

N° 27040-MAG-MEIC

EL PRESIDENTE DE LA REPUBLICA
Y LOS MINISTROS DE AGRICULTURA Y GANADERIA
Y DE ECONOMIA, INDUSTRIA Y COMERCIO,

En uso de las potestades que les confiere el artículo 140, incisos 3 y 18, de la Constitución Política y de acuerdo con lo dispuesto en los numerales 28 y 29 de la Ley General de la Administración Pública, en la ley 1698 del 26 de noviembre de 1953, en la ley 5292 del 9 de agosto de 1973 y la Ley de Protección Fitosanitaria N° 7664 del 2 de mayo de 1997.

DECRETAN:

Artículo 1°—Aprobar la siguiente norma

RTCR 172:1991 PLAGUICIDAS. DETERMINACIÓN DE LA ESTABILIDAD DE LA EMULSIÓN DE FORMULACIONES DE PLAGUICIDAS

1.—OBJETO Y AMBITO DE APLICACION

Esta norma tiene por objeto establecer el método para la determinación de la estabilidad de la emulsión de los plaguicidas y coadyuvantes que se formulan en forma de concentrados emulsificables y al diluirse en agua para su aplicación forman una emulsión tipo aceite en agua.

No se aplica a formulaciones donde el ingrediente activo es sólido.

2.—DEFINICIONES

- 2.1 concentrado emulsificable** es una formulación líquida de una sola fase que posee propiedades de formar una emulsión, cuando se mezcla el agua.
- 2.2 emulsión:** es el sistema heterogéneo formado por la dispersión de pequeños glóbulos de un líquido en otro.
- 2.3 grado de estabilidad de la emulsión:** es la medida de separación de crema, aceite, o agua a intervalos definidos de tiempo.
- 2.4 separación de crema:** es la formulación de una zona de aspecto cremoso en la parte superior o en el fondo de la emulsión, y que contiene una mayor proporción de la fase dispersa que el resto de la emulsión.
- 2.5 separación de agua:** es la aparición de una zona visiblemente transparente y generalmente incolora.
- 2.6 separación de aceite:** es la aparición de una parte de producto de aspecto oleoso y tiene lugar cuando la emulsión se rompe parcial o totalmente.

3.—MÉTODO

El método consiste en medir el sedimento o la crema y aceite al separarse el formulado del agua, de acuerdo con la estabilidad de emulsión, es decir, en la medida en que la separación del formulado es mayor, la estabilidad de emulsión empeora, separándose hacia abajo o hacia arriba, de acuerdo con la densidad del formulado.

4.—MATERIALES NECESARIOS

Para la realización de la determinación de la estabilidad de la emulsión de concentrados emulsificables pueden utilizar los utensilios que se especifican en este capítulo, los cuales deben estar limpios, secos y exentos de olores extraños.

- 4.1** probetas de 100 ml de capacidad, con tapón esmerilado, divisiones de un milímetro que permita apreciar $\pm 0,50$ ml, con diámetro de 3 cm aproximadamente, con una altura de la escala de 0 a 100 ml de 23 cm a 25 cm y con un espacio libre por encima de la marca de los 100 ml, entre 3 y 5 cm.

- 4.2** Pipetas volumétricas de 5 ml.
- 4.3** Frascos erlenmeyer de 500 ml.
- 4.4** Matraces volumétricos de 1 l.
- 4.5** Vaso de precipitados de 1000 ml.
- 4.6** Medidor de pH.
- 4.7** Lámpara de luz fluorescente, para leer separaciones.
- 4.8** Baño María que regule a $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$.
- 4.9** Balanza de Laboratorio con sensibilidad de 0,1 mg.
- 4.10 Reactivos.** Consiste en agua de 342 mg/kg de dureza total expresada como carbonato de calcio. Todos los reactivos que se utilicen en la preparación de dicha agua deberán ser de calidad analítica para análisis (p.a.).

