



INSTRUCTIVO TÉCNICO PARA EL DIAGNÓSTICO DE RESIDUOS EN PRODUCTOS PECUARIOS

Tabla de Contenidos

<u>Contenido</u>	<u>Página</u>
1 OBJETIVOS Y ALCANCE	1
2 REFERENCIAS Y DOCUMENTOS RELACIONADOS.....	2
3 DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.....	2
4 REQUISITOS	2
4.1 Requisitos de infraestructura, equipos, materiales y reactivos.....	2
4.2 Requisitos de personal	3
4.3 Requisitos Específicos.....	3
4.4 Medios de verificación de requisitos.....	4
5 ANÁLISIS/ENSAYO	5
5.1 Captación y envío de la muestra.....	5
5.2 Recepción y manejo de la muestra/contramuestra.....	5
5.3 Metodología.	7
5.4 Cálculo y Expresión de Resultados.....	8
6 REGISTRO Y ENVÍO DE LOS RESULTADOS.....	8
7 ANEXOS.....	9
7.1 Analisis requeridos en el marco del Programa de control de residuos en productos pecuarios.....	9
7.2 Lista de personal del laboratorio vinculado al análisis.	12

1 OBJETIVOS Y ALCANCE

El objetivo de este instructivo es dar a conocer los requisitos específicos para la acreditación de laboratorios por parte del Servicio Agrícola y Ganadero, en la realización del diagnóstico de residuos en productos de origen pecuario en el marco del "Programa oficial de control de Residuos" que anualmente implementa el Servicio Agrícola y Ganadero.



Del mismo modo, en este documento se estipulan las condiciones y directrices técnicas que deben cumplir los laboratorios que obtengan la acreditación.

La acreditación que otorga el Servicio es para los diagnósticos establecidos en el marco del Programa Nacional de Control de Residuos en Productos Pecuarios de Exportación, donde están establecidas las matrices, los analitos a detectar y los límites de detección para cada uno de ellos. Es por esto que el universo de muestras a analizar estará en función del plan anual de control de residuos definido por la División De Protección Pecuaria de este Servicio.

La Acreditación se entregará de manera específica por analito/matriz.

2 REFERENCIAS Y DOCUMENTOS RELACIONADOS

Los procedimientos analíticos requeridos para el proceso de acreditación, se basan en los siguientes documentos:

- Directiva del Diario Oficial de las Comunidades Europeas 2002/ 657/CE.
- Guía para la validación de métodos de ensayo - principios y conceptos generales. NCh 2446 of.1999.
- Directrices para la aplicación de NCh – ISO 17025 en los laboratorios que realizan ensayos y análisis químicos. NCh 2715 of 2002.
- Criterios generales concernientes al funcionamiento de los laboratorios de ensayo. NCh 2401 Of. 93.

3 DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

LMR	Límite máximo de residuos
HPLC	High Performance Liquid Chromatography (Cromatografía Líquida Del Alto Rendimiento)
INN	Instituto Nacional de Normalización.
NCh	Norma Chilena.
ISO	International Organization for Standardization (Organización Internacional para la Estandarización.
SAG	o Servicio Agrícola y Ganadero
Servicio	

4 REQUISITOS

4.1 Requisitos de infraestructura, equipos, materiales y reactivos.

Requisitos infraestructura

Las áreas deben ser diseñadas de modo que no se produzcan interferencias entre las distintas tareas, y no haya posibilidad de contaminación cruzada.

El laboratorio debe contar con áreas separadas para: recepción de muestras, procesamiento de muestras (preparado y extracción), lectura instrumental, lavado, administración, ropería y comedor.



Los materiales de construcción deben ser inertes a los reactivos y solventes, de fácil limpieza, y sin grietas donde se pueden acumular residuos u otros productos químicos.

El laboratorio debe contar con un sistema seguro y adecuado de instalaciones de electricidad, aguas y gas. Debe contar con suficientes tomas de corriente eléctrica para asegurar el correcto funcionamiento de los equipos.

Cuando las condiciones de análisis lo requieran, se debe trabajar bajo condiciones de temperatura y humedad controladas.

Requisitos Equipamiento

El laboratorio debe disponer de los equipos requeridos de acuerdo al tipo de análisis al que postula la acreditación.

Requisitos materiales y reactivos

El material según se requiera debe ser certificado y mantenido de acuerdo a las exigencias de uso, para lo cual debe existir un procedimiento escrito de conservación, manejo, uso y lavado del material.

Los estándares para análisis de residuos deben estar certificados y mantenidos según las condiciones exigidas para cada caso. Se debe mantener un registro de uso y existencia de estándares, información que debe estar en un libro foliado.

