

MANUAL DE USUARIO

Requisitos para solicitar análisis en el Laboratorio de Control de Calidad de Plaguicidas de AGROCALIDAD

Las personas naturales o jurídicas que deseen registrar en AGROCALIDAD plaguicidas químicos de uso agrícola, deberán tener en cuenta los siguientes requerimientos para ingresar y entregar la muestra al laboratorio oficial:

1. INGRESO DEL MÉTODO ANALÍTICO

El método analítico debe contener las condiciones de operación para identificar y cuantificar el ingrediente activo del plaguicida en el producto formulado a registrar. Debe ser el mismo que utilizó para el análisis de control de calidad el laboratorio del fabricante o del formulador.

El método analítico debe contener mínimamente lo siguiente:

Métodos Cromatográficos

a) HPLC

1. Título del método.
2. Identificación/ código del método
3. Alcance de aplicación para el producto
4. Principio, introducción del método
5. Autores/laboratorio desarrollante
6. Año/firmas, de desarrollo, revisión, aprobación.
7. Reactivos /Químicos y materiales a utilizarse
8. Equipos, columna (dimensiones) y aparatos con sus respectivas marcas y modelos, software, etc.
9. Datos de rango lineal, áreas vs concentración (parte de desarrollo del método)
10. Preparación de fase móvil; reactivos, soluciones, etc.
11. Preparación de la solución de estándar para calibración.
12. Preparación de la muestra
13. Condiciones Cromatográficas: Gradiente, flujo, volumen de inyección, longitud de onda, temperatura, tiempo de retención, Tiempo total de corrida, secuencias de inyección.
14. Cromatograma/s de la solución del estándar (Aplicación del método), emitido por el software utilizado, que demuestre la vigencia del método.
15. Cromatograma/s de la muestra. Emitido por el software utilizado que demuestre la vigencia del método.

b) Cromatografía de Gases

1. Título del método.
2. Identificación/ código del método
3. Alcance de aplicación para el producto
4. Principio, introducción del método
5. Autores/laboratorio desarrollante
6. Año/firmas, de desarrollo, revisión, aprobación.
7. Reactivos /Químicos y materiales a utilizarse
8. Equipos, columna y aparatos con sus respectivas marcas y modelos, software, etc.
9. Datos de rango lineal, áreas vs concentración (parte de desarrollo del método)
10. Preparación de la solución de estándar para calibración.
11. Preparación de la muestra.
12. Condiciones Cromatográficas: volumen de inyección, Temperaturas de Inyección, Horno, Detector. Tiempos de retención, Tiempo total de corrida, secuencias de inyección
13. Cromatograma/s de la solución del estándar (Aplicación del método), emitido por el software utilizado, que demuestre la vigencia del método.
14. Cromatograma/s de la muestra. Emitido por el software utilizado, que demuestre la vigencia del método.

c) Métodos Espectrofotométricos

1. Identificación, código y Título del método.
2. Alcance de aplicación para el producto
3. Principio, introducción del método
4. Autores/laboratorio desarrollante
5. Año/firmas de desarrollo, revisión, aprobación.
6. Reactivos /Químicos y materiales a utilizarse
7. Equipos y aparatos
8. Preparación de las soluciones de Calibración
9. Preparación de la muestra
10. Presentar los datos de linealidad (lecturas obtenidas, curva de calibración)
11. Datos experimentales utilizados y obtenidos de la aplicación del método.
12. Cálculos y resultados obtenidos al analizar la muestra (detalle de factores utilizados: dilución, constante etc.), utilizando los datos experimentales.

d) Métodos volumétricos/Titulación

1. Identificación, código y Título del método.
2. Alcance de aplicación para el producto
3. Principio, introducción del método

4. Autores/laboratorio desarrollante
5. Año/firmas de desarrollo, revisión, aprobación.
6. Reactivos /Químicos y materiales a utilizarse
7. Equipos y aparatos
8. Preparación de la muestra
9. Datos experimentales utilizados en punto anterior y los obtenidos de la aplicación del método.
10. Cálculos y resultados obtenidos al analizar la muestra (detalle de factores utilizados: dilución, constante etc.), aplicando los datos experimentales.

Acompañando al método, debe venir la siguiente información:

Fórmula molecular

Fórmula estructural (estereoquímica de los isómeros, si los hay)

Peso molecular relativo del ingrediente activo primario y de la sal o compuesto que forma en el producto formulado.

Clasificación de la peligrosidad según el Programa de Seguridad Química (PCS) de la OMS.

2. INGRESO DE MUESTRA

Envases y Cantidad de Muestra

- Para una adecuada manipulación y conservación de la muestra en el laboratorio, se sugiere que la misma ingrese en envase, de PEPA (Copolimero de bloque poliéter-poliámida), con termosellado y tapa con sello de seguridad, en una cantidad mínima de 100 mililitros o 30 gramos (para sólidos); para el caso de rodenticidas, mínimo 100 gramos. Si se observa coloración del plaguicida formulado en el material del envase, es un signo de que dicho material no es el adecuado. Para las muestras en el proceso de registro, no se aceptarán envases de plástico casero de tapas de enroscado manual.
- Si la muestra es un spray, se deberán entregar mínimo dos envases.
- Las bolsas de aluminio no permiten un adecuado sellado después de abierto el envase, por lo que es requerido en envase con tapa rosca y termosellado.
- En el caso de otra presentación, consultar al personal del laboratorio para definir la cantidad de muestra.

