



FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS

FORMULACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN PESTICIDA EN SUSPENSIÓN
CONCENTRADA AL 5% DE DELTAMETRINA SEGÚN ESPECIFICACIONES
TÉCNICAS DE LA ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD

Línea de investigación:

Salud pública

Trabajo de Suficiencia Profesional para optar el título profesional de
Licenciado en Química

Autora:

Pareja Acuña, Yuri Martin

Asesor:

Castañeda Perez, Luz

(ORCID: 0000-0001-6684-8205)

Jurado:

Herrera Hernández, Nora Gabriela

Lezama Vigo, Helmer Helí

Salvador Salazar, Martha

Lima - Perú

2022

Referencia:

Pareja, Y. (2022). *Formulación y evaluación de un pesticida en suspensión concentrada al 5% de deltametrina según especificaciones técnicas de la Organización Mundial de la Salud*. [Trabajo de suficiencia profesional, Universidad Nacional Federico Villarreal]. Repositorio Institucional UNFV. <http://repositorio.unfv.edu.pe/handle/UNFV/5884>



Reconocimiento - No comercial - Sin obra derivada (CC BY-NC-ND)

El autor sólo permite que se pueda descargar esta obra y compartirla con otras personas, siempre que se reconozca su autoría, pero no se puede generar obras derivadas ni se puede utilizar comercialmente.

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>



FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS

**FORMULACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN PESTICIDA EN SUSPENSIÓN
CONCENTRADA AL 5% DE DELTAMETRINA SEGÚN ESPECIFICACIONES
TÉCNICAS DE LA ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD**

Línea de investigación:

Salud pública

Modalidad de Suficiencia Profesional para optar el Título Profesional de Licenciado en
Química

Autor:

Pareja Acuña, Yuri Martin

Asesora:

Castañeda Perez, Luz

(ORCID: 0000-0001-6684-8205)

Jurado:

Herrera Hernández, Nora Gabriela

Lezama Vigo, Helmer Helí

Salvador Salazar, Martha

Lima - Perú

2022

DEDICATORIA

A mi madre y a mi padre, por ser los gestores de este logro

A mi esposa por ser mi compañera de viaje

A mis hijos por ser mi motivación

A Dios, sin Él nada.

ÍNDICE

RESUMEN	7
ABSTRACT.....	8
I. INTRODUCCIÓN.....	9
1.1 Trayectoria del Autor	10
1.1.1 Formación Académica	10
1.1.2 Trayectoria Laboral	10
1.2 Descripción de la Empresa Neoagrum S.A.C.	12
1.3 Organigrama de la empresa.....	14
1.4 Áreas y funciones desempeñadas.....	15
II. DESCRIPCIÓN DE UNA ACTIVIDAD ESPECÍFICA	17
2.1 Marco Teórico	17
2.1.1 Fitosanitarios	17
2.1.2 Especificaciones de la Organización de las Naciones Unidas para la alimentación y la Agricultura (FAO) / Organización Mundial de la Salud (OMS)	17
2.1.3 Consejo colaborativo internacional de análisis de plaguicidas (CIPAC)....	18
2.1.4 Categorización de formulaciones fitosanitarias.....	19
2.1.5 Suspensiones concentradas (SC)	22
2.1.6 Componentes de las Suspensiones Concentradas (SC).....	23
2.1.7 Deltametrina	27
2.1.8 Clasificación toxicológica de productos fitosanitarios.....	31
2.2 Planteamiento del problema	33

2.2.1 Objetivos.....	33
2.2.2 Importancia de la investigación.....	33
2.3 Metodología	35
2.3.1 Ubicación.....	35
2.3.2 Recursos humanos	35
2.3.3 Recursos materiales	35
2.3.4 Procedimiento de Formulación de Deltametrina 5% (SC)	37
2.3.5 Métodos de análisis	42
2.3.5.1 Análisis de ingrediente activo.....	42
2.3.5.2 Determinación de pH	44
2.3.5.3 Vertido de suspensiones concentradas.....	45
2.3.5.4 Espontaneidad de la dispersión.....	45
2.3.5.5 Suspensibilidad	47
2.3.5.6 Prueba de tamiz húmedo	49
2.3.5.7 Espuma persistente.....	50
2.3.5.8 Estabilidad de almacenamiento.....	51
2.3.5.9 Prueba de envases.	54
2.4 RESULTADOS.....	59
2.5 Análisis de resultados.....	69
III. APORTES MÁS DESTACABLES A LA EMPRESA	71
IV. CONCLUSIONES.....	73

V. RECOMENDACIONES.....	74
VI. REFERENCIAS	76
VII. ANEXOS.....	79
ANEXO A: Tipos de formulación de plaguicidas y sistema de codificación internacional.....	79
ANEXO B: Detalle de los equipos utilizados para los métodos de análisis	82
ANEXO C: Certificado de calidad del Estándar de Deltametrina.	85
ANEXO D: Resultados fisicoquímicos y formulación obtenidos con Dispersante Acrílico (Acryline DP EX) y Siliconado (RJ-7033)	87
ANEXO E: Datos para el cálculo en el análisis de Vertido de Suspensiones Concentradas (SC).....	89
ANEXO F: Datos para el cálculo en el análisis de Espontaneidad de la Dispersión	90
ANEXO G: Datos para el cálculo en el análisis de la Suspensibilidad.....	91
ANEXO H: Datos para el cálculo en el análisis de Tamiz Húmedo.....	93
ANEXO I: Resultado de Deltametrina Technical 98%.....	95
ANEXO J: Resultado tiempo real (día 1 / 17-01-2019).....	96
ANEXO K: Resultado tiempo real (día 1 / 17-01-2019) - duplicado	97
ANEXO L: Resultado estabilidad 14 días x 54 °C (31-01-2019).....	98
ANEXO M: Resultado estabilidad 14 días x 54 °C (31-01-2019) – duplicado	99
ANEXO N: Resultado tiempo real (3 meses / 30-04-2019)	100
ANEXO O: Resultado tiempo real (6 meses / 31-07-2019)	101

ANEXO P: Resultado tiempo real (12 meses / 30-01-2020)	102
ANEXO Q: Resultado tiempo real (24 meses / 01-02-2021)	103
ANEXO R: Hoja de procedimiento para producción en planta	104

RESUMEN

El presente informe tiene como objeto mostrar el desarrollo de una formulación en suspensión concentrada acuosa con un contenido del 5% de Deltametrina para su uso en salud pública. El producto final fue evaluado bajo los requerimientos de las especificaciones técnicas requeridas por la Organización Mundial de la Salud además de realizarse una evaluación en tiempo real del producto formulado durante un periodo de 2 años. Se establecen los criterios más importantes para la formulación de una Suspensión Concentrada y se detalla la importancia de cada uno de los parámetros evaluados que garantizan la calidad del producto y su correcto funcionamiento para ser aplicado en campo. Finalmente, se muestran los resultados obtenidos de las evaluaciones de estabilidad del producto que garantizan su vida útil por un periodo de 2 años los cuales son contrastados con los resultados a tiempo real del proyecto.

Palabras clave: agroquímicos, formulación, especificaciones técnicas, vida útil, estabilidad acelerada, suspensión concentrada, pesticidas, salud pública.

ABSTRACT

This report aims to show the development of a concentrated aqueous suspension formulation containing 5% Deltamethrin for use in public health. The final product was evaluated under the requirements of the technical specifications required by the World Health Organization, in addition to real-time evaluation of the formulated product for a period of 2 years. The most important criteria for the formulation of a Concentrated Suspension are established and the importance of each of the evaluated parameters that guarantee the quality of the product and its correct functioning to be applied in the field is detailed. Finally, the results obtained from the stability evaluations of the product that guarantee its useful life for a period of 2 years are shown, which are contrasted with the real-time results of the project.

Keywords: agrochemicals, formulation, technical specifications, shelf life, accelerated stability, concentrated suspension, pesticides, public health.

I. INTRODUCCIÓN

El presente informe busca plasmar la experiencia profesional adquirida en la ejecución del proyecto “Desarrollo de una suspensión concentrada de Deltametrina al 5% para el control de insectos voladores y rastreros”. La experiencia se desarrolló dentro de la empresa Grupo Silvestre S.A.C., empresa privada de rubro agroindustrial dedicada a la comercialización e investigación de plaguicidas químicos y biológicos, así como productos de salud pública. Grupo Silvestre es una empresa conformada por 4 empresas; Silvestre Perú SAC, empresa con más de 25 años en el rubro y con una participación del 18% del mercado; Neoagrum SAC, empresa con más de 13 años en el rubro de agroquímicos; Clenvi SAC, empresa fundada este 2021 dedicada a los pesticidas de salud pública; y Pepas SAC, finca fundada en el 2012 donde se producen espárragos y paltas para exportación.

La función desempeñada en el proyecto del informe fue la de formulador, estando involucrado en el proceso desde la recepción de la solicitud del desarrollo hasta la salida al mercado del nuevo producto, pasando por las etapas de búsqueda de información, pruebas en laboratorio, escalamiento en planta de producción y control de calidad del producto final.

Se realizaron diversas pruebas para la formulación de la Deltametrina 5% con la finalidad de que el producto cumpla con los parámetros fisicoquímicos requeridos por la WHO SPECIFICATIONS AND EVALUATIONS FOR PUBLIC HEALTH PESTICIDES para la molécula y tipo de formulación, basados en los métodos CIPAC (Concejo colaborativo internacional de análisis de plaguicidas, por sus siglas en inglés) señalados en dicha especificación.

1.1 Trayectoria del Autor

1.1.1 Formación Académica

Ingresante 2006 de la Escuela de Química en la Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas de la Universidad Nacional Federico Villarreal, donde me formé con sólidos conocimientos gracias a las enseñanzas de docentes de primer nivel, egresando el año 2010 en el Tercio Superior. recibíéndome como Bachiller en enero del 2012.

En el año 2019, llevé una especialización en Sistemas de la Gestión de Laboratorio ISO/IEC 17025:2017 en la Universidad Nacional Agraria La Molina donde reforcé importantes conocimientos estadísticos y de validez de resultados, siendo de gran importancia para mi desarrollo laboral por ser un objetivo actual de la empresa Grupo Silvestre.

Al año siguiente, y con mi mente puesta en mi desarrollo profesional y laboral llevé con éxito un diplomado en Finanzas en el Instituto Peruano de Administración de Empresas (IPAE) el cual me permitió estar preparado para conocer el manejo de las finanzas a nivel laboratorio y empresarial durante mi ascenso a Coordinador de Control de Calidad y Laboratorio.

1.1.2 Trayectoria Laboral

En el año 2010 empezó mi trayectoria laboral en la empresa Corporación Farmasalud SAC, clínica dedicada al cuidado del cabello y la piel donde me desempeñé como Asistente Químico Farmacéutico por 2 años, preparando formulaciones magistrales y productos cosméticos para el cabello y la piel, además de brindar asesoría a nuestros clientes sobre el uso y aplicaciones de los productos.

En el 2013 llegué a Certificaciones del Perú SA, empresa privada con más de 50 años de trayectoria dedicada a ofrecer servicios de inspección, muestreo, análisis,

certificación de productos y sistemas de gestión. Cuenta con distintas divisiones como; ambiental, agrícola, agroindustrial, aviar y pesca. La empresa, acreditada con al NTP-ISO/IEC 17025:2017 por Inacal (Instituto de la Calidad) fue donde inicié como Analista 4 ascendiendo a lo largo de los 4 años que estuve en la empresa hasta Analista 2, donde entre mis funciones principales se encontraban los análisis de aguas por espectrofotometría UV-VIS, análisis de aniones por cromatografía Iónica e Implementación o validación de métodos de ensayo, entre ellos los métodos de: Sulfuros, Cianuros, Detergentes, Cromo VI, Fenoles, Demanda biológica de Oxígeno, Demanda Química de Oxígeno, Conductividad y pH.

Para el mes de marzo del 2017 llegué a Neoagrum S.A.C, empresa que pertenece al Grupo Silvestre, la cual se dedica a la comercialización y producción de plaguicidas químicos y biológicos de uso agrícola y para salud pública. Cuenta con certificaciones ISO 9001, ISO 45001 e ISO 14000, la cual garantiza la calidad de nuestros productos, nuestro compromiso con el cuidado del medio ambiente y el personal, siendo Grupo Silvestre, actualmente, la empresa número 1 en ventas del rubro de agroquímicos. Empecé mi trayectoria en la empresa como Asistente de control de calidad, realizando funciones de inspección y evaluación de los productos importados según las especificaciones técnicas incluyendo materia prima, insumos y empaques.

Posteriormente se me delegaron mayores responsabilidades como los análisis instrumentales de ingredientes activos de los agroquímicos importados a través de técnicas como cromatografía de gases (GC) y cromatografía líquida (HPLC), corroborando el cumplimiento de las materias primas en contraste con las especificaciones técnicas de Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO) y la Organización Mundial de la Salud (OMS).

En el año 2020 se me brindó el ascenso a Coordinador de Control de Calidad y Laboratorio, cargo en el cual vengo desempeñándome actualmente y donde, al mismo tiempo, vengo desempeñando funciones como jefe de Control de Calidad puesto vacante en el cual estoy a prueba. Mis funciones como Coordinador incluyen programar y hacer cumplir el plan anual de verificación, mantenimiento y calibración de equipos de planta, abastecimiento de reactivos, materiales y consumibles de laboratorio, gestionar el presupuesto anual de laboratorio, supervisar el desarrollo de métodos cromatográficos, revisar y aprobar especificaciones técnicas, elaborar certificados de calidad emitidas a nuestros clientes, participar en el Comité Técnico de Normalización de plaguicidas (SNI) entre otras responsabilidades.

1.2 Descripción de la Empresa Neoagrum S.A.C.

Neoagrum es una empresa peruana con más de 13 años en el mercado que pertenece al Grupo Silvestre, empresa líder del mercado. Neoagrum brinda soluciones innovadoras para el sector agrícola a través de una amplia gama de productos para la protección y el incremento de la rentabilidad de los cultivos. Cuenta con grandes clientes a nivel nacional, incluyendo un gran número de agro-exportadores, permitiendo un crecimiento sostenido y una gran participación del mercado de agroquímicos,

En Neoagrum se busca que los agricultores reciban productos de alta calidad y asesoría técnica en el manejo integrado de sus cultivos, el uso adecuado de los productos y la protección del medio ambiente.

Se cuenta con ingenieros agrónomos especializados y un equipo profesional de servicio técnico en todos los valles agrícolas del país.

Misión

Satisfacer las necesidades de nuestros clientes con productos innovadores y servicios de calidad, generando valor para la agricultura.

Visión

Ser la empresa líder de Agroinsumos con productos de calidad para una agricultura sostenible y rentable, generando una marca de calidad y garantía.

Satisfacer las necesidades de nuestros clientes con productos innovadores y servicios de calidad, generando valor para la agricultura.

Compromiso

Dedicar nuestra experiencia y conocimiento para cubrir las necesidades de nuestros clientes y convertirnos en el socio estratégico en el desarrollo sostenible de los negocios.

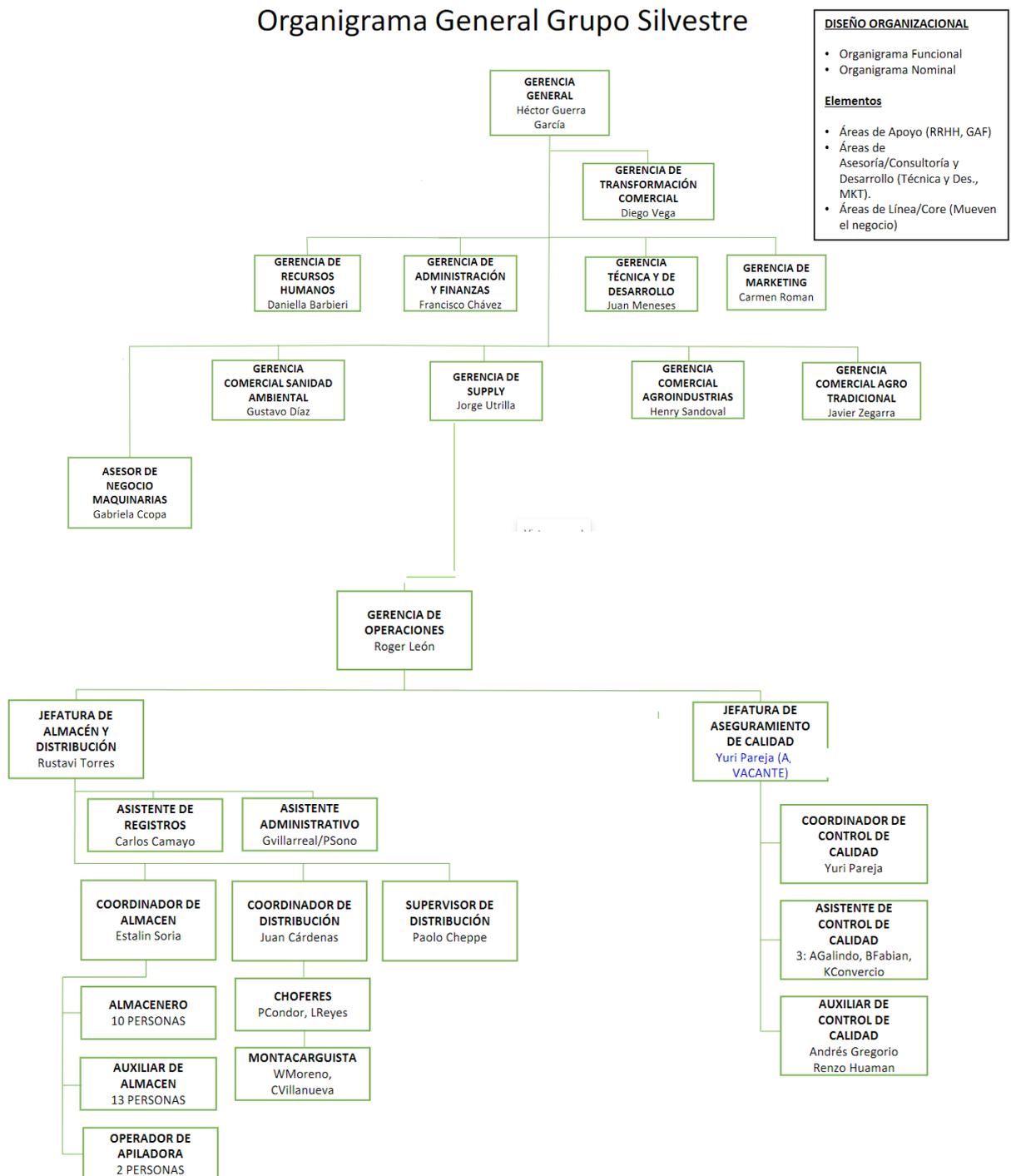
Para ello, trabajamos de manera responsable, en el mejoramiento continuo de calidad de nuestros productos y servicios; rigiéndonos bajo tres principios básicos; puntualidad, disciplina y orden.

