 AGROCALIDAD AGENCIA DE REGULACIÓN Y CONTROL FITO Y ZOOSANITARIO	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 1 de 9




LABORATORIO DE CALIDAD DE FERTILIZANTES

INSTRUCTIVO INT/F/09

MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO


Rev. 6

ELABORADO	REVISADO	REVISADO	APROBADO
Ivanna Melissa Rea Naranjo Analista de Fertilizantes 3 (Responsable Técnica del Laboratorio de Fertilizantes) C.I: 1717214983	Alicia Fernanda Maya Delgado Directora Diagnóstico de Inocuidad de los Alimentos y Control de Insumos Agropecuarios C.I: 1719372672	Daisy Liliana Sánchez Ascanta Analista de Calidad C.I: 1722539721	Alicia Fernanda Maya Delgado Directora Diagnóstico de Inocuidad de los Alimentos y Control de Insumos Agropecuarios C.I: 1719372672
Fecha: 12/12/2024			

	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 2 de 9


HISTÓRICO DE MODIFICACIONES

REV. N°	PASA A REV. N°	FECHA	HOJA/S	CONTENIDO MODIFICADO
0	1	06/06/2014		Instructivo nuevo
1	2	16/06/2015	4 7	3.2. Documentos y Registros a utilizar conjuntamente con el instructivo 6. Anexos
2	3	26/4/2016	1 2 5 6	Portada Histórico de modificaciones 4.1. Definiciones 5.2.3 Muestra sólida orgánica
3	4	08/01/2018	Todas 1 2	Cambio de logotipo institucional Portada Histórico de modificaciones
4	5	02/08/2023	8	ANEXO I: Requisitos para recepción de muestras de Laboratorio de Calidad de Fertilizantes
5	6	12/12/2024	4 4 5 7	3.1. Documentos utilizados en la elaboración 4.1. Definiciones 5.1 Recepción e identificación de la muestra 6. Anexos

 AGROCALIDAD <small>AGENCIA DE REGULACIÓN Y CONTROL FITO Y ZOOSANITARIO</small>	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 3 de 9

ÍNDICE

1. OBJETO		4
2. ALCANCE		4
3. REFERENCIAS		4
3.1. Documentos utilizados en la elaboración		4
3.2. Documentos y Registros a utilizar conjuntamente con el INT		4
4. GENERAL		4
4.1. Definiciones		4
4.2. Abreviaturas		5
5. DESCRIPCIÓN		5
5.1. Recepción e identificación de la muestra		5
5.2. Preparación de la muestra		5
5.3. Almacenamiento y Disposición Final de Muestras		6
6. ANEXOS		6

	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 4 de 9

1. OBJETO

El objeto del presente instructivo es describir las medidas empleadas por el Laboratorio de Calidad de Fertilizantes para la recepción, transporte, identificación, manipulación, protección, almacenamiento y finalización del ensayo, a fin de proteger la integridad del objeto a ensayar.

2. ALCANCE

Este instructivo es de aplicación para todos los objetos de ensayo, mientras estén bajo responsabilidad del Laboratorio de Calidad de Fertilizantes.

3. REFERENCIAS

Se utiliza la versión vigente de los siguientes documentos:

3.1. Documentos utilizados en la elaboración

- PGC/LA/01 Procedimiento General de Gestión de Documentos
- MGC/F/01 Manual de Calidad
- INT/F/08 Instructivo de Uso y Manipulación del Molino
- DOCE/F/02 AOAC Edition. Official Methods of Analysis. Method 950.01-1950. Water total in fertilizer
- DOCE/F/27 NTE INEN 209. Fertilizantes o abonos definiciones
- PGT/LA/06 Procedimiento General Técnico de Recepción, Ingreso y Entrega de muestras.