4.10.1 Preparación. Para proceder a la preparación del reactivo de agua 342 mg/kg de CaCO_3 se hará de la siguiente forma:

4.10.1.1 Solución I. Solución de CA 0,04M. Pesar cuidadosamente CaCO_3 4,0 g. (secar por dos 2 horas a 105°C antes de usarlo) y transferir a un erlenmeyer de 500 ml con un mínimo de agua. Colocar un pequeño embudo de filtración en la boca del frasco y añadir lentamente HCl 1N (82,0 ml medidos con una bureta) y agitar el contenido. Cuando se ha disuelto todo el CaCO_3 diluir aproximadamente a 400 ml con agua y hervir para eliminar el exceso de CO_2 . Enfriar la solución, añadir rojo de metilo (2 gotas) y neutralizar hasta un color naranja intermedio con NH_4OH 1N (añadir gota a gota). Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro y aforar con agua. Cuando 1 ml de esta solución se diluye en 1000 ml produce una solución que tiene una dureza de 4 mg/kg expresada como CaCO_3 .

4.10.1.2 Solución II. Solución de Mg 0,04M. Pesar cuidadosamente MgO 1,613 g (secar por 2 horas a 105°C antes de usarlo) y transferir a un erlenmeyer de 500 ml con un mínimo de agua, colocar un pequeño embudo de filtración en la boca del frasco y añadir lentamente HCl 1N (82 ml medidos con una bureta). Si es necesario calentar ligeramente para disolver el óxido de magnesio, transferir a un vaso de precipitados de 1000 ml y diluir aproximadamente a 400 ml con agua y llevar a ebullición (5-10 minutos), para eliminar el dióxido de carbono. Enfriar y agregar una solución indicadora de rojo de metilo (2 gotas) y neutralizar a un color anaranjado intermedio por adición de una solución de NH_4OH 1N, transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro y llevar a volumen con agua y almacenar en recipiente de polietileno. Cuando 1 ml de esta solución se diluye a 1000 ml produce una solución que contiene una dureza de 4 mg/kg expresada como CaCO_3 .

Agua 342 mg/kg de dureza expresada como carbonato de calcio.

Tomar con una bureta solución I (68,5 ml) y solución II (17,0) y verterlos a un vaso de precipitados de 1000 ml, diluir aproximadamente a 800 ml con agua desionizada. Ajustar el pH a 6,0-7,0, añadiéndole gota a gota una solución de NaOH 0,1N y transferir cuantitativamente la solución a un matraz volumétrico de 1000 ml y aforar con agua desionizada.

Esta solución de trabajo debe ser preparada antes de usarse y almacenar en envases de polietileno.

4.10.1.3 La comprobación de la dureza se realizará de acuerdo al método de CIPAC M.T. 73 (Vol. F).

5.—DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS

Para la determinación de las propiedades físicas se deben tener en cuenta el procedimiento del método para la estabilidad y para la espontaneidad.

5.1 Procedimiento del método para la estabilidad.

Se mezcla un volumen de concentrado emulsionable (5 ml) (emulsión al 5% v/v) con agua normalizada para llevar a un volumen final de 100 ml de emulsión acuosa. La estabilidad se determina en un Baño María a temperatura constante, el resultado es en términos de la cantidad de aceite libre o crema, los cuales se

forman mientras la emulsión se deja reposar sin vibraciones o movimientos mecánicos que modifiquen la estabilidad esperada en lapsos de tiempo de un total de 24 horas en los que se analiza visualmente.