El registro de estándares, debe incluir como mínimo: origen, estado de agregación, lote, pureza, fecha de recepción, fecha de vencimiento y condiciones de almacenamiento.

El procedimiento de preparación de soluciones estándares debe estar escrito y registrado, los datos mínimos de las etiquetas de las soluciones debe incluir: nombre del componente / solvente, fechas de preparación y expiración, concentración, responsable de la preparación y condiciones de almacenamiento.

Para otros reactivos y solventes, estos tienen que ser grado p.a, HPLC, o el adecuado según su uso.

4.2 Requisitos de personal

- i) Según lo dispuesto en el numeral 4.2 del Reglamento Específico para la acreditación de laboratorios de análisis / ensayo, el Laboratorio debe contar un responsable técnico, quien será la contraparte del SAG, en temas técnicos asociados a su actividad como laboratorio acreditado. Este responsable técnico para efectos de la acreditación en diagnósticos de residuos en productos de origen pecuario, debe ser de profesión Químico, Bioquímico o similar, con experiencia en análisis instrumental.
- ii) El laboratorio debe contar con analistas que tengan una formación idónea a la actividad o función a desempeñar, con competencia demostrable mediante certificados de estudios, cursos u otros.

4.3 Requisitos Específicos.

- i) Cada una de las técnicas que se postulen para la acreditación ante el SAG, deben estar:
 - a) Validadas mediante procedimientos basados en los criterios establecidos en la Directiva 2002/657 CE.
 - b) Acreditadas o en proceso de acreditación ante el INN bajo la Norma ISO 17025.

Sin perjuicio de lo anterior, para aquellos casos en que una técnica no se encuentre acreditada ante el INN según ISO 17025 al momento de postular, ésta será aprobada por el Servicio siempre y cuando cumpla con la validación descrita en punto a) y sea presentada ante el INN dentro de los 6 meses siguientes a la fecha de la Resolución de acreditación del laboratorio. Esta obligación quedará estipulada en el convenio de acreditación respectivo.



Es requisito para mantenerse como laboratorio acreditado, el obtener y conservar la calidad de laboratorio acreditado ante el INN para ISO 17025, para cada una de las técnicas que tenga acreditadas ante el SAG.

- ii) Los límites de detección máximo para cada técnica deben corresponder a los requeridos por el programa de control de residuos que se encuentre vigente, los cuales se entregan en las tablas del Capítulo 7 de este documento.

4.4 Medios de verificación de requisitos.

De acuerdo al punto 6.1 del Reglamento específico para la acreditación de laboratorios de análisis/ensayos, los interesados en acreditarse para diagnóstico de residuos en productos pecuarios, deben presentar junto a su **solicitud de acreditación** lo siguiente:

- i) El formulario anexo de residuos, debidamente llenado y firmado por el postulante o representante legal si se trata de personas jurídicas.
- ii) Un dossier, con los antecedentes generales del laboratorio que se solicitan en dicho reglamento.
- iii) Un dossier para verificar el cumplimiento de los requisitos establecidos en el Capítulo N° 4 de este Instructivo técnico, el que debe incluir:
 - Copia simple del plano del laboratorio, donde se identifiquen las áreas del laboratorio y los accesos.
 - Organigrama de personal.
 - Lista de personal vinculados a el o los análisis a los que postula, indicando nombre completo, número de cédula de identidad y firma y estipulando las funciones de cada uno de ellos. Este listado debe incluir a los encargados de la operación de equipos analíticos mayores (cromatógrafos, espectrofotómetros...etc.) en anexo 7.2.
 - Currículo del personal identificado en el listado anterior.
 - Lista de identificación de los equipos disponibles para la realización de los análisis a los que postula, incluyendo: serie, fecha de recepción y puesta en servicio.
 - Programa de mantenimiento y/o calibración de los equipos identificados en el listado anterior.
 - Procedimiento de preparación de soluciones estándares.
 - Pauta de validación de cada uno de los análisis a los que postula: El procedimiento de validación debe basarse en el procedimiento establecido en la Directiva del Diario Oficial de las Comunidades Europeas 2002/ 657/CE. Esta pauta debe incluir como mínimo la siguiente información:
 - Instructivo detallado del método (incluye procesos preparación de muestras, extracción, concentración y condiciones instrumentales para el análisis).
 - Procedimiento detallado de validación.
 - Fecha validación.
 - Instrumentos usados.
 - Descripción del analito.
 - Descripción de la matriz
 - Concentración (es) del analito.
 - Curvas de calibración del instrumento.