3.2. Documentos y Registros a utilizar conjuntamente con el INT

- Histórico de modificaciones
- BASE DE DATOS E INDICADORES ISO 9001 LABORATORIO DE FERTILIZANTES
- INT/F/01-FO01 Registro de Control de Temperatura y Humedad Relativa
- INT/F/09-FO02 Registro de Almacenamiento Temporal de Muestras
- INT/F/09-FO03 Registro de Control de tiempo de secado de muestras húmedas
- INT/F/09-FO04 Registro de Análisis de Resultados de Fertilizantes

4. GENERAL

4.1. Definiciones

- * **Muestra:** Objeto de ensayo entregado por el cliente para su análisis.
- * **Fertilizante:** Cualquier sustancia o mezcla de sustancias conteniendo uno o más de los elementos esenciales para la nutrición de las plantas que aplicadas al suelo o a la planta, suministra uno o más de los elementos químicos que requieren los vegetales
- * **Fertilizante sólido:** Es un producto que se presenta en forma de polvo, granular o cristalina.

	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 5 de 9

- * **Fertilizante líquido:** Es un producto que se presenta como solución o suspensión.
- * **Contra-muestra:** Parte de la muestra entregada por el cliente y almacenada por determinado tiempo, sin que se alteren sus condiciones físico-químicas, que permitan repetir el ensayo, en caso de controversias.
- * **Turbas:** Material orgánico, de color pardo oscuro y rico en carbono. Está formado por una masa esponjosa y ligera en la que aún se aprecian los componentes vegetales que la originaron. Se emplea como combustible y en la obtención de abonos orgánicos.
- * **Tamices:** Utensilio que se usa para separar las partes finas de las gruesas de algunas cosas y que está formado por una tela metálica o rejilla tupida que está sujeta a un aro.
- * **Molino centrífugo:** Es un artefacto o máquina potente y versátil que se emplea para la molienda fina y ultrarrápida de materiales blandos a semiduros y fibrosos que garantiza la homogeneidad adecuada de las muestras para el análisis.
- * **Ítems de ensayo:** muestra a ser procesada que tienen características propias.
- * **Muestra homogénea:** muestra en la cual la composición es la misma en toda la muestra
- * **Muestra heterogénea:** muestra que contiene dos o más sustancias combinadas, la cual varía de un punto a otro
- * **LIMS:** Sistema de Gestión de la Información de Laboratorios.

4.2. Abreviaturas

- RT: Responsable Técnico
A: Analista
RE: Recepcionista
NA: No aplica
PEE: Procedimiento específico de ensayo.

5. DESCRIPCIÓN


5.1 Recepción e identificación de la muestra

Para la recepción e identificación de muestras para análisis en el laboratorio, se procederá de acuerdo a lo establecido en PGT/LA/06 Procedimiento General Técnico de Recepción, Ingreso y Entrega de muestras.

- Se registra la muestra aceptada por el laboratorio en la BASE DE DATOS E INDICADORES ISO 9001 LABORATORIO DE CALIDAD DE FERTILIZANTES.
- Una vez realizado el ingreso se genera el formato INT/F/09-FO04 Registro de Resultados de Análisis de Fertilizantes, donde se ingresarán todos los resultados obtenidos de la muestra.
- La muestra debe ser almacenada bajo condiciones ambientales, a no ser que en la etiqueta del producto especifique condiciones especiales, las cuales deberán ser tomadas en cuenta.

5.2. Preparación de la muestra

Antes de iniciar los análisis se debe considerar la necesidad de tratamiento de la muestra según sus características:

	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 6 de 9

5.2.1 Muestras homogéneas en polvo o granulado fino

Se manipulan directamente sin preparación previa, cuidado únicamente de mezclarlo con la espátula antes de su uso.

5.2.2 Muestras heterogéneas, granulares, cristalinas

- Mezclar toda la muestra y proceder a moler aproximadamente tres cuartas partes de la muestra en el molino centrífugo hasta que el producto pase a través de un tamiz de 0,5mm.
- En caso de muestras amoniacales utilizar el tamiz con expansor para evitar el sobrecalentamiento.
- Colocar en un recipiente con cierre hermético (funda plástica bien cerrada o funda ziploc) e identificar con el código de la muestra.

5.2.3 Muestra sólida orgánica

- Mezclar toda la muestra, tomar aproximadamente 200 gramos de la muestra y secarla en la estufa entre 95 °C – 105 °C durante cinco horas. Registrar en INT/F/09-FO03.
- Transcurrido este tiempo se deja enfriar la muestra y se procede como una muestra heterogénea.

