, el cálculo del impacto de un régimen particular de almacenamiento sobre la estabilidad de un producto puede ser engañosa. Se espera que la prueba recomendada de estabilidad de almacenamiento a las condiciones recomendada para el almacenamiento para proporcionar un indicador más fiable.

La cláusula de estabilidad a temperatura elevada proporciona límites para el contenido de ingrediente activo y las propiedades físicas del producto. En general se acepta que las desviaciones de $\pm 10\%$ del contenido¹ de ingrediente activo nominal de un plaguicida químico no influyen significativamente el rendimiento biológico. Cuando el ingrediente activo está sujeto inevitablemente a la degradación durante el almacenamiento recomendada, un excedente $\leq 10\%$ del contenido nominal se puede aplicar para compensar la degradación. Alternativamente, un límite $<95\%$ para el contenido de ingrediente activo después de la prueba de estabilidad de almacenamiento puede ser propuesto. En cualquier caso, normalmente se le pedirá al fabricante para proporcionar evidencia de apoyo para el requisito.

Un estudio más detallado de los asuntos de la vida útil y la estabilidad de almacenamiento se da en Monografía Técnica N ° 17 de CropLife Internacional, "Directrices para la Especificación de la vida útil de los productos fitosanitarios (junio de 2009)². Ver también el Código Internacional de Conducta sobre manejo de plaguicidas (FAO y la OMS, 2014)³

¹ Esto no debe confundirse con las tolerancias estándar que figuran en el cuadro del punto 4.3.2, que no incluyen un margen para deterioro o exceso.

² Pueden obtenerse a través del sitio web de CropLife Internacional <http://www.croplife.org> (Octubre 2015)

³ Accesible a través de la página web de la FAO. <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/code/en/> (Octubre 2015)