- Patrones de muestras y número de identificación del material de referencia y composición.
 - Determinación de reproducibilidad .
 - Restablecimiento y/o cálculo (s) de la exactitud.
 - Cálculos de los límites de detección y cuantificación.
 - Cálculo (s) del efecto matriz. – Recuperación.
 - Robustez.
 - Calculo de incertidumbre.
 - Analistas responsables.
 - Referencia bibliográfica.
- Documentos que certifiquen que cada una de las técnicas incluidas en la postulación se encuentran acreditadas ante INN o que están en proceso de acreditación.
 - Procedimientos manejo de muestras: recepción, conservación, tratamiento y eliminación de muestras y otros elementos utilizados en los procesos de análisis, como: reactivos y solventes.

5 **ANÁLISIS/ENSAYO**

5.1 **Captación y envío de la muestra.**

Las muestras oficiales serán tomadas por inspectores del SAG en cantidad y lugar de acuerdo a las directrices determinadas en los programas oficiales del servicio, muestras que serán enviadas a los laboratorios acreditados que determine el exportador interesado, por lo tanto no es una actividad incluida en la competencia del laboratorio acreditado para estos análisis.

Las muestras serán enviadas a los laboratorios con formularios oficiales dispuestos por el Servicio para tal efecto, o por otro medio oficial que el SAG determine.

5.2 **Recepción y manejo de la muestra/contramuestra**

El laboratorio debe contar con un procedimiento de manejo de muestras y de contra muestras, el primero es obligatorio y el segundo es opcional. Del mismo modo el laboratorio debe contar con un procedimiento para el rechazo de muestras no aptas para su procesamiento.

Todo ingreso de muestras debe quedar registrado.

Toda muestra que se recepcione debe ser almacenada en conservadoras que aseguren su estabilidad y eviten su descomposición (-20 C). Se debe llevar un registro de control de temperaturas de la(s) conservadoras de muestras.

El laboratorio solo deberá recepcionar muestras que correspondan a la siguiente "Definición de muestras de cada una de las matrices por especie", debiendo estas además estar en apto estado para su procesamiento:

BOVINOS

Muestra de Músculo	Trozo de músculo obtenido de un único animal y un único lote y de tal manera que no altere la calidad de la canal, cuyo peso mínimo es de 200 gr. envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial
Muestra de Hígado	Corresponde a 200 grs. de hígado de un mismo animal y de un único lote envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.



Muestra de grasa	Corresponde a mínimo 100 grs. de grasa perirenal cubierta con papel aluminio y envasada en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.
Muestra de Riñón	Corresponde a un riñón de un mismo animal y de un único lote envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.
Muestra de pelo	Corresponde a 50 grs. de pelo obtenidos de uno o más animales cuyo peso sea de más de 240 Kg. de peso y su fecha estimada de faena sea en más de 100 días; envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.
Muestra de orina	Corresponde a 50 ml de pelo obtenidos de uno o más animales cuyo peso sea de más de 240 Kg. de peso y su fecha estimada de faena sea en más de 100 días; envasado en un frasco de plástico.

LIEBRES

La muestra esta conformada por dos mitades de hígados y dos trozos de músculo provenientes de dos animales del mismo lote de faena envasados en bolsas de polietileno y selladas cinta adhesiva oficial

POLLOS

Muestra de Músculo	La muestra de músculo estará compuesta por 5 mitades de pechugas de aves de un mismo y único lote con un peso mínimo de 200gr, envasadas en una bolsa de polietileno y sellada con cinta adhesiva oficial.
Muestra de Hígado	La muestra de hígado esta compuesta por 10 hígados de aves de un mismo y único lote con un peso mínimo de 200grs. envasadas en un bolsa de polietileno y sellada con cinta adhesiva oficial
Muestra de grasa	La muestra de grasa corresponde a 100 gr. de grasa abdominal de al menos 10 aves diferentes de un mismo y único lote envasada en una bolsa de polietileno y sellada con cinta adhesiva oficial
Muestra de suero	Corresponde a 10 ml. de sangre sin anticoagulante extraídas de 1 o más aves en etapa de engorda y cuya fecha estimada sea 4 a 10 días posterior al muestreo contenida en un envase de vidrio (venojet) a temperatura de refrigeración
Muestra de pluma	Corresponde a 50 gr. de plumas extraídas de 1 o más aves en etapa de engorda y cuya fecha estimada sea 4 a 10 días posterior al muestreo y contenida en una bolsa de polietileno