Apoyados siempre de nuestro capital humano, que cuenta con un alto estándar de integridad, conducta ética y buen comportamiento ciudadano, que nos ayuda a mantener nuestro compromiso con la comunidad.

1.3 Organigrama de la empresa

Figura 1

Organigrama General del Grupo Silvestre (Incluye Silvestre Perú S.A.C., Neoagrum S.A.C)

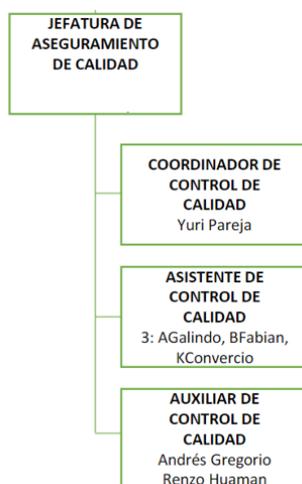


1.4 Áreas y funciones desempeñadas

El área donde me he venido desempeñando es el de Aseguramiento de la Calidad, que reporta directamente a la Gerencia de Operaciones. Actualmente me desempeño como Coordinador de Control de Calidad, sin embargo, en el proyecto presentado en este informe me desempeñaba como Asistente de control de calidad.

Figura 2

Organigrama de la Jefatura de Aseguramiento de la Calidad



Funciones:

- Supervisar desarrollo de los métodos cromatográficos – HPLC y Cromatógrafo de Gases.
- Revisar y aprobar las Especificaciones Técnicas de Suministros y Materiales
- Responsable de control y declaración de consumo y uso de metanol ante la municipalidad metropolitana de Lima (MML)
- Revisar y aprobar informes de productos No Conformes
- Revisar evaluación de devoluciones y definir planes de acción para su tratamiento

- Evaluación, revisión y aprobación de materiales y suministros: muestreo, evaluación e identificación de material aprobado o rechazado.
- Evaluación, revisión y aprobación de muestras de empaques y materiales de nuevos proveedores.
- Apoyo en evaluación en Línea de producción: inicio, proceso y final, verificar la limpieza de los equipos.
- Cumplir con los procedimientos, manuales, instructivos y políticas del sistema integrado de gestión.
- Programar y hacer cumplir el plan anual de verificación, mantenimiento y calibración de equipos de Planta.
- Gestionar abastecimiento de reactivos, materiales, consumibles de laboratorio

II. DESCRIPCIÓN DE UNA ACTIVIDAD ESPECÍFICA

2.1 Marco Teórico

2.1.1 Fitosanitarios

Los productos fitosanitarios, también conocidos como plaguicidas o pesticidas, son, según la definición del artículo 2° del código internacional de conducta para la distribución y utilización de plaguicidas (FAO, 2003).

Es importante mencionar que dentro de la definición de vectores de enfermedad se entiende a cualquier organismo, con frecuencia un insecto, que puede transmitir enfermedades infecciosas entre personas y animales, por eso también la gran relevancia que tiene los fitosanitarios en la salud pública.

2.1.2 Especificaciones de la Organización de las Naciones Unidas para la alimentación y la Agricultura (FAO) / Organización Mundial de la Salud (OMS)

Con el objetivo de garantizar que los fitosanitarios cumplieran con ciertas características mínimas de calidad esperada, así como para que las autoridades competentes puedan controlar la calidad de las formulaciones comercializadas nace el esfuerzo por parte de dos organizaciones internacionales como son la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO, por sus siglas en inglés) y la Organización Mundial de la Salud (OMS o WHO, por sus siglas en inglés) y se forma la Reunión conjunta FAO/OMS para las especificaciones de plaguicidas (JMPS, por sus siglas en inglés) donde se elaboró el “Manual sobre la elaboración y uso de las especificaciones de plaguicidas de la FAO y la OMS” (2017), para de esta manera uniformizar nomenclatura de definiciones, formatos y metodologías de apoyo para todas las especificaciones de productos fitosanitarios, tanto materiales técnicos como productos formulados. Desde aquella vez se han realizado revisiones periódicas tomando en cuenta

los puntos sugeridos por miembros de la JPMS y la industria. Actualmente la última revisión es la del 2016 (tercera revisión).

Adicional al Manual elaborado por la JPMS ambas organizaciones, FAO y OMS, elaboran en conjunto o por separado, especificaciones para varios de los ingredientes activos y sus productos formulados donde se encuentran parámetros más específicos para la evaluación de los plaguicidas. Así tenemos estudios muy detallados por parte de FAO o OMS sobre las aplicaciones, dosis, formulaciones para la agricultura (por parte de FAO) o para la salud pública (OMS).

2.1.3 Consejo Colaborativo Internacional de Análisis de Plaguicidas (CIPAC)

En el año 1954 en el III Congreso Internacional de la Protección de Cultivos en París se aprobó crear un comité de químicos analíticos oficiales para estandarizar los métodos de análisis para formulaciones de plaguicidas. No fue hasta 1960 que empezaron a aparecer los primeros frutos del comité los cuales fueron publicados en el Boletín de Protección Vegetal de la FAO. Para 1970 se tenía ya un Handbook Vol. 1 con métodos analíticos, pruebas físicas, reactivos y preparación de plaguicidas. Con el paso de los años este consejo dejó de ser solo de ámbito europeo y pasó a convertirse en una organización de participación mundial sobre todo gracias al reconocimiento de otros organismos internacionales como la FAO, OMS, AOAC, ONUDI y GIFAP, ahora GCPF.

Así fue como en la actualidad los métodos CIPAC han posicionado su liderazgo como métodos estandarizados de análisis de plaguicidas, y ha pasado a formar parte de las especificaciones de la FAO y OMS, así como de uso requerido por las autoridades de registro o la Unión Europea.

Figura 3

Ejemplo de especificación técnica donde se observa cómo la OMS hace referencia a los métodos CIPAC.

- 4.3 **Spontaneity of dispersion** (MT 160, CIPAC Handbook F, p.391, 1995) (Note 4)
A minimum of 90% of the deltamethrin content found under 2.2 shall be in suspension after 5 min in CIPAC Standard Water D at $30 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 4.4 **Suspensibility** (MT 161, CIPAC Handbook F, p.394, 1995) (Note 4)
A minimum of 90% of the deltamethrin content found under 2.2 shall be in suspension after 30 min in CIPAC Standard Water D at $30 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 4.5 **Wet sieve test** (MT 185, CIPAC Handbook K, p.148, 2003)
Maximum: 2% retained on a 75 μm test sieve.
- 4.6 **Persistent foam** (MT 47.2, CIPAC Handbook F, p.152, 1995) (Note 5)
Maximum: 50 ml after 1 min.

Nota. Tomado de la “Specifications and evaluations for public health pesticides” de la Deltamethrin (2017).

Objetivos de Consejo colaborativo internacional de análisis de plaguicidas:

- Promover el acuerdo internacional sobre métodos para el análisis de productos plaguicidas y métodos de ensayo fisicoquímicos para formulaciones.
- Promover programas Interlaboratorio.
- Patrocinar simposios para fomentar el desarrollo en los campos mencionados anteriormente.
- Publicar métodos de análisis estandarizados.
- Colaborar con otras organizaciones.

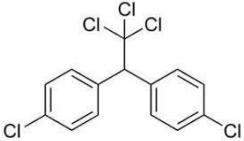
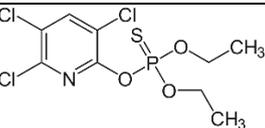
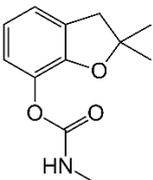
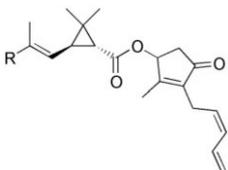
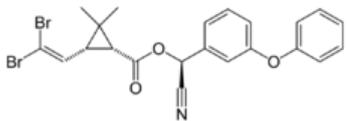
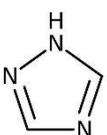
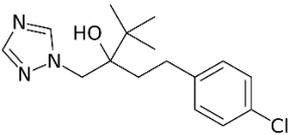
2.1.4 Categorización de formulaciones fitosanitarias

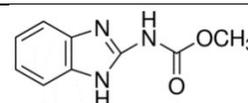
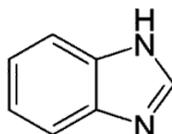
Los productos fitosanitarios cuentan con varios criterios de clasificación, por ejemplo, se pueden clasificar según el grupo químico al que pertenecen lo cual es sumamente complejo por la gran variedad que existen. Solo por mencionar los más

comunes encontramos los clorados, organofosforados, carbamatos, piretroides, triazoles, benzimidazoles, ditiocarbamatos, metoxiacrilatos, etc.

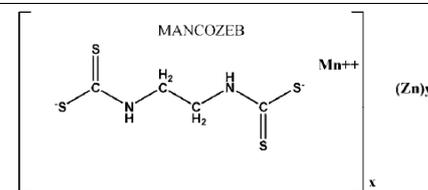
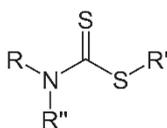
Tabla 1

Ejemplo de compuestos clasificados por grupo químico.

Nombre	Grupo Químico	Ejemplo
CLORADOS	$R' - Cl$	
ORGANOFOSFORADOS	$\begin{array}{c} O \\ \\ R^1O - P - OR^3 \\ \\ R^2O \end{array}$	
CARBAMATOS	$\begin{array}{c} O \\ \\ R^1O - C - N - R^2 \\ \\ R^3 \end{array}$	
PIRETROIDES		
TRIAZOLES		

BENZIMIDAZOLES

Carbendazim

DITIOCARBAMATOS

Mancozeb

Otras clasificaciones son según la vía de ingreso en la plaga, donde encontramos que pueden ser por contacto, ingestión o inhalación; según el modo de acción tenemos los inhibidores de la acetilcolinesterasa, moduladores del canal de sodio, moduladores competitivos, del receptor nicotínico de la acetilcolina, etc. Según el hospedante sobre el cual actúa donde encontramos Insecticidas, acaricidas, fungicidas, nematocidas, herbicidas, rodenticidas, larvicidas, etc.

Sin embargo, la clasificación usada dentro del “Manual sobre la elaboración y uso de las especificaciones de plaguicidas de la FAO y la OMS” (2017), nos muestran una clasificación por tipo de formulación, ya que es en base a este criterio que se establecen las especificaciones y los métodos para cada caso. Para un mejor estudio y comprensión lo separaremos en dos grupos; formulaciones sólidas y líquidas.

Es necesario mencionar que para cada clase de formulación tienen un código de dos letras las cuales están estandarizadas en el Manual y son de uso universal, lo que permite una rápida identificación (ver anexo A).

Formulaciones sólidas

Dentro de este grupo tenemos formulaciones para aplicación directa, para dispersión en agua o para disolución en agua. Dentro de las principales formulaciones sólidas encontramos los polvos secos (DP), polvos mojables (WP), los gránulos dispersables (WG), polvos solubles en agua (SP), tabletas para aplicación directa (DT) entre otras. El tipo de formulación a usar dependerá de varios factores; como por ejemplo su uso, la solubilidad del ingrediente activo, costos o su impacto ambiental.

Formulaciones líquidas

Para este tipo de formulaciones también existe una amplia gama de variedad y encontramos aquí soluciones simples, soluciones para dispersión, emulsiones, suspensiones y formulaciones líquidas de carácter múltiple. En este apartado podemos mencionar por ejemplo a los concentrados solubles (SL), concentrados emulsionables (EC), emulsiones aceite en agua (EW), micro emulsiones (ME), suspensiones concentradas (SC), suspo-emulsiones (SE) entre otros. Al igual que en el caso de las formulaciones líquidas aquí también la elección será basado en los mismos supuestos; uso, solubilidad del ingredientes o ingredientes activos, costos o su impacto ambiental.

2.1.5 Suspensiones concentradas (SC)

Dentro de las formulaciones líquidas mencionadas en el punto anterior encontramos las suspensiones concentradas (SC) que por definición son formulaciones con un ingrediente activo sólido disperso en una fase acuosa, destinada a la dilución con agua antes de su aplicación.

Estas formulaciones han ganado gran popularidad por resolver problemas de otras formulaciones con los mismos ingredientes activos, por ejemplo, la pulverulencia de los polvos mojables (WP), o la facilidad de uso y seguridad con respecto a formulaciones de

concentrados emulsionables (EC) ya que cuentan con la ventaja de estar en una fase acuosa y no contar con solventes inflamables. No por esto está libre de tener limitaciones; entre las que podemos considerar su corto tiempo de estabilidad tras la dilución o el no ser apto para el uso de ingredientes activos solubles en agua o los problemas de formación de cristales, floculación o estabilidad en el largo plazo. Son precisamente estas limitaciones las cuales constituyen un reto importante al momento de la formulación ya que al final, la formulación resultante deberá ser estable y cumplir con las especificaciones requeridas por la FAO/WHO para su aprobación.

Esta dificultad o retos en su formulación hace que estos productos formulados requieran aditivos adicionales al ingrediente activo para que este logre el resultado esperado. Así es como una suspensión concentrada (SC) puede requerir de agentes humectantes (para facilitar el proceso de molienda), dispersantes (para dispersar el ingrediente activo), modificador reológico (para proporcionar estructura), anticongelante (para evitar congelamiento en el largo plazo), biocida (para prevenir la presencia de bacterias), antiespumantes (para evitar que la formulación arrastre aire durante la fabricación) y el agua, como fase continua.

Todos o la mayoría de estos aditivos deberán estar presentes dentro de la formulación para asegurar la calidad del producto final, en el corto y largo plazo.

2.1.6 Componentes de las Suspensiones Concentradas (SC)

Ingrediente activo. Es el encargado de proporcionar funcionalidad a la fórmula. Debe estar en estado sólido y debe permanecer insoluble en todas las condiciones de temperatura a la que sea sometido durante la formulación, almacenamiento extremo o análisis. De darse el caso que el producto solubilizara a temperaturas altas de almacenamiento podría suceder que al bajar la temperatura la solución quede

sobresaturada y se formen cristales de mayor tamaño que el adecuado y sea más difícil de dispersar, alterando así su estabilidad.

Agente humectante. Cuando se trata de ingredientes activos sólidos estos suelen tener tamaños de partículas grandes, es por esta razón que es necesario que el producto final pase por un proceso de molienda para triturar a partículas más pequeñas. Esto genera más zonas de contacto interfacial (superficies interfaciales) que van a tener la tendencia a reagruparse. Los agentes humectantes (por lo general tensoactivos) se ponen en contacto con estas nuevas superficies formadas impidiendo esa posible aglomeración o reagrupe entre partículas y de alguna manera favorece la dispersión adecuada.

Dispersante. A diferencia de los humectantes, los dispersantes actúan de manera más lenta, aunque con la misma finalidad; evitar que las moléculas del ingrediente activo vuelvan a aglomerarse. Los dispersantes de mejor rendimiento suelen ser moléculas poliméricas de alto peso molecular lo que ocasiona que se difunda alrededor de la molécula del ingrediente activo con mayor lentitud, sin embargo, lo hacen con mayor fuerza por tener mayor número de grupos de anclaje, haciendo más resistente a que sean desplazados proporcionando así una estabilidad a largo plazo mucho mayor.

Otros factores para tomar en cuenta para la dispersión son la cantidad de electrolitos, la dureza del agua, la temperatura. Es importante tenerlo en cuenta porque la acción de los dispersantes debe darse tanto para mantener una buena estabilidad en el producto formulado como al momento de diluir el producto en el tanque de pulverización donde difícilmente podemos controlar los parámetros antes mencionados.

Entre los diferentes tipos de dispersantes tenemos los sulfónicos, policondensados, sulfonados, los esteres de fosfato, entre otros. Dentro de esta gama de

dispersantes vemos su aplicación en diferentes campos como la industria de las pinturas, hidrocarburos, agroquímicos, alimentarios, etc.

Modificador reológico. El aspecto reológico de las suspensiones concentradas (SC) suele tener gran relevancia en su formulación. No tener una buena estructura podría generar que las partículas floten hacia la superficie o se sedimenten, esto conllevaría a una estabilidad de vida útil disminuida y una posible bajo rendimiento en el campo. Por este motivo se suelen usar modificadores reológicos que alteran la viscosidad de la formulación haciendo más lento aún el proceso de sedimentación de las partículas sólidas dispersas en el producto.

Dentro de la gama de modificadores reológicos más usados tenemos a la goma xantana o a la carboximetilcelulosa (CMC), son espesantes poliméricos de alto peso molecular que con pequeñas cantidades pueden modificar la viscosidad de la fase continua. Se deberá tomar en cuenta que estos espesantes son susceptibles a los cambios de temperatura, por lo que la viscosidad del producto se verá afectado por variaciones de temperatura durante el almacenamiento que a su vez podría afectar levemente problemas como la del vertido o generar separación de fases.

Es frecuente también de forma adicional o complementaria el uso de arcillas para mejorar para mejorar la suspensión.

Anticongelante. Como no es posible predecir los cambios de temperatura a los que se verá expuesto el producto una vez vendidos, se debe tomar en cuenta que las suspensiones concentradas pueden alterar sus características reológicas por el congelamiento y descongelamiento posterior, afectando a la dispersión y suspensibilidad del ingrediente activo. Por esta razón es frecuente el uso de anticongelantes que eviten esta situación.