5.2.4 Muestra líquida

- Homogenizar perfectamente el producto, invirtiendo varias veces el recipiente que lo contiene. Deben conservarse en frascos tapados herméticamente.

5.3. Almacenamiento y Disposición Final de Muestras

- Para evitar el deterioro, pérdida o daño de los ítems de ensayo ingresados al Laboratorio de Calidad de Fertilizantes, se mantendrán los mismos bajo condiciones ambientales en el Área de Almacenamiento de muestras del laboratorio, garantizando que las mismas no se encuentran expuestas a contaminación, mezclas involuntarias o destrucción. Se mantiene un registro de las condiciones ambientales en el formato INT/F/01-FO01.
- Las muestras luego de ser procesadas son ingresadas al almacenamiento temporal por un período de aproximadamente dos meses, con el fin de ser usadas en el caso de requerirse la repetición de ensayos por solicitud del cliente o por aseguramiento de la calidad del laboratorio (uso de muestras ciegas). El tiempo de almacenamiento será registrado en el formato INT/F/09-FO02. Una vez cumplido este tiempo, las muestras serán desechadas o devueltas al cliente, en caso de que este lo requiera.
- En el caso que el cliente requiera la devolución de una contra-muestra dentro del periodo de almacenamiento temporal se lo realizará previa solicitud del cliente.

6. ANEXOS

ANEXO I: Requisitos para recepción de muestras de Laboratorio de Calidad de Fertilizantes



INSTRUCTIVO
“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”


INT/F/09

Rev. 6

Hoja 1 de 9

Proceso	Cantidad de muestra	Tipo de envase	Documentación / Información	Preservación / Estado de la muestra	Información Adicional
Cliente Externo Registro y Control Interno	<p>Muestras sólidas: mínimo 250 g</p> <p>Muestras líquidas: mínimo 250 ml o envases comerciales del producto en el caso de fertilizantes químicos inorgánicos.</p> <p>Fertilizantes orgánicos, abonos o enmiendas de suelos: muestras sólidas mínimo 500 g y máximo 1 kg y en muestras líquidas mínimo 500 ml y máximo 1 L</p> <p>Se deberán tomar las consideraciones necesarias descritas en la Norma INEN vigente para MUESTREO.</p>	<p>Preferencia envase original.</p> <p>Muestras solidas: Frasco plástico boca ancha o funda plástica resistente y bien cerrada.</p> <p>Muestras liquidas y semilíquidas: frasco plástico resistente herméticamente cerrado.</p> <p>Los envases deben estar bien rotulados y con información completa.</p>	<p>Registro: Entregar junto con la muestra la Ficha técnica del producto para emisión de informes con criterio de aceptación y/o rechazo bajo las tolerancias de la normativa 211 y Manual de la Resolución para registro (emitido por la autoridad) vigentes. La ficha técnica debe contener información completa: Nombre del producto, formulador, país de origen, concentración de los componentes (un solo valor, NO RANGOS), N° de lote, tipo de producto (Orgánico o Inorgánico), etc. Fuentes o compuestos que usa para sus formulaciones y/o certificado de análisis del productor o formulador. Y debe registrar toda la información solicitada en el sistema LIMS para análisis de productos fertilizantes y afines.</p> <p>Control Interno: No se requiere ficha técnica</p>	<p>El cliente debe indicar en la ficha técnica o etiqueta las condiciones de almacenamiento del producto.</p>	<p>En el caso de ser un producto líquido y las unidades sean expresadas en: %p/v; g/L; g/mL; mg/L, y otras unidades de volumen, se debe registrar en el sistema LIMS, el valor de densidad del producto.</p>