5.2 Procedimiento del método para la espontaneidad

- 5.2.1 En una probeta de 100 ml se vierten 95 ml de agua 342 mg/kg de dureza y se coloca en el baño de agua procurando que se encuentre libre de vibración durante una hora, para que el agua de la probeta tenga la temperatura deseada al momento de iniciar la prueba.
- 5.2.2 Verter suavemente desde la boca de la probeta, 5 ml de muestra, sobre la superficie del agua y de tal manera que el flujo caiga sobre el centro del líquido en el tiempo aproximado de 5 segundos. Tapar la probeta e invertirla una vez. Después de 30 segundos observar si la mezcla emulsiona espontáneamente.
- 5.2.3 Invertir la probeta 10 veces (en ángulo de 180° aproximadamente y volverla a su posición original. Esta operación debe realizarse en aproximadamente 10 segundos), a fin de agitar convenientemente la emulsión y colocarla de nuevo en el baño de agua a la temperatura anteriormente indicada.
- 5.2.4 A los 30 y 120 minutos, observar a contraposición de la luz fuerte, si hay separación de crema y aceite y clarificación y se anotan los volúmenes de crema, aceite y agua. A las 24 horas se invierte la probeta una vez y se deja en descanso en el baño de agua durante otros 30 minutos más y se anota la separación de crema, agua y aceite. A las 24 horas se invierte la probeta una vez y se deja en descanso en el baño de agua durante otros 30 minutos más y se anota la separación de crema, agua y aceite.
- 5.2.5 Los análisis se realizarán por duplicado y se calculará el promedio de los resultados.

6.—TOLERANCIAS

Para los fines de esta norma se considera la emulsión estable cuando cumple con los siguientes requisitos:

- 5.1 En lo que se refiere a cremado en reposo en el desarrollo del análisis, los límites son:

A los 0 minutos	Emulsificación completa y espontánea
A los 30 minutos	2,0 ml de cremado máximo
A las 2 horas	4,0 ml de cremado máximo, aceite libre:
	0,5 ml
A las 24 horas	Reemulsificación completa
A las 24,5 horas	4,0 ml de cremado máximo
	2 ml de aceite como límite máximo
- 5.2 Durante el proceso de análisis (24,5 horas), no debe de presentarse en ningún momento separación de agua.
- 5.3 Si en cualquiera de los tiempos establecidos el cremado o el aceite sobrepasan los límites señalados, se considera que la emulsión no es estable y que por ello no cumple con la norma de calidad.

7.—BIBLIOGRAFÍA

Para la redacción de esta norma se ha tomado en cuenta la siguiente bibliografía.

COLLABORATIVE INTERNATIONAL PESTICIDES ANALYTICAL COUNCIL LIMITED VOL. F, England, 1995.

DIRECCIÓN DE SANIDAD VEGETAL, INSTITUTO INTERAMERICANO DE COOPERACION PARA LA AGRICULTURA. *Manual de Métodos Analíticos de Formulaciones de Plaguicidas*. México, D.F., 1988.

INSTITUTO CENTROAMERICANO DE INVESTIGACION Y TECNOLOGIA INDUSTRIAL (ICAITI). *Plaguicidas. Determinación de la estabilidad de la emulsión de concentrados emulsionables*. Guatemala, 1983.

ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA AGRICULTURA Y LA ALIMENTACIÓN. *Manual on the development and use of FAO specifications for plant protection products*. Roma, 1987.

Artículo 2°—A toda persona que haciendo uso de este reglamento técnico, encuentre errores tipográficos, ortográficos, inexactitudes o ambigüedades, se le solicita notificarlo a la Oficina Nacional de Normas y Unidades de Medida, sin demora, aportando, si es posible la información correspondiente, para hacer las investigaciones necesarias y tomar las previsiones del caso.

Artículo 3°—Serán sancionados de acuerdo con las leyes penales quienes incumplan con lo dispuesto en la presente norma.

Artículo 4°—Deróguese el decreto ejecutivo N° 21229-MAG de veintitrés de abril de mil novecientos noventa y dos, visible a Diario Oficial "La Gaceta" N° 89 del 11 de mayo de 1992.

Artículo 5°—Rige a partir de su publicación.

Dado en la Presidencia de la República.—San José, a los cinco días del mes de enero de mil novecientos noventa y ocho.