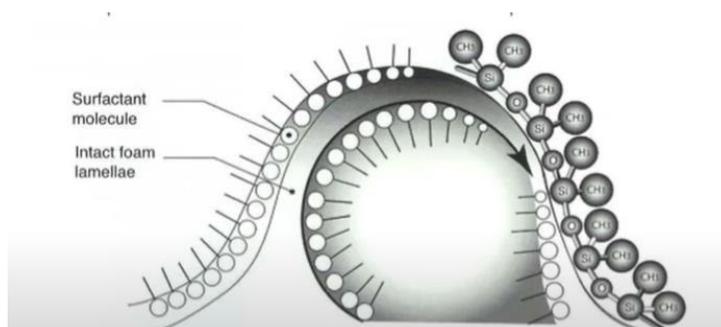
Antiespumante. El uso de humectantes y dispersantes que en su mayoría suelen ser tensoactivos provocan la formación de espuma en las formulaciones, esto suele traer inconvenientes en el tanque de dispersión o también al momento de realizar la lectura de la densidad aparente.

Así tenemos dentro de los más eficaces a los antiespumantes siliconados. La adición de estos es fundamental debido al uso de dispersantes (tensoactivos), estos cumplen una importante función ya que consiguen que las áreas interfaciales de las partículas del ingrediente activo (hidrofóbicas) permanezcan dispersas en el agua y estabilizan la formulación. Desafortunadamente, también estabilizan el aire que se produce durante la agitación, evitando que aquel salga de la superficie formando lo que se conoce como lamelas dando origen a la espuma. La acción de los

Cuando el antiespumante siliconado entra en contacto con las lamelas, la carga parcial positiva del silicio atrae las cargas parciales negativas del surfactante generando el colapso de la burbuja.

Figura 4

Representación del colapso de la burbuja por acción del antiespumante siliconado.



Biocida. Un medio acuoso donde tenemos como modificador reológico un polisacárido (goma xantana) es un medio perfecto para el crecimiento de bacterias. Por este motivo es que las suspensiones concentradas (SC) deben contener un biocida que evite la formación y aumento de colonias de bacterias que podrían alterar seriamente las

propiedades fisicoquímicas del producto formulados, como degradar el ingrediente activo, modificar la reología de la formulación o en hacer que desprenda un olor desagradable y tenga una apariencia negra.

Agua. La composición y la calidad del agua son factores que pueden afectar la formulación, ya sea durante la producción o también durante el almacenamiento. Un agua dura podría afectar el desempeño de los tensoactivos o de los modificadores reológicos en algunos casos o un agua no bien desinfectada podría generar una proliferación de colonias de bacterias que el biocida no pueda contener.

2.1.7 Deltametrina

Piretrinas y Piretroides. La Deltametrina es un compuesto que pertenece al grupo de los piretroides, que son sustancias químicas que se obtienen por síntesis, emulando a las piretrinas, pero siendo modificadas para mejorar su estabilidad (Todd et al., 2003). Las piretrinas son compuestos naturales que tienen propiedades insecticidas y que se encuentran en el extracto de piretro de ciertas flores de crisantemos. Su fama se extiende desde los años 1800 en Asia (*Resumen de Salud Pública: Piretrinas y piretroides, 2016*) cuando se aplica para la eliminación de piojos, pues son ideales para controlar una amplia variedad de insectos. Su propiedad más significativa es que estas moléculas inhiben el cierre del canal de sodio de la membrana celular lo que produce una transmisión continua del impulso nervioso, causando temblores y parálisis muscular o la muerte. Sin embargo, las piretrinas tenían un inconveniente; su fácil degradación por acción de la luz y el calor. Dado esto es que nacen de manera sintética los piretroides con mejor resistencia, baja toxicidad e incluso menor costo operativo (Martinez, s.f.) que las piretrinas. Además, estos piretroides tuvieron buena aceptación porque entraron en una época en la que buscaban alternativas a los conocidos y muy extendidos organoclorados que presentaban alta residualidad, bioacumulación y carcinogénesis.

Así fue como se desarrollaron dos tipos de piretroides. La Deltametrina pertenece al Tipo II.

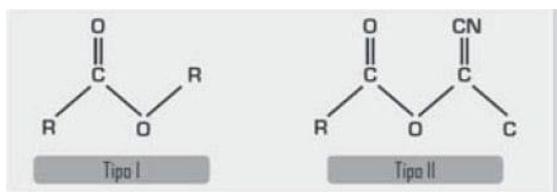
Tabla 2

Clasificación de los piretroides

Piretroides Tipo I	Piretroides Tipo II
Derivados del éster del ácido crisantémico	Derivados del éster del ácido pirétrico
No contienen grupo Ciano	Contienen grupo Ciano

Figura 5

Tipos de Piretroides



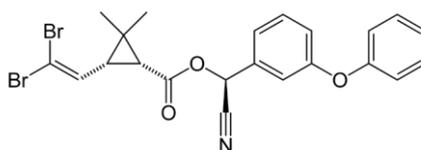
Nota. Tomado de Toxicología. Córdoba, Darío. 5ta. Edición. 2006. p.169

Propiedades Físico y químicas. Todos los piretroides, con excepción de la Deltametrina, pueden darse en diferentes isómeros (diferente disposición espacial). Dependiendo de estas disposiciones espaciales pueden adquirir propiedades más, o menos, eficaces que otros. Pero la Deltametrina solo contiene una disposición espacial (de los 8 estereoisómeros posibles); el isómero d-cis (PISSQ, 1993).

Con respecto a su estabilidad la Deltametrina es estable durante 6 meses a 40 °C, a la luz y al aire, pero pierde su estabilidad en medios alcalinos.

Tabla 3*Propiedades fisicoquímicas de la Deltametrina*

Nombre común	Deltametrina
Nombre IUPAC	[(S)-cyano-(3-phenoxyphenyl)methyl] (1R,3R)-3-(2,2-dibromoethenyl)-2,2-dimethylcyclopropane-1-carboxylate
CAS	52918-63-5
Peso molecular	505.2
Punto de fusión	98 – 101 °C
Formula	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃
Densidad relativa	0.5 g/cm ³ (agua = 1)
Solubilidad en agua	<0.002 mg/L a 25 °C
Apariencia	Polvo cristalino de blanco a ligeramente beige, inodoro.
Molécula	



Uso y aplicaciones. La Deltametrina tiene usos tanto en la agricultura como en la salud pública. En cuanto a lo primero sus usos son tan variados como en cultivos de algodón, café, maíz, trigo, soya, habas, frutas, vegetales, y para la protección de granos de cereal.

Así también su uso en salud pública es muy extendido. De hecho, enfermedades tan endémicas en las Américas como la enfermedad de changas, Malaria, Paludismo o Dengue han sido por años enfermedades que muchos poblados siguen padeciendo

actualmente, motivo por el cual año a año las entidades estatales de salud crean planes para contrarrestar sus efectos sobre la salud pública. Solo la enfermedad de Chagas se extiende desde México hasta Argentina (Días, 2002) y si mencionamos el Dengue, recordaremos que entre el 2019 – 2020, el Perú padeció una nueva epidemia a causa del *Aedes Aegypti* (vector transmisor). La Deltametrina es ideal para su uso en salud pública y atacar vectores de enfermedad metaxénicas (zancudos) o triatominos, así como en la industria para el control de polillas, moscas, grillos, cucarachas, gorgojos, etc.

Las herramientas químicas más frecuentes para el control de estas plagas usadas en campañas de gobierno son los piretroides, y dentro de este grupo encontramos como uno de los más exitosos a la Deltametrina. Esto debido a que “son considerados altamente selectivos y tóxicos para los mamíferos, sin embargo, su toxicidad para los insectos es 5000 veces mayor que para los mamíferos. Esta característica permite controlar a las plagas con dosis tan bajas de piretroides, que su aplicación no constituye un riesgo importante para los mamíferos” (Palomino et al., 2007)

Modo de acción. El modo de acción de la Deltametrina, como de otros de su clase, es afectando los canales de sodio (Na^+) en la membrana nerviosa lo que provoca una intensa actividad repetitiva (bloqueo de la transmisión del influjo nervioso) y en consecuencia la muerte. La Deltametrina, y en general los piretroides, no suelen causar la muerte instantánea, sino que debido a lo expuesto anteriormente provocan un efecto de volteo, mejor conocido como *Knockdown*, el insecto queda recostado sobre su dorso hasta su muerte. A menos que la dosis no sea muy alta y permanezcan así durante horas o días, y luego recuperen su movilidad.

Dosis de uso como suspensión concentrada (SC). Para control de insectos y rastreros: polillas, moscas, grillos, cucarachas, gorgojos, etc. se usan 5 a 10 mL de Deltametrina 5% SC en 1 L de agua por cada 20 m²

Para control de vectores de enfermedad se usan 100 mL de Deltametrina 5% SC en 8 L de agua por cada 200 m².

2.1.8 Clasificación toxicológica de productos fitosanitarios

En mayor o menor medidas todos los fitosanitarios (también llamados plaguicidas o pesticidas) tienen un grado de toxicidad y existe un riesgo inherente durante toda la cadena de suministros desde su formulación hasta el uso final. Es por esta razón que la OMS publicó un documento conocido como la “Clasificación recomendada por la OMS de los plaguicidas por el peligro que presentan y directrices para la clasificación” (2019). “El peligro a que se refiere esta recomendación es del riesgo agudo (es decir, el resultante de una exposición única o repetida durante un periodo de tiempo relativamente breve) que puede correr accidentalmente la salud de cualquier persona que manipula un producto ateniéndose a las instrucciones del fabricante o a las normas de almacenamiento y transporte formuladas por los organismos internacionales competentes” (p. 3).

En este documento la Organización Mundial de la Salud (OMS) estableció una clasificación basada en su grado de toxicidad midiéndola a través de la Dosis Letal media (DL₅₀), de esta manera la categoría de peligro de toxicidad concuerda con la clasificación del Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos (SGA) el cual tiene aceptación mundial.

Tabla 4*Criterios de la clasificación*

Clase		Oral	Dérmica
Ia	Sumamente peligroso	< 5	< 50
Ib	Muy peligroso	5 - 50	50 – 200
II	Moderadamente peligroso	50 - 2000	200 – 2000
III	Poco peligroso	Más de 2000	Más de 2000
U	Poco probable que presente un peligro agudo		5000 o más

Nota. Tomado de OMS (2019)

Es en base a la clasificación anterior que como disposición internacional y basado en el “Manual técnico andino para el registro y control de plaguicidas químicos de uso agrícola” todos los productos formulados cuentan con un color diferenciados de banda toxicológica.

Figura 6*Banda de color según clasificación toxicológica*

Color de la banda	Clasificación de la OMS según los riesgos	Clasificación del peligro
Rojo (PMS 199 C)	I _a – Producto Sumamente Peligros	MUY TÓXICO
Rojo (PMS 199 C)	I _b – Producto Muy Peligroso	TÓXICO
Amarillo (PMS Amarillo C)	II – Producto Moderadamente Peligroso	NOCIVO
Azul (PMS 293 C)	III – Producto Moderadamente Peligroso	CUIDADO
Verde (PMS 347 C)	IV – Productos que Normalmente no ofrecen peligro	CUIDADO

2.2 Planteamiento del problema

2.2.1 Objetivos

Objetivos generales

- Desarrollar una formulación de Deltametrina al 5% en Suspensión Concentrada que cumpla con los parámetros y especificaciones requeridas por Organización Mundial de la Salud (OMS)

Objetivos específicos

- Desarrollar una suspensión concentrada de Deltametrina al 5%.
- Medir las propiedades fisicoquímicas del producto formulado y evaluar el cumplimiento con las especificaciones FAO/OMS
- Realizar una evaluación periódica en tiempo real del producto durante 2 años para evaluar si durante ese tiempo el formulado mantiene sus propiedades fisicoquímicas y continúa cumpliendo con las especificaciones de la Organización de la Salud (OMS)

2.2.2 Importancia de la investigación

En la actualidad el uso de plaguicidas es ampliamente extendido para el control de plagas en salud pública, vectores de enfermedad, agroindustria, industria alimentaria, granjas, fábricas, etc. Según mencionan Devine, Eza et al. (2008) el 10% del área total de la tierra está dedicado a la producción agrícola y la gran mayoría depende de métodos agrícolas convencionales de productos agrícolas sintéticos. Este uso ha ido ejerciéndose desde sus inicios de manera indiscriminada, sin evaluar los riesgos de contaminación que estos conllevan, los cuales a lo largo de años de investigaciones ha demostrado peligros medioambientales y en la salud pública. Así es como Perez et al. (2013) menciona que el uso excesivo de agroquímicos causó graves problemas de contaminación ambiental y

afectó la salud humana ya sea a través del consumo de agua o alimentos contaminados o por intoxicaciones accidentales derivadas de la aplicación y manipulación de plaguicidas.

Dado que los ingredientes activos en las formulaciones de plaguicidas suelen ser productos químicos insolubles en agua las formulaciones más frecuentes se empezaron a desarrollar o bien en formulaciones en polvo o bien teniendo como base, solventes o mezcla de solventes orgánicos derivados de petróleo lo que sin duda significa una mayor carga de contaminación al medio ambiente. Este tipo de formulaciones conocidos como concentrados emulsionables (EC) han sido desde sus inicios las formulaciones más usadas y ampliamente extendidas a nivel mundial.

La búsqueda de nuevas alternativas de formulaciones menos contaminantes llevó a la industria a buscar soluciones que cuente con la efectividad requerida, pero con formulaciones con un menor impacto ambiental. Es por esto por lo que con el tiempo las investigaciones fueron desarrollando distintos tipos de formulaciones como son gránulos dispersables (menor pulverulencia y se usan en dilución acuosa) o suspensiones concentradas (formulaciones con agua), etc. Todos estos desarrollos buscan reducir la cantidad de solventes orgánicos que terminarán en el medio ambiente.

De esta manera es como nace la búsqueda de desarrollar una formulación de Deltametrina (ingrediente activo insoluble en agua) al 5% como suspensión concentrada (SC) cuya base de la formulación es el agua. Además de que la formulación deberá cumplir con las especificaciones que establece la organización mundial de la salud (WHO) en el WHO SPECIFICATIONS AND EVALUATIONS FOR PUBLIC HEALTH PESTICIDES para así garantizar que la formulación cumple con estándares mínimos de calidad para su uso en salud pública para el control de insectos y artrópodos.

2.3 Metodología

2.3.1 Ubicación

El presente trabajo de investigación se realizó en las instalaciones del laboratorio de control de calidad de Neoagrum S.A.C ubicado en el distrito de Lurigancho-Chosica, desde abril del 2018 a enero del 2021.

2.3.2 Recursos humanos

El proyecto fue dirigido por Ricardo Escalante, jefe de control de calidad y laboratorio, quien por su gran experiencia en el rubro de plaguicidas fue el director del proyecto.

2.3.3 Recursos materiales

Equipos

- Cromatógrafo de gases con detector de llama ionizante (FID) ⁽¹⁾
- Potenciómetro ⁽¹⁾
- Balanza de precisión ⁽¹⁾
- Balanza analítica ⁽¹⁾
- Agitador Magnético con calefacción ⁽¹⁾
- Tamiz 325 ⁽¹⁾
- Tamiz 200 ⁽¹⁾
- Estufa ⁽¹⁾
- Probeta graduada ⁽¹⁾

Otros materiales

- Pipetas volumétrica 25 mL
- Fiolas de 10 mL, 25 mL, 100 mL
- Vasos de precipitados 50 mL, 250 mL, 1 L
- Probetas 100 mL, 1 L
- Varillas de agitación
- Bomba y cámara de vacío
- Tubo de centrifuga de 100 mL
- Frascos de 1 L PEAD
- Frascos de 1 L PET
- Cronómetro

Insumos y reactivos

- Deltametrina Technical Min. 98%
- Acrylyne DP EX (marca registrada por ISOGRAMA)
- Caolín Extender (marca INSUMEX)
- Goma Xanthan
- Propilenglicol
- Formol
- Kathon WT 1.5 % Biocide (marca registrada por DUPONT)
- Goma Xanthan
- Xiameter AFE-1520 Antifoam Emulsion (marca registrada por DOW)
- Emulsogen TS-200 (marca registrada por CLARIANT)
- Siliconado RJ-7033

- Emulsogen 3475 (marca registrada por CLARIANT)
- Agua ultrapura
- Soluciones buffer de pH 4, 7 y 10.

(1) Ver Anexo B para mayor detalle de los equipos mencionados.

2.3.4 Procedimiento de Formulación de Deltametrina 5% (SC)

Como punto de partida para la formulación tomamos en consideración la siguiente tabla, extraída del “Formulator’s Toolbox” de Croda® crop care empresa líder en el desarrollo de tecnologías de aditivos y adyuvantes que garanticen alto desempeño de los productos agroquímicos:

Tabla 5

Receta de formulación general para una suspensión concentrada

Componente	% p/p
Ingrediente activo	20 – 70
Agente Dispersante / Humectante	2 – 10
Adyuvante (si es necesario)	0 – 25
Modificador de reología	0.1 – 0.5
Anticongelante	5 - 10
Antiespumante	0.2
Biocida	0.1
Agua	Hasta 100

Nota. Formulator’s Toolbox, CRODA (2017)

Esto permitió tener un punto de partida referencial sobre el cual manejar una elección de insumos y cantidades a utilizar de cada uno.

La elección de los componentes se realizó por ser los más usuales dentro de la industria para formulaciones del rubro.