<p>- Cliente Interno y Control Post Registro</p>	<p>Muestras sólidas: mínimo 250 g Muestras líquidas: mínimo 250 ml o envases comerciales del producto en el caso de fertilizantes químicos inorgánicos. Fertilizantes orgánicos, abonos o enmiendas de suelos: muestras sólidas mínimo 500 g y máximo 1 kg y en muestras líquidas mínimo 500ml y máximo 1L. Se deberán tomar las consideraciones necesarias descritas en la Norma INEN vigente para MUESTREO.</p>	<p>El producto debe estar en su envase original, o en una funda ziploc sellada y etiquetada y deben ingresar en las bolsas pertinentes de toma de muestra y/o el sello de seguridad respectivo.</p>	<p>Los documentos habilitantes para el ingreso de la muestra son:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Acta de toma de muestra. - Orden de trabajo, vigente, generada mediante sistema LIMS - Solicitud (Quipux) dirigida a la Coordinación General de Laboratorios de la Agencia de Regulación y Control Fito y Zoosanitario para el análisis correspondiente. 	<p>El personal del laboratorio de calidad de fertilizantes verificará el estado de la muestra, contra-muestra y segunda muestra (cuando aplique).</p>	<p>*En caso de presentarse anomalías, falta de pago, y documentación incompleta se comunicará mediante sistema LIMS, o de ser el caso, el mismo sistema eliminará la orden de trabajo de acuerdo al tiempo de permanencia de la orden en el sistema.</p>
<p>Informe Técnico de Validación de Resultados</p>	<p>NA</p>	<p>NA</p>	<p>Aplica para parámetros que el Laboratorio de la Agencia y Laboratorios habilitados de la Red, NO tienen capacidad analítica para su análisis y en el caso de no contar con laboratorios acreditados bajo la norma ISO 17025 para los parámetros sujetos a control.</p> <p>Para solicitar validación de resultados de análisis de laboratorios externos (nacional e internacional) que no posean acreditación 17025, se deberá ingresar la siguiente documentación:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Solicitud de validación de resultados, vía Quipux, dirigida a la Coordinación General de Laboratorio de la Agencia. • Ficha técnica del producto, declarando un solo valor de concentración (no rangos) en base al estado físico del producto, con 	<p>NA</p>	<p>El único laboratorio encargado de realizar validación de resultados es el laboratorio de la Agencia de Regulación y Control Fito y Zoosanitario (Laboratorio de Calidad de Fertilizantes-AGROCALIDAD). En el caso de requerir</p>

	INSTRUCTIVO	INT/F/09
	“MANEJO DE LA MUESTRA E ÍTEMS DE ENSAYO”	Rev. 6
		Hoja 3 de 9

			<p>las debidas unidades de concentración.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Certificado de análisis: con los valores absolutos (no en rangos) en sus respectivas unidades en base al estado físico del producto, donde se refleje la composición y concentración de los elementos que conforman el producto, con las debidas unidades de concentración; emitido por un laboratorio. • Descripción del método analítico por cada parámetro a validarse. • Se adjuntará a lo antes mencionado, la información del aseguramiento de calidad que realice el laboratorio que emite los resultados, que puede ser al menos uno: datos primarios, informes, resultados, validaciones del método, calificación del equipo utilizado, corridas de material de referencia, participación en pruebas inter- laboratorios, curvas de calibración, gráficas de control, etc.; por cada parámetro a validarse. <p>En el caso que los resultados de análisis provengan de un laboratorio que cuenten con acreditación ISO/IEC 17025 (vigente), pero que los parámetros que requieren validarse no estén dentro del alcance de acreditación; el laboratorio verificará si el alcance de acreditación es afín en metodología, matriz, equipo de medición y/o método de análisis. Por lo que es necesario se adjunte el certificado de acreditación y el alcance que posee el laboratorio externo que emite los resultados.</p>		<p>información adicional, la Coordinación General de Laboratorios se comunicará directamente con el usuario</p>
--	--	--	---	--	---

* Cuando no exista capacidad analítica para el control post registro en el laboratorio de la Agencia, ni en los laboratorios pertenecientes a la red de laboratorios de la Agencia, se podrá seleccionar un laboratorio externo que cumpla con los requerimientos técnicos establecidos por la Agencia. De ser el caso se designará a un técnico de la Agencia para que testifique el análisis del parámetro sujeto a control post registro.

Nota: Cada componente debe tener el contenido y las respectivas unidades, mismas que deben ser específicas y no generales, por ejemplo:

Nitrógeno total = 10% **INCORRECTO**

Nitrógeno total = 10% p/p **CORRECTO**