PAVOS

Muestra de Músculo	La muestra de músculo estará compuesta por 3 alas (húmero en adelante), de tres pavos de un mismo y único lote con un peso mínimo de 200 gr. envasadas en un bolsa de polietileno y sellada con cinta adhesiva oficial
Muestra de Hígado	La muestra de hígado esta compuesta por 5 mitades de hígados de pavos de un mismo y único lote con un peso mínimo de 150 gr. envasados en un bolsa de polietileno y sellada con cinta adhesiva oficial
Muestra de grasa	Corresponderá de al menos 100 gr. de grasa abdominal de mínimo 5 pavos diferentes de un mismo y único lote envasados en un bolsa de polietileno y sellada con cinta adhesiva oficial
Muestra de suero	Corresponde a 10 ml. de sangre sin anticoagulante extraídas de 1 o más aves en etapa de engorda y cuya fecha estimada sea 4 a 10 días posterior al muestreo



contenida en un envase de vidrio (venojet) a temperatura de refrigeración

Muestra de pluma Corresponde a 50 gr. de plumas extraídas de 1 o más aves en etapa de engorda y cuya fecha estimada sea 4 a 10 días posterior al muestreo y contenida en una bolsa de polietileno

OVINOS

Muestra de Músculo Trozo de músculo obtenido de un único animal y un único lote y de tal manera que no altere la calidad de la canal, cuyo peso mínimo es de 200 gr. envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial

Muestra de Grasa Corresponde a 100 grs. de grasa de un mismo animal y un único lote envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial

Muestra de Hígado Corresponde a 200 gramos de hígado de un mismo animal y de un único lote envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.

Muestra de Riñón Corresponde a un riñón de un mismo animal y de un único lote con y peso mínimo de 100 grs. envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.

CERDOS

Muestra de Músculo Trozo de músculo obtenido de un único animal y un único lote y de tal manera que no altere la calidad de la canal, cuyo peso mínimo es de 200 gr. envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial

Muestra de Hígado Corresponde a 200 gramos de hígado de un mismo animal y de un único lote envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.

Muestra de grasa Corresponde a mínimo 100 gr de grasa envasada en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial

Muestra de Riñón Corresponde a un riñón de un mismo animal y de un único lote con y peso mínimo de 100 grs. envasado en una bolsa de polietileno transparente y sellada con cinta adhesiva oficial.

Muestra de suero Corresponde a 10 ml. de sangre sin anticoagulante, procedentes uno o más cerdos procedente de un plantel de engorda y contenida en un envase de vidrio (venojet).

Muestra de pelo Corresponde a 20 gr. de pelo envasados en una bolsa de polietileno transparente, procedentes de uno o más cerdos en etapa de engorda

MIEL

Corresponde 500 gr. de miel colocada preferentemente en un envase de vidrio, si no es posible debe ser de polietileno con tapa recolectada desde los tambores de miel que contengan miel de un solo origen.

LECHE

Corresponde a 250 ml. de leche contenidas en un frasco de vidrio inerte y obtenida desde un único predio

5.3 Metodología.

Las metodologías de los análisis deben corresponder a las técnicas acreditadas por el laboratorio ante el SAG. Debe existir un registro de las fechas de los análisis, responsables y estándares utilizados.



5.4 Cálculo y Expresión de Resultados

Para cada análisis debe existir un procedimiento de cálculo de resultados, los resultados en el informe deben expresarse en las unidades requeridas en las tablas, con el nombre de método aplicado y los límites de detección del método.

6 REGISTRO Y ENVÍO DE LOS RESULTADOS

Los resultados de los análisis de muestras oficiales serán enviados en formularios establecidos para ello, o por otro medio definido por el SAG, estos serán enviados a la División de Protección Pecuaria, de acuerdo a las instrucciones que el Servicio defina para el programa.

Los tiempos de respuesta para los análisis requeridos no deben pasar los 25 días corridos, desde la recepción de la muestra por el laboratorio.

A su vez el laboratorio acreditado deberá conservar por un período de dos años, copia de los resultados de los análisis.

Cualquier anomalía que el laboratorio acreditado perciba en los análisis, deberá informarla al Servicio.