Ingrediente activo. Deltametrina al 5 % p/p. Es necesario indicar que para las formulaciones se usa Deltametrina grado técnico que contiene una pureza mínima del 98% por lo que será necesario realizar el ajuste considerando dicho porcentaje. No deberá confundirse con el Estándar de Deltametrina usado para el análisis instrumental por cromatografía donde la pureza es del 99.5% (Ver Anexo C)

Dispersante. Sin duda el reto de la formulación estuvo en encontrar el dispersante o mezcla de dispersantes más adecuado para conseguir una formulación estable y que cumpliera los parámetros exigidos por la OMS. Luego de realizar una investigación teórica basado en los tipos de dispersantes más adecuados en formulaciones acuosas, realizar algunas pruebas empíricas y realizar un análisis de costos, se optó por considerar trabajar con dos dispersantes:

Tabla 6

Dispersantes utilizados en la formulación

	Éster Fosfórico de Tristirilfenol Poliglicoleter Neutralizado	Tristirilfenol polietilenglicoleter
CAS	105362-40-1	70559-25-0
Formula molecular	$C_6H_{15}NO_3 \cdot x((C_2H_4O)_n C_{30}H_{30}O) \cdot x(H_3PO_4)$	$(C_2H_4O)_n C_{30}H_{30}O$
Tipo	Dispersante aniónico	humectante no iónico
Solubilidad	>1000 g/L	soluble en agua (100%)
pH	7 a 8	7

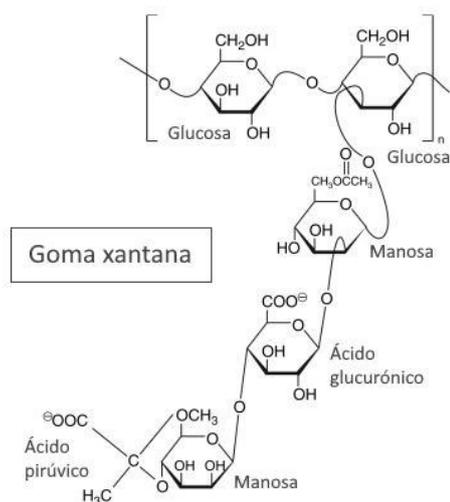
Principal característica	Altamente estable en presencia de electrolitos	Compatibilidad con formulaciones a base de agua.
Motivo	<p>Previo a su uso el producto final deberá ser usado con agua donde debe también garantizarse la buena dispersión, aún en aguas duras (alta presencia de electrolitos).</p> <p>Excelente solubilidad y pH neutro</p>	<p>Al tratarse de una suspensión concentrada a base de agua fue necesario el uso de un dispersante compatible con dicho medio.</p> <p>Excelente solubilidad y pH neutro.</p>

Además de los dos dispersantes mencionados se realizaron pruebas con un dispersante acrílico y un humectante siliconado, también para formulaciones a base de agua, sin embargo, las pruebas no fueron satisfactorias al no cumplir con los parámetros FAO (Ver Anexo D), y no poder incrementar la cantidad de dispersante por ser costoso.

Modificador reológico. Dentro de la industria encontramos espesantes basados en polisacáridos y en proteínas. Por su capacidad de modificar la viscosidad sin la formación de geles se suele optar por gomas vegetales, como la goma-guar, carboximetilcelulosa (CMC) o la goma xanthan que son polisacáridos de alto peso molecular. Estas moléculas poseen un gran número de grupos hidroxilos que son altamente hidrófilos por lo que se hidratan rápidamente formando puentes de hidrógeno lo cual confiere a la solución espesor, ayudando de esta forma a la suspensibilidad y estabilidad de la formulación. Para este caso y siendo indistinto su uso se eligió la goma xanthan por ser la que presenta menos capacidad para formar grumos, lo cual es adecuado para mantener una buena apariencia del producto final.

Figura 7

Estructura química de la Goma Xantana



Como adyuvante de la goma xantana se agregó también caolín, que químicamente es un silicato de aluminio hidratado $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. Este elemento espesa la formulación al generar una estructura dentro de la fase acuosa en base a la carga superficial. Entre sus características importantes dentro de la formulación están la de brindar blancura, ser inerte ante agentes químicos, inodoro, no tóxico y baja viscosidad en altos porcentajes (Dirección General de Desarrollo Minero, 2020).

Anticongelante. Como anticongelante es frecuente el uso de los glicoles, aquí la explicación de su accionar es físico. Para evitar el congelamiento lo que se busca es agregar a los líquidos compuestos que permitan reducir su punto de fusión (temperatura a la cual un sólido pasa a estado líquido). Bajo esta premisa se usan los glicoles.

Tabla 7

Temperatura de fusión de los glicoles comerciales más comunes

Glicol	Temperatura de fusión
Dietilenglicol	-8.33 °C
Etilenglicol	-12.9 °C
Propilenglicol	-59.0 °C

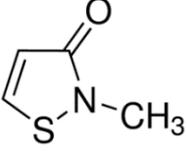
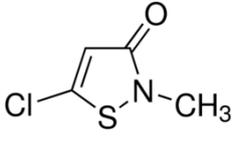
Dada estos datos se eligió al propilenglicol como el anticongelante.

Antiespumante. Los antiespumantes, o también conocidos como antifoams, tienen la función de prevenir la formación de espuma. Dentro del medio industrial existe una gran variedad como los de base mineral, siliconados, surfactantes, aceite vegetal, etc. De los mencionados los antiespumantes siliconados son los más eficaces, tienen un rango de trabajo amplio (tanto en medios ácidos como alcalinos), presentan buena estabilidad (algo importante para un producto que debe durar al menos dos años), son seguros (usados en la industria de alimentos) y tienen una baja tensión superficial. La elección fue por el polidimetilsiloxano, que es el polímero orgánico basado en silicio más utilizados, además de ser un compuesto inerte, no tóxico e inflamable. Molecularmente, sus enlaces de siloxano le confieren flexibilidad, lo que aunado a su alto peso molecular favorece también a la viscosidad de la formulación.

Biocida. En un tiempo atrás era frecuente el uso del Formaldehído (CAS 50-00-0) como biocida dentro de un amplio espectro de desinfectantes del ámbito de vida privada, salud pública e higiene veterinaria. Sin embargo, estudios demostraron que es un producto carcinogénico para humanos categorizado en el Grupo 1 por la Agencia internacional para la investigación sobre el Cáncer (International Agency for Research on Cancer, s.f.). Siendo así, la Unión Europea estableció un reglamento (Reglamento (UE) n° 528/2012) donde se establece un listado de biocidas aceptados para su uso (ECHA Europe Chemicals Agency, s.f.) es de aquella lista que se decidió trabajar con un producto que contenía en su composición dos Isotiazolonas, 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona (min. 1.15%) y 2-metil-4-isotiazolin-3-ona (min. 0.35%) e inertes. Dicho compuesto es usado como antimicrobiano en pinturas, revestimientos industriales acuosos y pinturas basadas en acrílicos. Tiene buena compatibilidad con el caolín además de ser necesaria solo una pequeña cantidad para su uso efectivo.

Figura 8

Estructura, nombre IUPAC y CAS de los dos biocidas utilizados para el desarrollo del proyecto.

	
2-metil-4-isotiazolin-3-ona (CAS 2682-20-4)	5-Cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona (CAS 26172-55-4)

2.3.5 Métodos de análisis

2.3.5.1 Análisis de ingrediente activo. El método usado para la cuantificación es un método propio validado en el laboratorio de control de calidad por el analista del laboratorio instrumental.

- Código: GS-CC-MG-16

A. Instrumentación y condiciones de operatividad. El equipo utilizado fue un cromatógrafo Agilent Technologies 7890B con detector de llama ionizante (FID).

Tabla 8

Parámetros del método para el análisis de Deltametrina

PARAMETRO	VALOR
	2.8 mL/min (Nitrógeno-Carrier)
Flujo de gases	30 mL/min (Hidrogeno)
	400 mL/min (Aire)
Temperaturas	Inyector: 300 °C

	Horno: 250 °C
	Detector: 300 °C
Tiempos de retención	Bis (2-Etilhexil) Ftalato: 3.7 min ± 0.2 min. Deltamethrin: 11.8 min ± 0.9 min. Total, corrida: 14.0 min.
Volumen de inyección	1 µL
Split	30:1
Solvente	Cloroformo grado Cromatográfico

B. Reactivos y solventes.

- Estándar Analítico Deltamethrin min. 99.0%.
- Estándar Interno Bis (2-Etilhexil) Ftalato min. 99.0%.
- Solvente Cloroformo Grado Cromatográfico.

C. Preparación del estándar de calibración. Se pesó la cantidad necesaria para obtener una muestra de 0,0020 g/mL de Ingrediente Activo Deltametrina. Para ello se pesó 0,0200 g ± 0,0050 g de estándar Deltametrina (99.5% de pureza) en fiola de 10 mL, se adicionó 0.0200 g ± 0,0050 g de Bis (2-Etilhexil) Ftalato. Se enrasó con solvente Cloroformo. Se llevó al baño de ultrasonido hasta que la muestra de Estándar analítico y estándar interno se haya disuelto completamente.

D. Preparación de la muestra. Se debe pesar la cantidad necesaria para obtener una muestra de la misma concentración que el estándar de Deltamethrin en fiola de 10 mL, para ello se pesó 0.46 g ± 0,010 g de la formulación de Deltametrina al 5% y se adicionó 0.0200 g ± 0,0050 g de Bis (2-Etilhexil) Ftalato. Luego agregué solvente Cloroformo hasta aproximadamente el 80% de la capacidad de la fiola. Lo llevé al baño de ultrasonido por 10 min, y luego de dejarlo enfriar a

temperatura ambiente por 15 min y lo enrasé hasta 10 mL con solvente Cloroformo. Para las otras muestras de concentración diferente, realicé previamente el cálculo, considerando la masa de estándar analítico y estándar interno empleado en la preparación de Estándar de Calibración.

2.3.5.2 Determinación de pH

A. Fundamento. La importancia de la lectura del pH en las formulaciones nos va a permitir minimizar el potencial que pueda tener un determinado ingrediente activo a un determinado pH. Habrá moléculas que son susceptibles a degradarse en pH ácidos y otras a pH alcalino. Controlar este aspecto y cumplir con lo que requiere las especificaciones técnicas garantizarán la estabilidad de la molécula en el tiempo, y que cumpla con las pruebas de estabilidad acelerada que se requieren.

Además de esto, otro factor importante es que determinar el pH del producto final también afectará a la decisión del tipo de envase en el cual se comercializará ya que también existe un potencial riesgo de corrosión del envase durante el lapso de vigencia del producto.

B. Referencia. MT 75.3, CIPAC Handbook J, p.131, 2000

C. Procedimiento. Se verificó el sistema de medida de acuerdo con las instrucciones del fabricante utilizando 3 soluciones buffer apropiadas. Se enjuagó el electrodo con abundante agua desionizada, se secó con un papel suave evitando rayar el bulbo del electrodo y se colocó en la primera solución tampón (buffer pH 7). Se tomó la lectura. Se repitieron los pasos para las otras soluciones tampón (buffer pH 4 y buffer pH 10).

Luego se pesó 1.0 g de muestra en una probeta que contenía aproximadamente 50 mL de agua, y se completó hasta 100 mL con agua y se agitó vigorosamente hasta que

esté completamente mezclado o disperso. Se sumergió el bulbo del electrodo en la disolución acuosa y se registra el valor de pH.

2.3.5.3 Vertido de suspensiones concentradas

A. Fundamento. Método que busca asegurar que la suspensión concentrada (SC) posea características de fácil vertido desde el recipiente que lo contiene. De manera general se espera que como máximo el 5% de la formulación se quede retenido como residuo en el envase contenedor.

B. Referencia. MT 148.1, CIPAC Handbook J, p.133, 2000

C. Procedimiento. Se pesó una probeta de 500 mL c/ tapón (W_0g) y se le agregó suficiente formulación de Deltametrina al 5% dejando aproximadamente 20% del volumen de la probeta como vacío. Luego se colocó nuevamente la tapa y se volvió a pesar la probeta con el contenido (W_1g). Se dejó la probeta en reposo durante 24 horas y luego vertió la suspensión concentrada durante 60 segundos en un ángulo de 45° para finalmente invertir la probeta durante 60 segundos. Se volvió a pesar la probeta con el tapón (W_2g) (Ver Anexo E)

Calculo:

$$V = \frac{W_2g - W_0g}{W_1g - W_0g} \times 100\%$$

2.3.5.4 Espontaneidad de la dispersión

A. Fundamento. También conocido como dispersabilidad en agua, este método lo que busca es asegurar de que la formulación al diluirse en agua pueda disolverse rápida y fácilmente. Es una prueba semejante a la anterior, pero a diferencia de esta busca medir la cantidad de producto que se dispersó en el corto tiempo. Como referencia el manual de la FAO/OMS también da como valor mínimo un 60%.

B. Referencia. MT 160, CIPAC Handbook F, p.391, 1995

C. Procedimiento. Se homogenizó la muestra agitando suavemente. El agua estándar, la probeta de 250 mL y la muestra fueron equilibradas a la misma temperatura antes de iniciar la prueba. Se determinó la densidad de la formulación y con ese dato se calculó la masa de formulación equivalente a 12.5 mL (W 1). Se vertió agua estándar (237.5 mL) dentro de la probeta, y con ayuda de un vaso precipitado se agregó la suspensión concentrada según la masa de formulación calculada. Esto debió completarse en un tiempo de máximo de 15 segundos.

Tan pronto agregada la formulación se tapó la probeta y se invirtió una vez. Se colocó la probeta en posición vertical sobre una superficie libre de vibraciones o fuentes directas de calor durante 5 minutos \pm 10 segundos. Transcurrido este tiempo, se retiró con cuidado el tapón y se extrajeron los 225 ml superiores de suspensión mediante un tubo de aspiración conectado a un depósito y bomba adecuada. Esta operación se realizó en 10-15 s manteniendo la punta del tubo justo por debajo del nivel de caída de la suspensión, teniendo cuidado de minimizar cualquier perturbación de la suspensión. Se aseguró de que la punta del tubo esté siempre solo unos pocos mm por debajo de la superficie de la suspensión. Los 25 ± 1 ml de suspensión diluida que quedan en el cilindro se pasó una placa Petri (previamente pesada) para ser secada. Luego con el material seco se llevó a analizar para hallar su concentración en porcentaje. (Ver anexo F)

Calculo

$$\text{Espontaneidad de la dispersión} = \frac{111 (C - Q)}{C} \%$$

$Q = (\text{masa del residuo}) \times (\% \text{ residuo}) / 100 = \text{Masa de ingrediente activo en los 25 mL de muestra en el fondo de la probeta.}$

a = Concentración de ingrediente activo en la formulación

w = masa de la formulación adicionada a la probeta (g)

$C = w \times a / 100$ = masa del ingrediente activo en la probeta.

2.3.5.5 Suspensibilidad

A. Fundamento. Tratándose de suspensiones concentradas (SC) esta prueba es una de las que tienen mayor relevancia debido a que estamos trabajando con ingredientes activos insolubles y que por definición están suspendidas en la formulación, por esta razón la formulación debe garantizar que una cantidad suficiente del ingrediente activo esté disperso de manera homogénea tanto en la formulación como cuando se agregue al agua para preparar el líquido de aspersion de manera que el producto final tenga la eficacia durante su aplicación.

Debido a esta importante propiedad es que en las formulaciones de suspensiones concentradas (SC) es necesario agregar agentes humectantes o dispersantes para que al momento de la molienda el líquido humecte al ingrediente activo rompiéndose así la tensión interfacial entre el líquido y el sólido y evitando que las partículas del sólido vuelvan a reagruparse lo cual perjudicaría la estabilidad del producto, causando floculación o sedimentación.

Según el manual de la FAO/OMS indica como valor referencial para las suspensiones concentradas que este no deberá ser menor del 60%.

B. Referencia. MT 184, CIPAC Handbook K, p.142, 2003

C. Procedimiento. Se tomó una masa de muestra necesaria para preparar 250 mL de suspensión diluida, según la concentración recomendada en la etiqueta. Para nuestra formulación usamos la dosis más alta según etiqueta que es de 200 mL en 8 L de agua.

El agua estándar, la probeta de 250 mL y la muestra se equilibraron a la misma temperatura antes de empezar la prueba. Se colocó 100 mL del agua estándar en la probeta. Aparte, se pesó la masa de la concentración más alta, en un vaso de precipitado de 50 mL y se transfirió cuantitativamente a la probeta con agua estándar, llegando al final a completar los 250 mL. Se tapó la probeta y se invirtió 30 veces. Se colocó la probeta en posición vertical sobre una superficie libre de vibraciones o fuentes directas de calor durante 30 minutos.

Una vez transcurrido el tiempo, se extrae nueve décimas (225 mL) de la suspensión. Dicha operación se debe realizar en un lapso de 10 – 15 segundos, manteniendo la punta del tubo de vidrio justo debajo del nivel de caída de la suspensión, teniendo cuidado en minimizar cualquier alteración de la suspensión. Los 25 ± 1 ml de suspensión diluida que quedan en el cilindro se pasó una placa Petri (previamente pesada) para ser secada. Luego con el material seco se llevó a analizar para hallar su concentración en porcentaje. (Ver Anexo G)

Calculo

$$\text{Suspensibilidad} = \frac{111 (C - Q)}{C} \%$$

$Q = (\text{masa del residuo}) \times (\% \text{ residuo}) / 100 = \text{Masa de ingrediente activo en los 25 mL de muestra en el fondo de la probeta.}$

$a = \text{Concentración de ingrediente activo en la formulación}$

$w = \text{masa de la formulación adicionada a la probeta (g)}$

$C = w \times a / 100 = \text{masa del ingrediente activo en la probeta.}$

2.3.5.6 Prueba de tamiz húmedo

A. Fundamento. La prueba de granulometría o tamizaje en húmedo para las suspensiones concentradas (SC) tiene como finalidad restringir dentro de la formulación aquellas partículas insolubles que puedan tener tamaños tales que dificulten u obstruyan las boquillas o filtros al momento de su uso en salud pública.

Este ensayo está directamente relacionado con el tamaño de partícula lo cual es un aspecto fundamental en la calidad del producto ya que de esto dependerá su disponibilidad para actuar en el insecto o su residualidad (el tiempo que el ingrediente activo permanece como remanente y puede continuar actuando)

B. Referencia. MT 185, CIPAC Handbook K, p.149, 2003

C. Procedimiento. Se pesaron $10 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ de la muestra en un vaso de precipitados (de 250 mL) y se agregó 100 mL de agua de grifo. Se dejó reposar durante 60 segundos para luego revolverlo con el agitador magnético durante 5 minutos sin intentar romper los grumos deliberadamente.

Se transfirió toda la muestra del vaso de precipitados al tamiz, se enjuagó con agua de grifo y se lavó el vaso y la barra con abundante agua de grifo. Se siguió agregando agua al tamiz hasta que la cantidad visible de residuo permaneció constante, aunque sin exceder los 10 minutos. Se dirigió el chorro de agua desde la circunferencia del tamiz hacia el centro manteniendo el chorro a una distancia de 2 a 5 cm de la superficie del tamiz. Para finalizar se transfirió el residuo a una placa Petri de vidrio, previamente pesada. Se llevó a secar la muestra ($65 \text{ }^\circ\text{C}$) hasta peso constante y se registró el peso de la muestra al 0.01 g más cercano. (Ver Anexo H)

Calculo

$$\% \text{ Peso} = \frac{W_f - W_0}{W_i} \times 100$$

W_i = Peso inicial de la muestra (10 g \pm 0.1 g)

W_0 = Peso de la placa Petri de vidrio vacía

W_f = Peso final de la placa Petri con la muestra después del secado hasta peso constante.