Identificación de la muestra

El envase debe contener la siguiente información:

- Nombre comercial.
- Ingrediente/s Activo/s (I.A.)
Según (IUPAC - CA).
- Concentración del I.A. (en porcentaje %, g/l, g/Kg.)
Si el ingrediente activo a declarar forma alguna sal, debe declararse las dos formas, la básica (ingrediente activo primario) y la de la sal.
En el caso de muestras líquidas se debe declarar tanto en unidades de peso/peso como en peso/volumen.

- Tipo de formulación (DP, DS, GR, DT, WP, etc.)
- Fecha de formulación.
- Fecha de caducidad.
- Número de lote.
- Nombre de empresa fabricante y país de origen de la materia prima (TC o TK).
- Nombre de empresa formuladora y país de origen del formulador.
- Nombre de la empresa que será titular de registro en Ecuador.

Se debe adjuntar el CERTIFICADO DE ANÁLISIS de la empresa Formuladora, emitido por el laboratorio de control de calidad del mismo, acorde al punto 5.10.2 de la norma ISO/IEC 17025:2005, donde debe constar el contenido de ingrediente activo, con rango mínimo-máximo (especificación).

La muestra debe tener un tiempo de caducidad restante de al menos 3 meses

Precauciones

Para el transporte al laboratorio:

- Tener cuidado si existen fugas sólidas o líquidas; existen líquidos que producen gran cantidad de vapores, estos ejercen presión interna en los envases y pueden inclusive explotar.
- Durante su almacenamiento y transporte evitar temperaturas, luz y movimientos excesivos.
- Empacar la muestra dentro de un cartón o cualquier otro recipiente de modo que permanezca parada firmemente, sellar la caja e indicar con flechas o palabras: "¡CUIDADO, MANTENER ESTE LADO HACIA ARRIBA!"

La muestra puede ser ingresada con el inicio de las pruebas de eficacia.

Estándar Analítico

El cliente deberá entregar al Laboratorio el estándar analítico, con empaque y etiquetado de fábrica. (No materia prima, ni etiquetado de elaboración casera).

- a) Cantidad: mínimo 0.2 g o lo requerido y/o especificado en el método proporcionado.
- b) El etiquetado de fábrica, con la siguiente información:
 - Nombre del Ingrediente Activo.
 - Pureza.
 - Lote.
 - Cantidad
 - Fecha de fabricación.
 - Fecha de caducidad.

- Condiciones de almacenamiento.
- Certificado de Análisis de la casa fabricante/sintetizadora o certificadora.

c) La fecha de caducidad, del estándar no debe ser menor a 3 meses.

Nota: El estándar analítico, posee toda la información solicitada, por lo que no es necesario trasvasar, etiquetar, ni escribir nada en los envases y empaques del estándar analítico.

Según CIPAC, FAO y la OMS, para los laboratorios Nacionales de Control de calidad de plaguicidas, los estándares analíticos son particularmente importantes y sólo se deben utilizar estándares analíticos certificados como tales. Estos deben proceder de fabricantes reconocidos por organismos nacionales e internacionales de normalización o proveedores de materiales de referencia (fabricantes bajo Guía ISO 34). Por ejemplo entre otros fabricantes o certificadores de estándares secundarios, bajo norma Guía ISO 34 son: LGC Standards (Dr. Ehrenstorfer), Sigma Alchich, Supelco, Chemservice, Sino Standards.

Estándar Interno (para cromatografía de gases) usado en el análisis del producto formulado, puede ser p.a. (grado para análisis o grado reactivo). Consultar con el laboratorio, si dispone del estándar interno, requerido en el método analítico a proporcionarse.

Densidad.

Para líquidos debe suministrarse el dato de densidad en certificado o informe de análisis (acorde al punto 5.10.2 de la norma ISO/IEC 17025:2005) emitido por el laboratorio de control de calidad del fabricante o formulador y debe corresponder específicamente al lote de la muestra suministrada para ingresar al laboratorio.

Comprobante de pago original, de acuerdo a lo establecido en el tarifario vigente de AGROCALIDAD.

El tiempo estimado para la entrega de resultados es de 30 días laborables.

Devolución de muestras

Los informes serán entregados en el área de facturación y recepción de muestras, con la constancia de devolución de la muestra, para aquellas que estén dentro de especificaciones.

POSREGISTRO

La provincia que toma la muestra debe suministrar lo siguiente:

- La muestra comercial, acorde al cronograma establecido por las Coordinaciones Generales de Insumos Agropecuarios y Laboratorio.
- Solicitud de análisis firmada por la autoridad provincial.
- Orden de trabajo del laboratorio, firmada por la autoridad provincial.
- Acta de muestreo.

Así como para la solicitud de toma de muestras en las coordinaciones provinciales, la Dirección de Registro de Insumos Agrícolas, debe dar cumplimiento al artículo vigente para el retiro de la muestra en los días hábiles. Posterior a la recepción del informe satisfactorio, el titular de registro o su representante debe acercarse a retirar el sobrante de la muestra analizada.

El tiempo estimado para la entrega de resultados es de 30 días laborables.

- **Comprobante de pago original**, de acuerdo a lo establecido en el tarifario vigente de AGROCALIDAD.