7 ANEXOS

7.1 Analisis requeridos en el marco del Programa de control de residuos en productos pecuarios

Residuos de sustancias Grupo A

Categoría Residuo	Residuos	Matriz	L. Detección	
A1 Estilbenos	Dietilestilbestrol	Hígado	5 ppb	
	Hexestrol	Orina	1 ppb	
	Dienestrol	Suero	1 ppb	
A2 Agentes Antitiroideos	Tiuracilo	Músculo	0,5 ppm	
	Tapazol	Tiroide		
A3 Esteroides	Acetato de Trembolona	Hígado	5 ppb	
	Estradiol	Orina Suero		
A4 Derivados del Acido Resorcinico	Zeranol	Hígado Orina Suero	5 ppb	
A 5 B-Adrenérgicos	Clembuterol	Hígado Cornea Pelo/Plumas	1 ppb	
	Cimaterol			
	Clenbuterol			
	Mapenterol			
	Ractopamine			5 ppb
	Salbutamol			
	Terbutaline			
Zilpaterol				
A6 Sustancias incluidas en el Anexo IV	Cloranfenicol	Músculo Leche Miel Huevos	0,3 ppb	
	Nitrofuranos	Músculo Miel Huevos	1ppb	



Residuos de sustancias Grupo B

Categoría residuo	Residuos	Matriz	L. Detección
B1 Sustancias Antibacterianas	Antibióticos	Músculo Huevo	(1)
	Sulfas	Músculo Hígado Leche Miel Huevos	50 ppb 50 ppb 25 ppb 10 ppb
	Quinolotas	Músculo	2 ppb
	Lincomicina	Músculo Huevo	50 ppb 25 ppb
	B-lactámicos	Músculo	25 ppb
	Aminoglucosidos	Músculo Miel	100 ppb 10 ppb
	Macrolidos	Músculo Huevo	100 ppb
	Tetraciclinas	Músculo Miel Leche Huevo	50 ppb 10 ppb 50 ppb
	Florfenicol	Músculo/hígado	50 ppb
	Cefalosporinas	Músculo	50 ppb
B2 –a Antihelmínticos	Ivermectina	Hígado Leche	7,5 ppb 10 ppb
	<u>Benzimidazoles</u>	Músculo Hígado Leche	50 ppb 200ppb 10 ppb
	Toltrazuril	Músculo	50 ppb
B2-b Coccidiostatos	Carbadox	Músculo	5 ppb
	Salinomicina	Músculo	10 ppb
	Nicarbazina	Músculo	100 ppb
	Amprolio	Músculo Huevo	100 ppb 500 ppb
	Clopidol	Músculo	2500 ppb
	Nitroimidazoles	Músculo Huevo	1 ppb



Categoría residuo	Residuos	Matriz	L. Detección
B2-d Tranquilizantes	Clorpromacina	Riñón	50 ppb
B2-e Antiinflamatorios No Esteroidales	Fenilbutazona	Músculo Leche	36 ppb
B3-a Compuestos Organoclorados	Organoclorados	Grasa Huevos Miel	(4)
B2-c Piretroides y Carbamatos	Piretroides	Grasa Huevos	(3)
	Carbamatos	Músculo	50 ppb
B3-B Compuestos Organofosforados	Organofosforados	Grasa Leche Miel	(5)
B3-c Elementos Químicos	Plomo	Músculo (6)	10 ppb
	Cadmio	Leche	10 ppb
	Mercurio	Miel	10 ppb
	Arsénico		50 ppb
B3-d Micotoxinas	Aflatoxinas	Hígado Leche	(7)

(1) Screening Microbiológico: Tetraciclinas: 250 ppb; B-lactámicos: 25 ppb; Aminoglicósidos: 500 ppb; Eritromicina: 400 ppb

(3) Lambda Cyalotrina, Permetrina, Cyflutrina, Alfa Cypermetrina, Fluvalinato, Esfenvalerato, Fenvalerato, Deltametrina: 10 ppb

(4) Alfa BHC, Heptacloro, Heptaclorohepoxido, pp'DDE: (0.01ppm); Gama BHC, Aldrin, Beta BHC, Gamaclordano, Dieldrin, op'DDD, endrin, op'DDT, pp'DDD: (0.02ppm); HCB, op'DDE, alfaclordano, pp'DDT: (0.03ppm); Toxafeno, PCB's (Aroclor 1260, Aroclor 1254): 0.3ppm, Metoxiclor 0.2ppm.

(5) Diazinon, Clorpirifos, Fention, Bromofos Etil : 0,02ppm Bromofos Metil, Fenclorfos, Fenitrotion, Dimetoato: 0,03 ppm Etion, Clorpirifos Metil : 0.04ppm

(6) En el caso de liebres la matriz para Plomo es hígado

(7) B1: 0.33 ppb; B2: 0.3 ppb; G1: 0.27 ppb; G2: 0.28 ppb Para Leche M1: 0,05 ppb



7.2 Lista de personal del laboratorio vinculado al análisis.

Nombre Completo	N° Cédula de Identidad	Firma	Funciones que desempeña

Firma del postulante o su Representante Legal