2.3.5.7 Espuma persistente

A. Fundamento. El uso de agentes humectantes y agentes de dispersión suelen tener una desventaja, y es que para este fin se suelen usar tensoactivos que como característica particular forman un exceso de espuma. La espuma que es capaz de producir una formulación una vez diluida en el agua para su aplicación puede causar problemas de obstrucción del tanque de aspersión, por este motivo el manual de la FAO/OMS establece un método para medir la cantidad de espuma que se produce y así establecer un límite. Como parámetro general establece que luego de aplicado el método, la cantidad de espuma producida no debería ser más de 60 mL después de 1 min, pero este valor puede ser menor para algunas moléculas según indique la especificación propia de cada molécula.

B. Referencia. MT 47.2, CIPAC Handbook F, p. 152 – 153

C. Procedimiento. En una probeta de 250 mL se agregó aproximadamente 180 mL de agua estándar. Tomando como referencia la dosis máxima del producto se calculó un peso para preparar 200 mL de la suspensión y se añadió ese peso a la probeta. Se llenó con agua estándar hasta que la distancia entre la superficie de suspensión y el fondo de la junta de vidrio esmerilado sea de 9 ± 0.1 cm. Se tapó la probeta y se invirtió

30 veces. Se colocó la probeta en posición vertical e inmediatamente se puso en marcha el cronómetro. Pasado 1 minuto se calculó el volumen de espuma que aún persistía.

2.3.5.8 Estabilidad de almacenamiento. La estabilidad acelerada es uno de los métodos más importantes en todo tipo de formulaciones. Se relaciona directamente con el tiempo de vida útil del producto. En la “Guía para la especificación de la vida útil de los productos fitosanitarios” (Croplife, 2009) menciona que:

El producto sigue siendo apto para su uso siempre que estos cambios no tengan efectos adversos sobre la aplicación, el rendimiento biológico y la seguridad del operador, el consumidor y el medio ambiente. El propósito de la especificación de vida útil es definir los límites apropiados para cumplir con los requisitos anteriores (p. 5).

Con esto, quiere decir que la prueba de estabilidad tiene como finalidad poner a prueba a las formulaciones para poder garantizar de que el producto bajo ciertas condiciones podrá mantener sus propiedades con variaciones no significativas durante un periodo de tiempo determinado.

Para el caso de las suspensiones concentradas, la prueba de estabilidad nos puede mostrar problemas como: sedimentación, floculación, degradación del ingrediente activo, aumento del tamaño de partícula, reducción de la dispersión, etc.

Para esto se establecen 1 o 2 tipos de pruebas dependiendo de las formulaciones:

A. Estabilidad a 0 °C. Para esta prueba el producto es almacenado a 0 °C +/- 2 °C por un periodo de 7 días, con esto se busca asegurar que las propiedades del producto formulado no se vean afectados de forma negativa durante condiciones de frío que vayan a afectar la dispersión o granulometría.

B. Referencia. MT 39.3, CIPAC Handbook J, p.126, 2000

C. Procedimiento. Se transfirió 100 ± 1.0 mL de la formulación al tubo de centrífuga de 100 mL y se tapó. Se enfrió a 0 ± 2 °C durante 7 días.

Pasado este tiempo se observó el volumen, si la fase era homogénea, si había capas, sedimentación o algún material extraño. Luego y como indica la especificación técnica OMS se realizaron las pruebas de:

- Suspensibilidad
- Prueba de malla húmeda

D. Estabilidad a temperatura elevada. El objetivo de esta prueba es asegurar que las propiedades del producto formulado no se vean afectadas durante condiciones de almacenamiento a altas temperaturas, lo que va a proporcionar los medios para predecir su estabilidad en el largo plazo. El método establece que el producto formulado sea almacenado a 54 °C ± 2 °C durante un periodo de 14 días. Luego de esto será necesario evaluar si el ingrediente activo no ha disminuido menos del 95% del contenido inicial.

Para el caso de las suspensiones concentradas (SC) se deberá volver a evaluar parámetros como el pH, capacidad de vertido, espontaneidad de la dispersión, suspensibilidad y granulometría.

De cumplir con las especificaciones requeridas luego de la estabilidad, el Manual de la FAO/OMS indica sobre la formulación que "... se espera que siga siendo satisfactoria en uso después de un almacenamiento durante al menos 2 años" (FAO, 2017, p. 66).

Indicando también que "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 periodos de almacenamiento más largos” (FOA, 2017, p. 66).

Cabe indicar que hay ocasiones en las que el producto o formulado pueda ser susceptible a degradarse ante temperaturas de 54 °C o más por lo que para la prueba de estabilidad el manual brinda alternativas con temperaturas más bajas, pero tiempos más prolongados.

Tabla 9

Condiciones alternativas para la prueba de estabilidad a temperatura elevada

Temperatura	Tiempo
50 °C ± 2 °C	4 semanas
45 °C ± 2 °C	6 semanas
40 °C ± 2 °C	8 semanas
35 °C ± 2 °C	12 semanas
30 °C ± 2 °C	18 semanas

Por esta razón es importante conocer las propiedades del ingrediente activo para establecer de manera adecuada las condiciones a las que se realizarán los análisis.

B. Referencia. MT 46.3, CIPAC Handbook J, p.128, 2000

C. Procedimiento. Se colocó 100 mL de la muestra en un frasco PEAD sellado con liner y se llevó la muestra a una estufa donde se mantuvo el producto durante 14 días a 54 °C. Pasado el tiempo se sacó y se dejó enfriar a temperatura ambiente antes de realizar las pruebas requeridas según la especificación técnica de la OMS:

- pH
- Vertido
- Espontaneidad de la dispersión
- Suspensibilidad
- Prueba de malla húmeda

2.3.5.9 Prueba de envases. Si bien es cierto no existen directrices en cuanto a los envases, es importante que las pruebas se realicen en los envases en los que va a ser envasado el producto final para la venta. Esto nos será de utilidad porque permitirá determinar el materia más adecuado para el envasado, nos garantizará la resistencia del envase y si las condiciones adversas afectan de manera negativa. Nos ayudará a conocer si hay alguna reacción en la formulación que pueda alterar el envase y causar algún derrame o debilitamiento durante el periodo de vida útil del producto.

Según indica las “Directrices sobre opciones de manejo de envases vacíos de plaguicidas” (FAO, 2008) un envase adecuado ayudará a:

- “Minimizar los riesgos de filtraciones durante el transporte y en los lugares de almacenamiento;
- Minimizar la exposición de los usuarios; y
- Minimizar el impacto para el medioambiente al final de la vida útil del envase.”

(p. 4)

Con respecto a los materiales más usados dentro del rubro de plaguicidas líquidos suelen ser:

Tabla 10

Materiales más usados para el envasado de plaguicidas líquidos.

Material	Característica	Tipos de formulaciones (Ejemplos)
PEAD (Frasco x 1 L de 120 g)	El Polietileno de Alta Densidad (PEAD) es uno de los materiales más utilizados por su rigidez, buena resistencia térmica y resistencia al impacto. Es además un material químicamente inerte.	Suspensiones Concentradas (SC), Concentrados solubles (SL).
PET (Frasco x 1 L de 90 g)	El Polietileno Tereftalato (PET) se ha convertido también en un material muy utilizado por su resistencia térmica, química y de desgaste. Además de ser un material más económico que el PEAD. Sin embargo, es un material más flexible por lo que su resistencia al impacto es menor.	Suspensiones concentradas (SC), Concentrados solubles (SL)
COEX PE/PA (Frasco x 1 L de 125 g)	Los envases COEX adquieren el nombre del proceso por el cual dos materiales diferentes se extruden para formar uno solo, este proceso es conocido como coextrusión. Los dos materiales usados son el Polietileno y una capa interna de Poliamida (por lo general, de nylon). Esta capa interna es la que le confiere una resistencia adicional al polietileno haciendo apto para formulaciones más agresivas o con gran contenido de solventes orgánicos derivados de petróleo.	Concentrados emulsionables (EC), Emulsiones aceite en agua (EW)

Procedimiento

Para estas pruebas preparamos 4 litros en cada tipo de frasco; 4 L en frascos de 4 L PEAD de 120 g y 4 L en frascos de 1 L PET de 90 g. Dos litros de cada uno fue colocado a temperatura de $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 7 días, y dos litros de cada uno fue colocado a temperatura de $54\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 14 días.

Pasada la prueba se observó si el frasco presentaba derrame de producto, deformaciones, debilitamiento, manchas o cualquier indicio de alteración.

Además, se realizan dos métodos adicionales; de caída y de sellado:

A. Prueba de caída

Fundamento

Determinar la resistencia del choque o caída libre

Referencia

NTP 311.217:1980 (Revisada el 2010) Determinación de la resistencia del choque a la caída libre

Procedimiento

Una vez culminada las pruebas de estabilidad en frío y caliente se dejan reposar los envases hasta temperatura ambiente. Se dejan caer de una altura predeterminada sobre una superficie horizontal rígida y pulida según la siguiente tabla:

Tabla 11*Altura de choque o caída según capacidad del envase*

Capacidad Nominal (mL)	Altura de choque o caída en cm
0 a 100	150
100 a 250	120
250 a 500	100
500 a 1000	90
Mayor a 1000	80

Para nuestras muestras de envases PEAD y PET la altura elegida fue de 90 cm.

B. Prueba de sellado

Fundamento

En nuestro planeta a nivel del mar (0 msnm) tenemos una presión atmosférica de 760 mm Hg. A medida que un artículo es transportado a tierras altas, esta presión atmosférica disminuye por lo que puede afirmar que la presión atmosférica es inversamente proporcional a la altitud de la región. La relación es la siguiente:

$$P = 760 - 0.076 (A)$$

P = Presión

A = Altitud de la región en metros

En Perú el poblado habitado más alto queda alrededor de los 5300 msnm. Con dicha información podríamos calcular la presión a la que está estaría expuesto un envase que es transportado desde la capital hasta dicha región.

$$P = 760 - 0.076 (5300) = 357 \text{ mmHg (14 inHg)}.$$

Es así que exponiendo un envase a dicha diferencial de presión podremos ver cómo reaccionaría durante su transporte hasta llegar a dicho punto.

Procedimiento

Luego de las pruebas de estabilidad se dejaron a los envases a temperatura ambiente. Se retiraron las tapas de los envases dejándolo solo con el liner y se introdujeron los envases dentro de una cámara de vacío. Se encendió la bomba de vacío y se colocó la presión a 15 In Hg durante 5 minutos. Se retiró la muestra de la cámara de vacío y se observa si ha habido desprendimiento de la lana, deformación del envase o alguna otra alteración que alerte de la mala resistencia.

2.4 RESULTADOS

Tabla 12

Composición de Deltametrina 5% Suspensión Concentrada (Código LAB-INS-YP-005)

Componente		Kg / 100 L	%P/V	CAS	Función
Deltametrina	[(S)-cyano-(3-phenoxyphenyl)methyl] (1R,3R)-3-(2,2-dibromoethenyl)-2,2-dimethylcyclopropane-1-carboxylate	5.10	5%	52918-63-5	Ingrediente activo
Technical 98%		(5% de i.a puro)			
Dispersante A*	Tristirilfenol polietilenglicoleter	1.25	1.25%	70559-25-0	Dispersante
Dispersante B*	Éster Fosfórico de Tristirilfenol Poliglicoleter Neutralizado	1.25	1.25%	105362-40-1	Dispersante
Caolín	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	15	15%	1332-58-7	
Goma Xanthan	Heteropolisacárido D-glucosa, D-manosa	0.40	0.40%	11138-66-2	Modificador reológico
Propilenglicol	propano-1,2-diol	5.8	5.8%	57-55-6	Anticongelante
Antifoam*	Polidimetilsiloxano	0.10	0.1%	63148-62-9	Antiespumante
Biocida*	5-Cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona / 2-metil-4-isotiazolin-3-ona	0.30	0.3%	26172-55-4 / 2682-20-4	Biocida
Agua		79.85	c.s.p	7732-18-5	Medio

*Por confidencialidad no es posible dar el nombre comercial de los dispersantes utilizados en la formulación

Tabla 13

Resultado de evaluación del ingrediente activo

Parámetro	Especificación WHO/FAO	Resultado	Método
Apariencia	Sólido polvo blanco o blanquecino	Sólido polvo blanco	GS-CC-MM-10
Contenido de Deltametrina	> 985 g/Kg	985.78 g/Kg ^(*)	GS-CC-MG-16

^(*) Ver Anexo I

Signal 1: FID1 A, Front Signal							
RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.662	BB	I	1 560.90973	1.00000	55.50000		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.610	BB	+	1 649.00079	1.53510	98.57853		Deltamethrin
Totals without ISTD(s) :					98.57853		

Tabla 14

Resultado de evaluación de la formulación TIEMPO REAL AL INICIO (17-01-2019)

Parámetro	Especificación WHO/FAO	Resultado (Tiempo real)		Método
Contenido de ingrediente activo	50 g/L ± 15% (42.5 g/L – 57.5 g/L)	55.3916 ⁽¹⁾	55.107 (% RSD = 0.73%)	GS-CC-MG-16
		54.8217 ⁽²⁾		
pH	4.5 – 7.5	6.87	6.88 (% RSD = 0.10%)	CIPAC MT 75.3
		6.88		
Prueba de vertido	< 5%	1.64%	1.65 (% RSD = 0.43%)	CIPAC MT 148.1
		1.65%		
Espontaneidad de la dispersión	> 90%	99.13%	98.62 (% RSD = 0.74%)	CIPAC MT 160
		98.10%		
Suspensibilidad	> 90%	96.07%	96.02% (% RSD = 0.07%)	CIPAC MT 184
		95.97%		
Prueba de tamiz húmedo Malla 200 (75 µm)	< 2%	0.74%	0.73% (% RSD = 1.94%)	CIPAC MT 185
		0.72%		
Espuma persistente (al minuto)	< 50 mL	9 mL		CIPAC MT 47.3
Otros (no exigidos por la WHO/FAO, son ensayos internos de control de calidad)				
Apariencia	Líquido blanco ligeramente viscoso	Líquido blanco ligeramente viscoso		GS-CC-MM-10
Densidad	1.100 – 1.140 g/mL	1.119 g/mL		GS-CC-MM-13

(1) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo J

(2) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo K

Tabla 15

Resultado de la evaluación de formulación ESTABILIDAD 54 °C x 14 días (31-01-2019)

Parámetro	Especificación WHO/FAO	Resultado g/L (Tiempo real)		Método
Contenido de ingrediente activo	50 g/L ± 15% (42.5 g/L – 57.5 g/L)	48.5039(1)	48.425 (% RSD = 0.23%)	GS-CC-MG-16
		48.3463(2)		
pH	4.5 – 7.5	7.11	7.12 (% RSD = 0.10%)	CIPAC MT 75.3
		7.12		
Prueba de vertido	< 5%	1.83%	1.83 (% RSD = 0.39%)	CIPAC MT 148.1
		1.82%		
Espontaneidad de la dispersión	> 90%	97.95%	98.65 (% RSD = 1.00%)	CIPAC MT 160
		99.35%		
Suspensibilidad	> 90%	93.68%	94.45% (% RSD = 1.15%)	CIPAC MT 184
		95.22%		
Prueba de tamiz húmedo Malla 200 (75 µm)	< 2%	1.10%	1.09% (% RSD = 0.35%)	CIPAC MT 185
		1.09%		
Otros (no exigidos por la WHO/FAO, son ensayos internos de control de calidad)				
Apariencia	Líquido blanco ligeramente viscoso	Líquido blanco ligeramente viscoso		GS-CC-MM-10
Densidad	1.100 – 1.140 g/mL	1.123 g/mL		GS-CC-MM-13

(1) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo L

(2) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo M

Tabla 16

Resultado de la evaluación de formulación ESTABILIDAD 0 °C x 7 días

Parámetro	Especificación WHO/FAO	Resultado g/L (Tiempo real)		Método
Suspensibilidad	> 90%	95.00%	94.93%	CIPAC MT 184
		94.87%	(% RSD = 0.10%)	
Prueba de tamiz húmedo Malla 200 (75 µm)	< 2%	0.77%	0.76%	CIPAC MT 185
		0.76%	(% RSD = 1.56%)	
Otros (no exigidos por la WHO/FAO, son ensayos internos de control de calidad)				
Apariencia	Líquido blanco ligeramente viscoso	Líquido blanco ligeramente viscoso		GS-CC-MM-10
Densidad	1.100 – 1.140 g/mL	1.120 g/mL		GS-CC-MM-13

Tabla 17

Resultado de la evaluación de formulación EN TIEMPO REAL (3 – 6 – 12 - 24 MESES)

Parámetro	Especificación WHO/FAO	Resultado	Resultados	Resultados	Resultados
		3 meses ⁽¹⁾ (30-04-2019)	6 meses ⁽²⁾ (31-07-2019)	12 meses ⁽³⁾ (30-01-2020)	24 meses ⁽⁴⁾ (01-02-2021)
Contenido de ingrediente activo	50 g/L ± 15% (42.5 g/L – 57.5 g/L)	51.353 g/L	50.986 g/L	50.750 g/L	50.390 g/L
pH	4.5 – 7.5	7.17	7.17	6.94	6.98
Prueba de vertido	< 5%	1.67%	1.7%	1.74%	1.82%
Espontaneidad de la dispersión	> 90%	98.86%	98.23%	99.59%	96.06%
Suspensibilidad	> 90%	95.86%	95.96%	95.82%	94.90%
Prueba de tamiz húmedo Malla 200 (75 µm)	< 2%	0.74%	0.76%	0.87%	0.98%

Espuma persistente (al minuto)	< 50 mL	9 mL	11 mL	11 mL	10 mL					
Otros (no exigidos por la WHO/FAO, son ensayos internos de control de calidad)										
Apariencia	Liquido ligeramente viscoso	blanco ligeramente viscoso								
Densidad	1.100 – 1.140 g/mL	1.120 g/mL	1.117 g/mL	1.119 g/mL	1.121 g/mL					

- (1) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo N
- (2) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo O
- (3) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo P
- (4) Valor lectura instrumental (p/p) multiplicado por la densidad para obtener el valor en p/v. Ver Anexo Q

Tabla 18

Resultados del análisis de eficacia de la Deltametrina 5% SC desarrollado contra cucaracha (Blatella Germánica)

Deltametrina 5% SC (Dosis)	Evaluación Mortandad (N° de cucarachas muertas)			
	10 minutos	20 minutos	30 minutos	49 minutos
5 mL/L R1	1 / 5	2 / 5	4 / 5	5 / 5
5 mL/L R2	1 / 5	2 / 5	4 / 5	5 / 5
7.5 mL/L R1	2 / 5	2 / 5	3 / 5	5 / 5
7.5 mL/L R2	1 / 5	2 / 5	4 / 5	5 / 5
10 mL/L R1	1 / 5	2 / 5	4 / 5	5 / 5
10 mL/L R2	2 / 5	2 / 5	4 / 5	5 / 5

Nota. Resultados obtenidos por el área de I&D del Grupo Silvestre

Tabla 19

Resultados de eficacia de producto Deltametrina 5% SC de la competencia contra cucaracha (Blatella Germánica)

(Dosis)	Evaluación Mortandad (N° de cucarachas muertas)			
	10 minutos	20 minutos	30 minutos	40 minutos
5 mL/L R1	1 / 5	2 / 5	3 / 5	5 / 5
5 mL/L R2	1 / 5	2 / 5	2 / 5	5 / 5
7.5 mL/L R1	2 / 5	3 / 5	3 / 5	5 / 5
7.5 mL/L R2	2 / 5	3 / 5	4 / 5	5 / 5
10 mL/L R1	2 / 5	4 / 5	4 / 5	5 / 5
10 mL/L R2	3 / 5	4 / 5	4 / 5	5 / 5

Nota. Resultados obtenidos por el área de I&D del Grupo Silvestre

Tabla 20*Resultado de la evaluación de envases*

	<i>Condiciones a las que fueron sometidas</i>	<i>Prueba de caída (90 cm)</i>	<i>Prueba de sellado (15 inHg)</i>	<i>Observaciones</i>
PEAD	<i>A 54 °C x 14 días</i>	<i>PASA</i>	<i>PASA</i>	
	<i>A 0 °C x 7 días</i>	<i>PASA</i>	<i>PASA</i>	
PET	<i>A 54 °C x 14 días</i>	<i>PASA</i>	<i>PASA</i>	<i>Deformaciones no significativas en la prueba de caída</i>
	<i>A 0 °C x 7 días</i>	<i>PASA</i>	<i>PASA</i>	

2.5 Análisis de resultados

Los resultados obtenidos en las evaluaciones de TIEMPO REAL durante 2 años (Tabla 17) es consecuente con los resultados obtenidos al final de la prueba de Estabilidad a 54 °C x 14 días (Tabla 15) ya que este último al ser una prueba donde se somete a la muestra a un estrés térmico simula con mayor agresividad los efectos que podrían ocurrir en el tiempo y permite validar si el producto podrá mantener sus propiedades y cumplir con las exigencias de las especificaciones FAO/WHO durante toda su vida útil. Observamos incluso que en el caso del contenido de ingrediente activo la disminución es más notable y llega a 48.4 g/L mientras que en el tiempo real observamos una concentración al final de la vida útil de 50.4 g/L. De todas formas, si comparamos la concentración de ingrediente activo al inicio de la formulación (55.2 g/L) tenemos una disminución significativa, sin embargo, continúa manteniéndose dentro de las especificaciones técnicas establecidas por la FAO/OMS (50 g/L \pm 15%). Para los demás parámetros también observamos semejanzas entre la evaluación en estabilidad acelerada a 54 °C x 14 días (Tabla 15) versus los resultados obtenidos al final de su vida útil (Tabla 17).

Las suspensiones concentradas son formulaciones donde el tema de la dispersión del ingrediente activo es crítico, como vimos en el marco teórico el ingrediente activo solo se encuentra suspendido en un medio acuoso donde no es soluble por lo que mantenerlo suspendido en el tiempo es clave para lograr que el producto conserve sus propiedades fisicoquímicas y, por consiguiente, sus propiedades de eficacia en campo. Dicho esto, podemos observar que la Tabla 17 nos muestra cómo los parámetros de Suspensibilidad en el tiempo va variando y disminuyendo desde su valor inicial de 96.02% (Tabla 14) a un valor de 94.90% (Tabla 17) al final de su vida útil (2 años). Esto a su vez concuerda con el valor obtenido a través de la prueba de estabilidad acelerada

donde obtuvimos un 94.45% (Tabla 15). Esta disminución se explica porque las partículas del ingrediente activo van a tender a aglomerarse con el tiempo pese a la acción de los dispersantes agregados. Esta aglomeración también se ve reflejado con el aumento del tamaño de partículas durante la prueba de tamiz húmedo, ahí se observa que el porcentaje de material retenido en la malla de 75 μm ha aumentado (0.98%) con respecto al mismo análisis al inicio (0.73%). El mismo efecto se observa en los resultados de la prueba de estabilidad acelerada donde el aumento es aún mayor y llega al valor de 1.09%.

En la Tabla 18 se compara la eficacia del producto desarrollado de Deltametrina 5% SC versus un producto comercializado por la competencia del mismo ingrediente activo, concentración y tipo de formulación. El producto desarrollado muestra una menor efectividad en tiempo con respecto al producto de la competencia (9 minutos), sin embargo, la diferencia no es significativa por lo que el producto puede considerarse eficaz, aunque podría evaluarse la forma de mejorar en ese aspecto.

Los resultados de las pruebas de envase (Tabla 20) demuestran que tanto el PEAD (Polietileno de alta densidad) y el PET (Polietileno Tereftalato) cumplen con las exigencias para preservar el contenido del producto en óptimas condiciones durante el tiempo de vida útil del producto, sin presentar debilitamiento por corrosión del material ni por las condiciones extremas de temperatura.

III. APORTES MÁS DESTACABLES A LA EMPRESA

Como asistente de control de calidad:

Además de la formulación descrita en este informe he desarrollado otros tipos de formulaciones como; Concentrados Emulsionables (EC), Nebulizables (UL), gránulos (GR) con otros ingredientes activos como; Chlorpirifos, Cipermetrina, Piriproxyfen, Alfacipermetrina, Temephos, entre otros.

He realizado validaciones de métodos instrumentales de ingredientes activos por cromatografía de gases y cromatografía líquida.

Realicé la implementación de los métodos de suspensibilidad y espontaneidad según métodos CIPAC

Revisión y mejoramiento de formulaciones de fertilizantes a base de nitrógeno, fosforo y potasio (NPK). Se mejoraron aspectos como la suspensibilidad, emisión de gases, y solubilidad en agua de estos líquidos concentrados en sales. Asimismo, se buscó mejorar el aspecto; incluyendo color y viscosidad del producto final.

Encargado de implementar la metodología 5's en el laboratorio de fisicoquímica dentro del área de Control de Calidad, donde me encargué de realizar las fases de selección, ordenamiento, limpieza y estandarización, así como mantener lo alcanzado a lo largo del tiempo.

Como Coordinador de control de calidad y laboratorio:

Proyecto migración de envases de material PEAD (polietileno de alta densidad) a envases de material PET (polietilentereftalato) para los productos de suspensiones

concentradas (SC), líquidos concentrados solubles (SL) y fertilizantes, logrando un ahorro de US\$ 321,264 por año.

Análisis estadístico de las principales incidencias en línea de producción sobre el sellado de envases, lo cual incluyó un Pareto de las principales causas, diagramas de Ishikawa para las causas encontradas, un análisis de los 5 por qué y un planteamiento de soluciones junto con un plan de trabajo para su implementación.

IV. CONCLUSIONES

Gracias a la formación académica recibida durante mis años de estudiante universitario en la Universidad Nacional Federico Villarreal y gracias a la enseñanza recibida por la excelente plana docente mi experiencia profesional ha sido exitosa y he podido ir ascendiendo profesionalmente, siendo de mucha importancia para poder desarrollar este proyecto que fue retador pero que gracias a los conocimientos brindados en mi alma mater me fue posible llevar a cabo.

En cuanto al proyecto desarrollado se concluye que la formulación realizada y evaluada en este informe es óptima para ser comercializada debido a que cumple con los parámetros establecidos en las especificaciones técnicas de la Organización Mundial de la Salud sobre una formulación de Deltametrina al 5% en suspensión concentrada.

Las pruebas de estabilidad acelerada a 54 °C x 14 días permiten predecir el comportamiento final del producto durante su vida útil y verificar si este seguirá manteniendo sus propiedades fisicoquímicas.

Las pruebas de campo refieren que el producto es eficaz a las dosis de 5 mL/L, 7.5 mL/L y 10 mL/L incluso con diferencias no significativas en comparación con un producto comercializado por la competencia.

Los envases PEAD o PET son aptos para preservar en buenas condiciones el producto durante su tiempo de vida útil.

V. RECOMENDACIONES

El rubro de agroquímicos tiene una gran proyección, año a año es un mercado en crecimiento, sin embargo, en Perú la investigación y formulación de plaguicidas no está avanzando a la misma velocidad por lo que se requiere profesionales involucrados en las áreas de investigación para seguir desarrollando este apasionante rubro. Por esta razón recomiendo, por considerar importante, fomentar seminarios, cursos y hasta podría incluirse en la malla curricular ya que hay mucho campo académico que dar a conocer.

Con respecto a la formulación de este proyecto puedo comentar que el desarrollo de plaguicidas químicos para el ámbito de salud pública y agroindustria en el Perú es aún incipiente en comparación de industrias como en Ecuador, Brasil o Argentina, y más aún Europa, por lo que es importante promover el estudio y la experimentación de manera que vayamos desarrollando una industria que formule más, e importe menos.

Es importante tener muy claro el tipo de formulación que se está desarrollando y entender y conocer las características del ingrediente activo, así como tener una visión general de los insumos que se van a usar dentro de la fórmula para elegir los más adecuados.

La elección adecuada del dispersante, así como la concentración a usarse son vitales en formulaciones de ingredientes activos no solubles en agua suspendidos en una fase acuosa, como sucede en las Suspensiones concentradas.

Tan importante como es el uso de dispersantes en la formulación es también el uso de un molino de martillos para lograr un tamaño de partícula óptimo que mejore los parámetros de suspensibilidad y granulometría.

Pese a que la especificación solo menciona el tema de pruebas de estabilidad aceleradas, en frío y caliente, se recomienda siempre conservar contramuestras de las

formulaciones entre 25 °C a 30 °C y realizar cada cierto tiempo (ej. 3 meses, 6 meses, 12 meses, 18 meses, 24 meses, 30 meses, 36 meses, etc.) con la finalidad de ir evaluando en tiempo real de qué manera el producto es afectado y si los resultados son congruentes a los resultados obtenidos en las pruebas aceleradas. Además, que esto permite determinar periodos de vigencia mayores a los 2 años, tiempo máximo que se puede obtener a través de pruebas de estabilidad aceleradas.

En los casos en los que se conozca que los productos terminados serán trasladados por distintas regiones con bruscos cambios de temperatura, es recomendable establecer un procedimiento para someter las muestras a alzas y bajas de temperatura y evaluar si estos cambios frecuentes podrían ocasionar alguna disminución en alguna propiedad fisicoquímica.

VI. REFERENCIAS

Consejo Colaborativo Internacional de Análisis de Plaguicidas (2016).

<https://www.cipac.org/>

Córdoba, D. (2006). *Toxicología*. El Manual Moderno.

CRODA. (2017). Formulator's Toolbox.

Croplife International (2009). Guidelines for Specifying the Shelf Life of Plant Protection Products (Technical Monograph n° 17 2nd Edition).

Devine, Gregor J., Eza, Dominique, Ogusuku, Elena, & Furlong, Michael J.. (2008). Uso de insecticidas: contexto y consecuencias ecológicas. *Revista Peruana de Medicina Experimental y Salud Publica*, 25(1), 74-100.

Dias, JC, Silveira, AC. y Schofield, CJ. (2002) *The impact of Chagas disease control in Latin America: a review*. Mem Inst Oswaldo Cruz.

Dirección General de Desarrollo Minero (2020). *Perfil de mercado del caolín*.
https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/564111/Caol_n_2020_ENE.pdf

Europe Chemicals Agency (s.f). ECHA. Article 95 List. Recuperado el 14 de setiembre del 2021 de https://echa.europa.eu/documents/10162/5604808/art_95_list_en.pdf/c752c5ae-358c-e84b-652a-fb98106dfe8e?t=1630391631573

FAO. La Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura. (2003). *Código internacional de conducta para la distribución y utilización de plaguicidas (Versión Revisada)*. Roma.

FAO. La Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura. (2017). *Manual sobre la elaboración y uso de las especificaciones de plaguicidas de la FAO y la OMS*. Roma.

García, D. (2017). *Evaluación de los parámetros fisicoquímicos de la formulación de biocidas en suspensión concentrada, a nivel laboratorio con la aplicación de cromatografía líquida y reometría*. Universidad de San Carlos de Guatemala.

International Agency for Research on Cancer (s.f.) IARC Monographs on the identification of carcinogenic hazards to humans. List of clasifications. Recuperado el 14 de setiembre del 2021 de <https://monographs.iarc.who.int/list-of-classifications/>

International MoA Working Group (2021). IRAC Mode Of Action Classification Scheme. pp. 7–16. file:///C:/Users/yuri_/Downloads/MoA-Classification_v10.1_3Sept21-1.pdf

Martinez, A (s.f.) Piretroides. CONICET Mendoza. <https://www.mendoza.conicet.gov.ar/portal/enciclopedia/terminos/Piretroides.htm>

OMS. Organización Mundial de la Salud (2019). *Clasificación recomendada por la OMS de los plaguicidas por el peligro que presentan y directrices para la clasificación*.

Palomino, M., León, W., Valencia, P., Cárdenas, F., & Ancca J. (2007). Evaluación de campo del efecto residual de la deltametrina sobre la mortalidad y knockdown en *Triatoma infestans*, según tipo de superficie en Arequipa, Perú. *Revista Peruana de Medicina Experimental y Salud Publica*, 24(2), 136-143. Recuperado en 13 de septiembre de 2021, de

http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1726-46342007000200007&lng=es&tlng=es.

Pérez, M. E., Ruiz, D. M., Schneider, M., Autino, J. C. & Romanelli, G. (2013). La química verde como fuente de nuevos compuestos para el control de plagas agrícolas. *Ciencia en Desarrollo*, 4(2), 83.

Programa Internacional de Seguridad de las Sustancias Químicas. PISQQ (1993). *Deltametrina: guía para la salud y la seguridad*. Metepec, (Estado de México). Organización Mundial de la Salud.

Resumen de Salud Pública: Piretrinas y piretroides (Pyrethrins and Pyrethroids), PHS, ATSDR. (2016). Agencia para sustancias tóxicas y el registro de enfermedades. https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs155.html

Sanz, V., Orts, M.J., Bautista, Y., Bou, E., Lucad, F., Belda, A. y Castillo, I. (2004) *Tensión superficial de suspensiones de esmaltes*. Instituto de tecnología cerámica. Asociación de Investigación de las industrias Cerámicas. Universitat Jaume I. Castellón. España.
<https://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdfs/0423131s.pdf>

Todd, GD, Wohlers, D. and Citra, M. (2003). *Toxicology Profile for Pyrethrins and pyrethroids*. Department of Health and Human Services. Agency for Toxic Substances and Disease Registry.

WHO. World Health Organization. (2017). *Especificaciones and Evaluations for public health pesticides. Deltamethrine*

VII. ANEXOS

ANEXO A: Tipos de formulación de plaguicidas y sistema de codificación internacional

Código	Término	Definición
FS	Concentrado fluido para el tratamiento de semillas	Una suspensión estable para aplicación a la semilla, ya sea directamente o después de la dilución.
FU	Generador de humo	Una formulación de combustible, generalmente sólido, que tras la ignición libera e(los) ingrediente(s) activo (s) en forma de humo.
GA	Gas	Un gas envasada en botella de presión o tanque de presión.
GD	Gel para aplicación directa	Un gel como preparación para ser aplicado sin diluir.
GE	Producto generador de gas	Una formulación que genera un gas por reacción química.
GL	Gel emulsionable	Una formulación gelatinizada para ser aplicada como una emulsión en agua.
GR	Gránulo	Una formulación sólida de flujo libre de tamaño de gránulo definido listo para su uso.
GS	Grasa	Formulación muy viscosa a base de aceite o grasa.
GW	Gel soluble en agua	Una formulación gelatinizada para ser aplicada como una solución acuosa.
HN	Concentrado para nebulización en caliente	Una formulación adecuada para su aplicación con un equipo de nebulización en caliente, ya sea directamente o después de la dilución.
KK	Paquete combinado-sólido/líquido	Una formulación sólida y líquida, separando el contenido con un envase exterior, para aplicación simultánea en una mezcla de tanque.
KL	Paquete combinado-líquido/líquido	Dos formulaciones líquidas, separando el contenido con un envase exterior, para aplicación simultánea en una mezcla de tanque.
KN	Concentrado para nebulización en frío	Una formulación adecuada para aplicación por el equipo de nebulización en frío, ya sea directamente o después de la dilución.
LN	Red con insecticida de larga duración	Una formulación de liberación lenta o controlada en forma de red, proporcionando barreras físicas y químicas a los insectos. LN se refiere a una malla gruesa y productos listos para usar, por ejemplo, las redes para mosquitos.
LB	Bolsa de almacenamiento de larga duración	Una formulación de lenta o de liberación controlada en forma de una bolsa tratada para el almacenamiento, proporciona barreras físicas y químicas, por ejemplo a las plagas.
LS	Solución para el tratamiento de semilla	Un claro líquido clara o opalescente que debe aplicarse a la semilla ya sea directamente o como una solución del ingrediente activo después de la dilución en agua. El líquido puede contener formulantes insolubles en agua.
MC	Espiral para mosquito	Un espiral que se quema (arder sin llama) sin producir una llama y libera el ingrediente activo en la atmósfera local como un vapor o humo.

ME	Micro-emulsión	Un líquido claro opalescente que contiene aceite y agua, que debe aplicarse directamente o después de dilución en agua, cuando se puede formar una micro-emulsión diluida o una emulsión convencional.
MR	Liberación de matriz	Formulación de lenta o liberación controlada en la forma de una matriz de polímero, proporcionando efectos de larga duración. Está destinado a ser aplicado directamente.
OD	Dispersión en aceite	Una suspensión estable de ingrediente activo(s) en un fluido inmisible en agua, que puede contener otro ingrediente activo(s) disuelto(s), destinado para la dilución con agua antes de su uso.
OF	Aceite concentrado fluido miscible (suspensión miscible en aceite)	Una suspensión estable de ingrediente activo (s) en un fluido diseñada para ser diluida en un líquido orgánico antes de su uso.
OL	Líquido miscible en aceite	Una formulación líquida, homogénea para ser aplicada como un líquido homogéneo después de la dilución en un líquido orgánico.
OP	Polvillo dispersable en aceite	Una formulación en polvo para ser aplicada como una suspensión después de la dispersión en un líquido orgánico.
PA	Pasta	A base de agua, composición formadora de película (capa).
PR	Varilla vegetal	Una pequeña varilla, generalmente de unos pocos centímetros de longitud y unos pocos milímetros de diámetro, que contienen un ingrediente activo.
RB	Cebo (listo para usar)	Una formulación diseñada para atraer y que sea comida para las plagas objetivo deseadas.
SC	Suspensión concentrada(= Concentrado fluido)	Una suspensión estable de ingrediente activo(s) con agua como fluido, diseñada para ser diluidas con agua antes de su uso.
SD	Suspensión concentrada para aplicación directa	Una suspensión estable de ingrediente activo (s) en un fluido, que puede contener otro ingrediente activo(s) disuelto, destinado a su aplicación directa, por ejemplo a arrozales..

SD	Suspensión concentrada para aplicación directa	Una suspensión estable de ingrediente activo (s) en un fluido, que puede contener otro ingrediente activo(s) disuelto, destinado a su aplicación directa, por ejemplo a arrozales..
SE	Suspo-emulsión	Una formación de fluido, heterogénea que consiste en una dispersión estable de ingredientes activos en la forma de partículas sólidas y glóbulos finos en una fase acuosa continua.
SG	Gránulo soluble en agua	Una formulación que consiste en gránulos que debe aplicarse como una solución verdadera del ingrediente activo después de la disolución en agua, pero que pueden contener ingredientes inertes insolubles.
SL	Concentrado soluble	Un líquido claro a opalescente que deben aplicarse como una solución del ingrediente activo después de la dilución en agua. El líquido puede contener formulantes insolubles en agua.
SO	Aceite dispersivo	Formulación diseñado para formar una capa superficial al aplicarse sobre el agua.
SP	Polvillo soluble en agua	Una formulación en polvo para ser aplicado como una solución verdadera del ingrediente activo después de la disolución en agua, pero que pueden contener ingredientes inertes insolubles.

ST	Tableta soluble en agua	Formulación en forma de tabletas para ser usadas individualmente, para formar una solución del ingrediente activo después de su desintegración en agua. La formulación puede contener formulantes insolubles en agua.
SU	Suspensión de volumen Ultra-bajo (ULV)	Una suspensión lista para su uso a través de equipos ULV.
TB	Tableta	Sólidos preformados de forma y dimensiones uniformes, usualmente circular, con las caras planas o convexas, la distancia entre caras es menor que el diámetro.
TC	Material técnico	Un material resultante de un proceso de fabricación que comprende el ingrediente activo, junto con las impurezas asociadas. Esto puede contener pequeñas cantidades de aditivos que sean necesarios.
TK	Concentrado técnico	Un material resultante de un proceso de fabricación que comprende el ingrediente activo, junto con las impurezas asociadas. Esto puede contener pequeñas cantidades de aditivos necesarios y diluyentes apropiados.
UL	Líquido de volumen ultra-bajo (ULV)	Un líquido homogéneo listo para su uso a través de equipos ULV.
VP	Producto evaporable	Una formulación que contiene uno o más ingredientes activos volátiles, cuyos vapores se liberan en el aire. La velocidad de evaporación se controla normalmente mediante el uso de formulaciones y/o dispensadores adecuados.
WG	Gránulos dispersables en agua	Una formulación que consiste en gránulos que se aplicará después de su desintegración y dispersión en agua.
WP	Polvo mojable	Una formulación en polvo para ser aplicada como una suspensión después de la dispersión en agua.
WS	Polvo dispersable en agua para el tratamiento de semillas de suspensión	Un polvo que se dispersa en una alta concentración en agua antes de la aplicación como una suspensión a la semilla.
WT	Tableta dispersable en agua	Formulación en forma de tabletas para ser usadas individualmente, y formar una dispersión del ingrediente activo después de su desintegración en agua.
XX	Otros	Categorización temporal de todas las otras formulaciones no mencionados anteriormente.

Fuente: Manual sobre la elaboración y uso de las especificaciones de plaguicidas de la FAO y la OMS. Apéndice E. Pág. 278 - 281

ANEXO B: Detalle de los equipos utilizados para los métodos de análisis

Cromatógrafo de gases con detector de llama ionizante (FID):

- Marca: Agilent Technologies
- Modelo: 7890B
- Serie: GN16393127
- Código interno: GC-CC-01
- Columna: HP-5MS UI
- Fecha de mantenimiento preventivo y operacional: 07-02-2018
- Por la empresa: Grupo tecnológico
- Reporte de servicio: 025850

Potenciómetro:

- Marca: Thermo Scientific
- Modelo: Orion Star A215
- Código interno: PH-CC-003

Balanza de precisión:

- Marca: Sartorius
- Modelo: BL-1500S
- Alcance de indicación: 0 g a 1500 g
- Precisión: 0.01 g
- Código interno: BZ-CC-001
- Fecha de calibración: 05/01/2018
- Empresa de calibración: Celtronic Perú SAC
- Reporte: N° CPM-020-2018

Balanza analítica:

- Marca: Sartorius
- Modelo: CP-224S
- Alcance de indicación: 0 g a 220 g
- Precisión: 0.0001 g
- Código interno: BZ-CC-002
- Fecha de calibración: 05/01/2018
- Empresa de calibración Celtronic Perú SAC
- Reporte: N° CPM-019-2018

Agitador Magnético con calefacción:

- Marca: Thermo Scientific
- Modelo: Cimarec+

Tamiz 325

- Marca: ELE internacional
- Serie: 163025236
- Código interno: TM-CC-00III
- Abertura de la malla: 45 μm
- Fecha de calibración: 22-01-2018
- Empresa de calibración: SG NORTEC SRL
- Reporte: SGL-002-2018

Tamiz 200

- Marca: ELE internacional
- Serie: 133715389

- Código interno: TM-CC-00I
- Abertura de la malla: 75 μ m
- Fecha de calibración: 17-01-2018
- Empresa de calibración: SG NORTEC SRL
- Reporte: SGL-001-2018

Estufa

- Marca: ECOCELL
- Modelo: LSIS-B2V / EC 111
- Serie: D142322
- Temperatura de trabajo: 35 °C, 45 °C, 54 °C
- Código interno: EE-CC-003
- Fecha de calibración: 04-04-2018
- Empresa de calibración: SG NORTEC SRL
- Reporte: SGTH-143-2018
-

Probeta graduada:

- Marca: BLAU BRAND
- Código interno: PG-CC-002
- Fecha de calibración: 15-01-2018
- Empresa de calibración: SG NORTEC SRL
- Reporte: SGV-005-2018

ANEXO C: Certificado de calidad del Estándar de Deltametrina.



660 Tower Lane • P. O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
 1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax: 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Deltamethrin

CATALOG NUMBER N-11579-250MG
 LOT NUMBER 4554600
 DATE CERTIFIED 05/12/15
 EXPIRATION DATE 05/31/20
 CAS NUMBER 52918-63-5
 MOLECULAR FORMULA C₂₂H₁₉Br₂NO₃
 MOLECULAR WEIGHT 505.24
 STORAGE Store in a cool dry place.
 HANDLING See Safety Data Sheet
 INTENDED USE For laboratory use only.
 ISO GUIDE 34 CERTIFIED []

Analytical Test	Value
% PURITY (HPLC)	99.5

Chem Service, Inc. guarantees the purity to be +/- 0.5% deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Certified By:

Mary Beth O'Donnell

Mary Beth O'Donnell
 CSM/TC

COA Form
 Revision 3 (3/2015)

Chem Service, Inc. is accredited to ISO Guide 34:2009, ISO/IEC 17025:2005 and certified to ISO 9001:2008



ANEXO D: Resultados fisicoquímicos y formulación obtenidos con Dispersante Acrílico (Acryline DP EX) y Siliconado (RJ-7033)

Parámetro	Especificación WHO/FAO	Resultado g/L (Tiempo real)	Método
pH	4.5 – 7.5	6.68 / 6.64	CIPAC MT 75.3
Prueba de vertido	< 5%	2.58% / 2.53%	CIPAC MT 148.1
Espontaneidad de la dispersión	> 90%	85.24% / 86.19%	CIPAC MT 160
Suspensibilidad	> 90%	79.36% / 79.24%	CIPAC MT 184
Prueba de tamiz húmedo Malla 200 (75 µm)	< 2%	1.42% / 1.49%	CIPAC MT 185
Otros*			
Apariencia	Líquido blanco ligeramente viscoso	Líquido blanco ligeramente viscoso	GS-CC-MM-10
Densidad	1.100 – 1.140 g/mL	1.131 g/mL	GS-CC-MM-13

*No exigidos por la Who/FAO. Son ensayos internos de control de calidad.

Componente	Kg / 100 L
DELTAMETRINA TECH. 98%	5.1
ACRYLINE DP EX	1.50
SILICONADO RJ-7033	1.25
ANTIFOAM	0.1
CAOLIN	15
GOMA XANTANA	0.4
PROPILENGLICOL	5.8
BIOCIDA	0.3
AGUA	85.05

ANEXO E: Datos para el cálculo en el análisis de Vertido de Suspensiones Concentradas (SC)

Variable		Resultado en:							
		Tiempo real	Tiempo real (dup)	Después de estabilidad a 54 °C	Después de estabilidad a 54 °C (dup)	3 meses	6 meses	12 meses	24 meses
Peso de Probeta + tapa	W_{0g}	274.88	273.02	271.63	273.06	273.39	270.18	275.43	274.33
Peso probeta + producto lleno + tapa	W_{1g}	555.19	553.55	552.72	554.26	553.14	550.83	556.08	553.41
Peso probeta + producto escurrido + tapa	W_{2g}	279.49	277.65	276.77	278.17	278.06	274.94	280.32	279.4
Vertido (%)		1.64	1.65	1.83	1.82	1.67	1.70	1.74	1.82

ANEXO F: Datos para el cálculo en el análisis de Espontaneidad de la Dispersión

Variable		Resultado en:							
		Tiempo real	Tiempo real (dup)	Después de estabilidad a 54 °C	Después de estabilidad a 54 °C (dup)	3 meses	6 meses	12 meses	24 meses
Peso de muestra equivalente a 12.5 mL	W_m	14.099	13.876	14.374	13.813	13.776	14.186	14.099	14.125
Peso inicial de muestra * Concentración inicial	C	0.7810	0.7607	0.6972	0.6679	0.7074	0.7233	0.7155	0.7117
Peso final de muestra * Concentración final	Q	0.0835	0.0884	0.0819	0.0701	0.0774	0.0832	0.0736	0.0958
Espontaneidad de la Dispersión (%)		99.13	98.10	97.95	99.35	98.86	98.23	99.59	96.06

ANEXO G: Datos para el cálculo en el análisis de la Suspensibilidad

Variable		Resultado en:							
		Tiempo real	Tiempo real (dup)	Después de estabilidad a 54 °C	Después de estabilidad a 54 °C (dup)	3 meses	6 meses	12 meses	24 meses
Peso de muestra (dosis máxima)	W_m	3.487	3.496	3.494	3.536	3.499	3.498	3.479	3.517
Peso inicial de muestra * Concentración inicial	C	0.1931	0.1916	0.1695	0.1710	0.1797	0.1784	0.1765	0.1772
Peso final de muestra * Concentración final	Q	0.0260	0.0259	0.0264	0.0243	0.0245	0.0242	0.0241	0.0257
Suspensibilidad (%)		96.07	95.97	93.68	95.22	95.86	95.96	95.82	94.90

Variable		Resultado en:	
		Después de estabilidad a 0 °C	Después de estabilidad a 0 °C (dup)
Peso de muestra (dosis máxima)	W_m	3.471	3.469
Peso inicial de muestra * Concentración inicial	C	0.1798	0.1793
Peso final de muestra * Concentración final	Q	0.0259	0.0261
Suspensibilidad (%)		95.00	94.87

ANEXO H: Datos para el cálculo en el análisis de Tamiz Húmedo

Variable		Resultado en:							
		Tiempo real	Tiempo real (dup)	Después de estabilidad a 54 °C	Después de estabilidad a 54 °C (dup)	3 meses	6 meses	12 meses	24 meses
Peso de muestra	W_i	10.02	10.02	9.95	10.00	9.91	9.98	9.99	10.01
Peso placa Petri vacío	W_0	51.37	50.49	53.18	52.49	51.9	49.55	49.68	49.59
Peso de muestra final	W_f	0.074	0.072	0.109	0.109	0.073	0.076	0.087	0.098
Tamiz Húmedo retenido)	(%	0.74	0.72	1.10	1.09	0.74	0.76	0.87	0.98

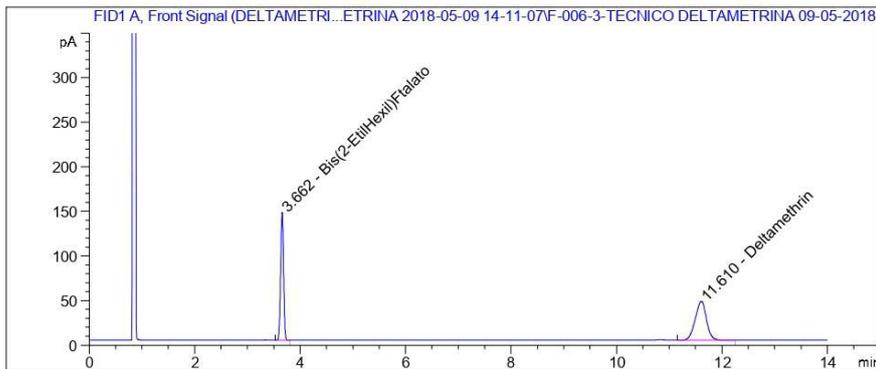
Variable	Resultado en:	
	Después de estabilidad a 0 °C	Después de estabilidad a 0 °C
Peso de muestra W_i	9.97	10.06
Peso placa Petri vacío W_0	51.91	50.26
Peso de muestra final W_f	0.77	0.76
Tamiz Húmedo (% retenido)	0.77	0.76

ANEXO I: Resultado de Deltametrina Technical 98%

Data File C:\Chem32\...RINA 2018-05-09 14-11-07\F-006-3-TECNICO DELTAMETRINA 09-05-2018 .D
 Sample Name: TECNICO DELTAMETRINA R-17-130

```

=====
Acq. Operator   : YURI MARTIN PAREJA ACUÑA      Seq. Line :    6
Acq. Instrument : GC SILVESTRE                  Location  :    3 (F)
Injection Date  : 09/05/2018 03:31:40 p.m.     Inj       :    1
                                           Inj Volume: 1 µl
Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2018-05-09 14-11-07\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 09/05/2018 02:58:21 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2018-05-09 14-11-07\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 09/05/2018 08:31:09 a.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : LOTE. R-17-130
                                           FF.FV: JUL-2017 / JUL-2019
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 09/05/2018 08:31:09 a.m.
Multiplier     : 5.000e3
Dilution       : 1.0000
Sample Amount  : 2.00000e-2 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.11000e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.662	BB	I	560.90973	1.00000	55.50000		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.610	BB	+	649.00079	1.53510	98.57853		Deltamethrin

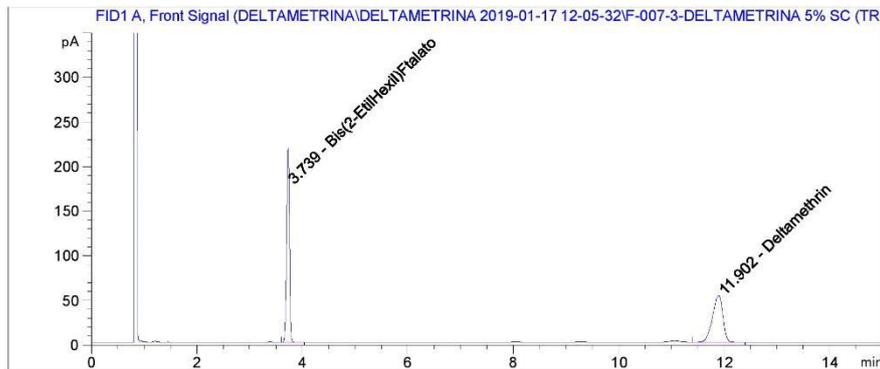
Totals without ISTD(s) : 98.57853

ANEXO K: Resultado tiempo real (día 1 / 17-01-2019) - duplicado

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2019-01-17 12-05-32\F-007-3-DELTAMETRINA 5% SC DE.D
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (TR2)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    7
Acq. Instrument : GC SILVESTRE                 Location  :    3 (F)
Injection Date  : 17/01/2019 01:48:46 p.m. Inj       :    2
                                           Inj Volume: 1 µl
Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-01-17 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 17/01/2019 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-01-17 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 17/01/2019 02:34:26 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : DELTAMETRINA 5% SC (TR2)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005 (DUP)
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By       : Signal
Calib. Data Modified : 77/01/2019 02:34:25 p.m.
Multiplier     : 232.6653
Dilution       : 1.0000
Sample Amount  : 4.34100e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.47260e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.739	BB	I	824.71918	1.00000	3.42623		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.902	BB	+	717.17072	1.66111	4.89917		Deltamethrin

Totals without ISTD(s) : 4.89917

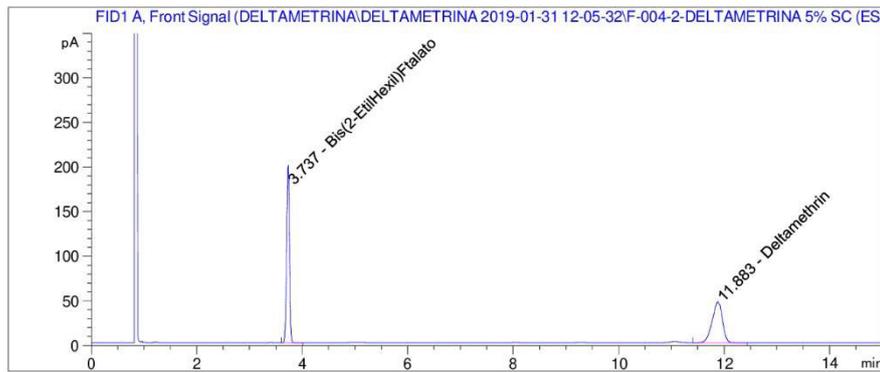
ANEXO L: Resultado estabilidad 14 días x 54 °C (31-01-2019)

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2019-01-31 12-05-32\F-004-2-DELTAMETRINA 5% SC TR.D
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (EST1)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    4
Acq. Instrument : GC SILVESTRE                Location  :    2 (F)
Injection Date  : 31/01/2019 12:58:27 p.m. Inj       :    1
                                           Inj Volume: 1 µl

Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-01-31 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 31/01/2019 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-01-31 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 31/01/2019 02:34:26 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : DELTAMETRINA 5% SC (EST1)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 31/01/2019 02:34:25 p.m.
Multiplier     : 233.5800
Dilution       : 1.0000
Sample Amount  : 4.32400e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.33330e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.737	BB	I	740.32867	1.00000	3.11432		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.883	BB	+	618.10095	1.66111	4.31914		Deltamethrin

Totals without ISTD(s) : 4.31914

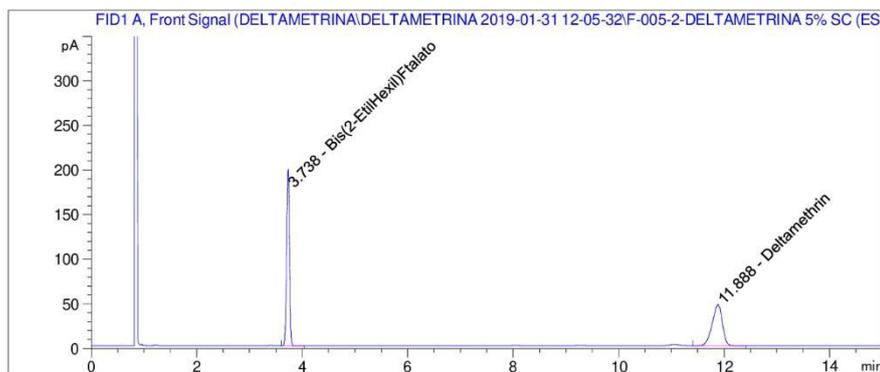
ANEXO M: Resultado estabilidad 14 días x 54 °C (31-01-2019) – duplicado

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2019-01-31 12-05-32\F-005-2-DELTAMETRINA 5% SC TR.D
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (EST2)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    5
Acq. Instrument : GC SILVESTRE                 Location  :    2 (F)
Injection Date  : 31/01/2019 01:15:15 p.m. Inj       :    2
                                           Inj Volume: 1 µl

Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-01-31 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 31/01/2019 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-01-31 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 31/01/2019 02:34:26 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : DELTAMETRINA 5% SC (EST2)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005 (DUP)
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By       : Signal
Calib. Data Modified : 31/01/2019 02:34:25 p.m.
Multiplier      : 233.5800
Dilution        : 1.0000
Sample Amount   : 4.32400e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.33330e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.738	BB	I	742.46417	1.00000	3.11432		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.888	BB	+	617.86902	1.66111	4.30510		Deltamethrin

Totals without ISTD(s) : 4.30510

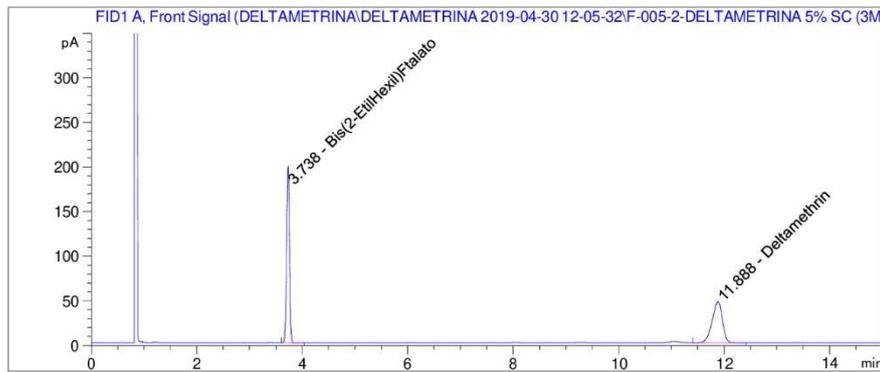
ANEXO N: Resultado tiempo real (3 meses / 30-04-2019)

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2019-04-30 12-05-32\F-005-2-DELTAMETRINA 5% SC TR.D
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (3MESES)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    5
Acq. Instrument : GC SILVESTRE                 Location  :    2 (F)
Injection Date  : 30/04/2019 01:15:15 p.m. Inj       :    2
                                           Inj Volume: 1 µl

Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-04-30 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 30/04/2019 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-04-30 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 30/04/2019 04:20:32 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : DELTAMETRINA 5% SC (3MESES)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By       : Signal
Calib. Data Modified : 30/04/2019 04:20:32 p.m.
Multiplier      : 233.5800
Dilution        : 1.0000
Sample Amount   : 4.32400e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.42000e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.738	BB	I	742.46417	1.00000	3.31684		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.888	BB	+	617.86902	1.66111	4.58505		Deltamethrin

Totals without ISTD(s) : 4.58505

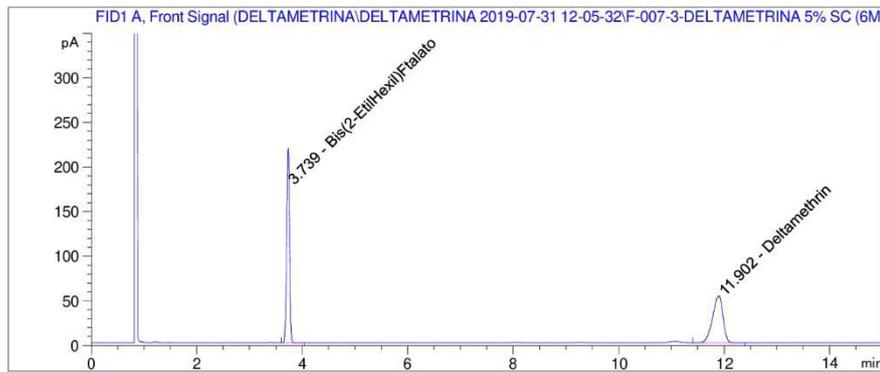
ANEXO O: Resultado tiempo real (6 meses / 31-07-2019)

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2019-07-31 12-05-32\F-007-3-DELTAMETRINA 5% SC
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (6MESES)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    7
Acq. Instrument : GC SILVESTRE              Location  :    3 (F)
Injection Date  : 31/07/2019 01:48:46 p.m. Inj       :    2
                                           Inj Volume: 1 µl

Acq. Method    : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-07-31 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed   : 31/07/2019 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2019-07-31 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed   : 31/07/2019 04:20:32 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info    : DELTAMETRINA 5% SC (6MESES)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 31/07/2019 04:20:32 p.m.
Multiplier    : 237.0000
Dilution      : 1.0000
Sample Amount  : 4.33000e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.33330e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.739	BB	I	824.71918	1.00000	3.15992		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.902	BB	+	717.17072	1.66111	4.56449		Deltamethrin

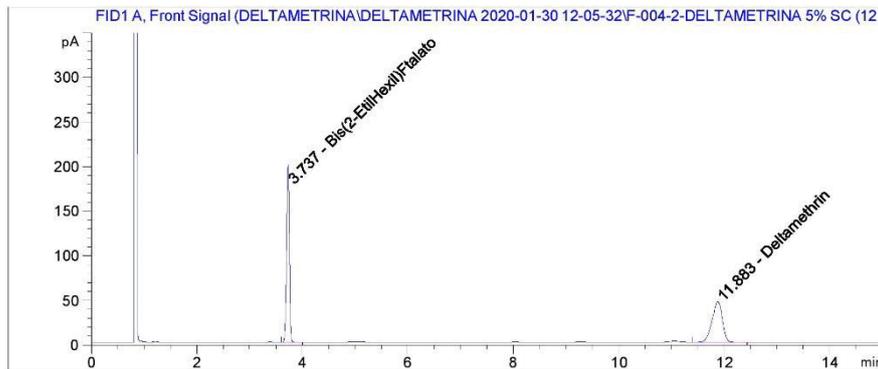
Totals without ISTD(s) : 4.56449

ANEXO P: Resultado tiempo real (12 meses / 30-01-2020)

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2020-01-30 12-05-32\F-004-2-DELTAMETRINA 5% SC
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (12MESES)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    4
Acq. Instrument : GC SILVESTRE                Location  :    2 (F)
Injection Date  : 30/01/2020 12:58:27 p.m. Inj       :    1
                                           Inj Volume: 1 µl
Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2020-01-30 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 30/01/2020 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2020-01-30 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 30/01/2020 04:20:32 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : DELTAMETRINA 5% (12MESES)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005
  
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 30/01/2020 04:20:32 p.m.
Multiplier     : 233.5800
Dilution       : 1.0000
Sample Amount  : 4.32400e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.40000e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
  
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.737	BB	I	740.32867	1.00000	3.27012		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.883	BB	+	618.10095	1.66111	4.53521		Deltamethrin

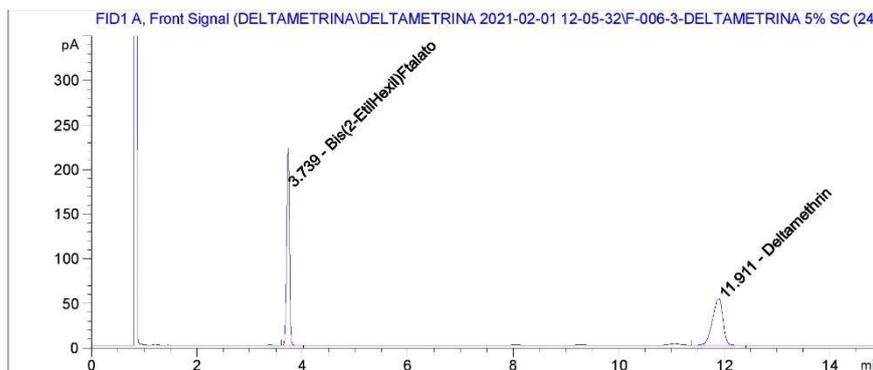
Totals without ISTD(s) : 4.53521

ANEXO Q: Resultado tiempo real (24 meses / 01-02-2021)

Data File C:\Chem32\...NA\DELTAMETRINA 2021-02-01 12-05-32\F-006-3-DELTAMETRINA 5% SC
 Sample Name: DELTAMETRINA 5% SC (24MESES)

```

=====
Acq. Operator   : ENRIQUE HUAMAN M           Seq. Line :    6
Acq. Instrument : GC SILVESTRE              Location  :    3 (F)
Injection Date  : 01/02/2021 01:32:01 p.m. Inj       :    1
                                           Inj Volume: 1 µl
Acq. Method     : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2021-02-01 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M
Last changed    : 01/02/2021 12:05:32 p.m. by ENRIQUE HUAMAN M
Analysis Method : C:\Chem32\1\Data\DELTAMETRINA\DELTAMETRINA 2021-02-01 12-05-32\DELTAMETRINA
                                           .M (Sequence Method)
Last changed    : 01/02/2021 04:20:32 p.m. by YURI MARTIN PAREJA ACUÑA
Sample Info     : DELTAMETRINA 5% SC (24MESES)
                                           LOTE:LAB-INS-YP-005
    
```



Internal Standard Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 01/02/2021 04:20:32 p.m.
Multiplier     : 233.5800
Dilution       : 1.0000
Sample Amount  : 4.32100e-1 [%] (not used in calc.)
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Sample ISTD Information:
ISTD ISTD Amount Name
# [%]
-----|-----|-----
1 1.33200e-2 Bis(2-EtilHexil)Ftalato
    
```

Signal 1: FID1 A, Front Signal

RetTime [min]	Type	ISTD used	Area [pA*s]	Amt/Area ratio	Amount [%]	Grp	Name
3.739	BB	I	823.26782	1.00000	3.11129		Bis(2-EtilHexil)Ftalato
11.911	BB	+	716.04346	1.66111	4.49508		Deltamethrin

Totals without ISTD(s) : 4.49508

ANEXO R: Hoja de procedimiento para producción en planta

		HOJA DE PROCEDIMIENTO DELTAMETRINA 5% SC		CODIGO: GS-FR-F-02 REVISION: 00 APROBADO: JP FECHA: 01-03-2019																																															
FECHA / HORA ENTREGA DE INSUMOS:		<input type="text"/>		TANQUE EMPLEADO:		<input type="text"/>																																													
FECHA/HORA DE INICIO:		<input type="text"/>		TOTAL HORAS HOMBRE:		<input type="text"/>																																													
FECHA / HORA DE FIN:		<input type="text"/>		TOTAL HORAS MAQUINA:		<input type="text"/>																																													
N° OP/Lote:		<input type="text"/>																																																	
<table border="1"> <thead> <tr> <th>CALCULO PARA</th> <th>1000.00</th> <th>L</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Compuesto</th> <th>Cantidad</th> <th></th> <th>LOTE/F.EXP</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>DELTAMETRINA TECH 98%</td> <td>51.00</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>DISPERSANTE A</td> <td>12.50</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>DISPERSANTE B</td> <td>12.50</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>CAOLIN</td> <td>150.00</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>GOMA XANTHAN</td> <td>4.00</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>PROPILENGLICOL</td> <td>58.00</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>FORMOL</td> <td>3.00</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>ANTIFOAM</td> <td>1.00</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> <tr> <td>AGUA PURIFICADA</td> <td>798.50</td> <td>kg</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		CALCULO PARA	1000.00	L		Compuesto	Cantidad		LOTE/F.EXP	DELTAMETRINA TECH 98%	51.00	kg		DISPERSANTE A	12.50	kg		DISPERSANTE B	12.50	kg		CAOLIN	150.00	kg		GOMA XANTHAN	4.00	kg		PROPILENGLICOL	58.00	kg		FORMOL	3.00	kg		ANTIFOAM	1.00	kg		AGUA PURIFICADA	798.50	kg							
CALCULO PARA	1000.00	L																																																	
Compuesto	Cantidad		LOTE/F.EXP																																																
DELTAMETRINA TECH 98%	51.00	kg																																																	
DISPERSANTE A	12.50	kg																																																	
DISPERSANTE B	12.50	kg																																																	
CAOLIN	150.00	kg																																																	
GOMA XANTHAN	4.00	kg																																																	
PROPILENGLICOL	58.00	kg																																																	
FORMOL	3.00	kg																																																	
ANTIFOAM	1.00	kg																																																	
AGUA PURIFICADA	798.50	kg																																																	
N°	ACTIVIDADES	Cant. (kg)	V°B°	HORA INICIO	HORA FIN																																														
1	Verificar la limpieza del area de trabajo y los pesos de todos los insumos para el inicio de la formulacion.																																																		
2	Agregar al tanque de acero el agua purificada indicada, dejando la diferencia para la posterior dilución del antifoam.	788.50																																																	
3	Luego encender el agitador del Tanque y agregar lentamente el Dispersante A. Retirar un poco de agua del tanque para enjuagar el recipiente donde haya venido el Dispersante A para extraer todo lo restante y agregarlo al tanque. Dejar en agitación hasta dilución completa																																																		
4	Realizar el mismo procedimiento anterior para agregar lentamente el Dispersante B y dejar en agitación hasta dilución completa.																																																		
5	Una vez que se observe que todo ha sido disuelto ir agregando poco a poco la Deltametrina Tech 98% hasta la humectación de todo el material técnico. Dejar en agitación por lo menos 30 minutos hasta lograr la humectación total y homogenea de la Deltametrina Tech.																																																		
6	En un recipiente aparte, disolver el ANTIFOAM en la cantidad de agua restante. Una vez disuelto, agregar al tanque y dejar en agitación.	10.00																																																	
7	Agregar luego el CAOLIN al tanque. Una vez se haya realizado la humectación total del Caolin mantener la agitación por unos 30 minutos.																																																		
8	Mientras se espera la humectación del Caolin Extender, en un recipiente aparte preparar la mezcla de PROPILENGLICOL - GOMA XANTHAN con agitación permanente para evitar la sedimentación del mismo. (Si fuese posible con un taladro manual)																																																		
9	Luego de pasado los 30 minutos agregar el FORMOL al Tanque.																																																		
10	Despues de pasado 5 minutos de agregado el Formol, agregar al tanque la mezcla de Propilenglicol-Goma Xanthan.																																																		
11	Dejar homogenizar la mezcla por unos 40 minutos.																																																		
12	Cumplido el tiempo y antes de la descarga, moler el producto con recirculación evitando el calentamiento del mismo.																																																		
13	Lavar y preparar los tanques IBC's, para realizar la descarga de granel del tanque mezclador.																																																		
14	Luego tomar una muestra para la evaluación fisicoquimicca y aprobación de laboratorio.																																																		
15	Pesar todo el granel obtenido y rotular los tanques IBC's.																																																		
16	Una vez finalizada la formulación lavar el reactor de mezclado, los materiales y recipientes utilizados.																																																		
OBSERVACIONES:																																																			
<table border="1"> <tr> <td>PESO ENVASE VACIO</td> <td></td> </tr> <tr> <td>DENSIDAD</td> <td></td> </tr> <tr> <td>PESO BRUTO</td> <td></td> </tr> <tr> <td>VOL. ENTREGADO</td> <td></td> </tr> </table>		PESO ENVASE VACIO		DENSIDAD		PESO BRUTO		VOL. ENTREGADO		NOMBRE DEL OPERARIO: _____ V°B° SUPERVISOR: _____ V°B° CONTROL DE CALIDAD: _____																																									
PESO ENVASE VACIO																																																			
DENSIDAD																																																			
PESO BRUTO																																																			
VOL. ENTREGADO																																																			