

**REPÚBLICA DE PANAMÁ
MINISTERIO DE DESARROLLO AGROPECUARIO**

RESUELTO Nº ALP-09-ADM-04 PANAMÁ 30 DE ABRIL DE 2004

**LA MINISTRA DE DESARROLLO AGROPECUARIO,
en uso de sus facultades legales.**

CONSIDERANDO:

Que la Ley 47 de 9 de julio de 1996 faculta a la Dirección Nacional de Sanidad Vegetal para efectuar el registro y fiscalizar la calidad de los plaguicidas y fertilizantes.

Que el muestreo y análisis químico a los plaguicidas importados y formulados en el país es una herramienta que permitirá contribuir a que se ofrezcan productos de alta calidad.

Que la actividad de muestreo y fiscalización de formulaciones químicas de plaguicidas de uso agrícola pretende estimular prácticas comerciales responsables, acorde con la legislación vigente, y la productividad del sector agrícola.

Que el presente manual de procedimiento fue sometido al escrutinio de la Asociación Nacional de Distribuidores de Insumos Fitosanitarios, representantes del Organismo Internacional de Sanidad Agropecuaria, la Dirección Ejecutiva de Cuarentena Agropecuaria y la Secretaría Técnica, quienes expresaron su aval al contenido técnico.

En consecuencia,

RESUELVE:

PRIMERO: Adoptar en el Ministerio de Desarrollo Agropecuario el Manual de Procedimiento Nº DNSV-DA-003-03, para la colecta, envasado, manejo y transporte de muestras a utilizarse en el control de la calidad de formulaciones químicas de plaguicidas, y límites para la aceptación de lotes, el cual es del siguiente tenor:

**PROCEDIMIENTO DE COLECTA, ENVASADO, MANEJO, Y TRANSPORTE
DE MUESTRAS PARA EL CONTROL DE LA CALIDAD DE
FORMULACIONES DE PLAGUICIDAS, Y LÍMITES PARA LA
ACEPTACIÓN DE LOTES**

1. PROPÓSITOS

- Ofrecer los pasos que deben seguir los oficiales de muestreo en la colecta, envasado, manejo y transporte de muestras de formulaciones comerciales, en bodegas de distribuidores, establecimientos de expendio y en lugares de aplicación de plaguicidas, con el fin de ejecutar análisis de control de la calidad.
- Dar cumplimiento a lo establecido en la Ley No 47 "Por la cual se dictan medidas de protección fitosanitaria y se adoptan otras disposiciones" y el Decreto Ejecutivo No. 63 de 1 de septiembre de 1997 "Por el cual se reglamenta el registro, aplicación, actividad y servicio de plaguicidas y fertilizantes para uso en la agricultura en Panamá", las cuales señalan que la Dirección Nacional de Sanidad Vegetal (DNSV) está facultada y puede extraer muestras en cantidad suficiente, en cualquier momento y lugar, de los productos y materias primas, ya sean importados, fabricados o formulados en el país, con el fin de determinar si

tales productos cumplen con la calidad y los requisitos y condiciones reglamentarios y legales, para su uso en la agricultura.

- Proveer suficiente material representativo, homogéneo e íntegro para evaluar las propiedades físicas y químicas de formulaciones de plaguicidas, que se importan y comercian para su empleo, y utilización en la agricultura en la República de Panamá, y así determinar el cumplimiento de las especificaciones de formulados de plaguicidas.
- Establecer los parámetros de análisis que deben realizarse en los productos formulados, así como los criterios para la toma de decisión sobre la aceptación de lotes.

2. DEFINICIONES

Acta de muestreo: Formato de informe estándar completado por el oficial en el momento del muestreo y firmado por la persona responsable del lote.

Asistente de muestreo: Persona asignada para ayudar al oficial de muestreo en el manejo de contenedores, equipo de muestreo, etc.

Autoridad competente: La Dirección Nacional de Sanidad vegetal del Ministerio de Desarrollo Agropecuario.

Cateador: Instrumento utilizado para coleccionar muestras sólidas de diferentes niveles en una misma unidad de empaque.

Categoría de calidad: Nivel de clasificación de un establecimiento o un lote. Esta puede ser excelente, buena, regular o deficiente, y la evaluación correspondiente que se realiza puede ser mínima, reducida, normal o rigurosa. Todo establecimiento inicia con una evaluación normal, y dependiendo del comportamiento en los análisis de sus materiales, la categoría se mantiene, aumenta o se reduce, siguiendo los criterios siguientes:

Evaluación Normal: Esta corresponde a la evaluación que se realiza a establecimientos de categoría Regular; la misma marca el inicio del examen de lotes en una estación de muestreo, y se mantiene hasta que los resultados de los análisis exijan un cambio como sigue:

- De Categoría Regular a Deficiente: Este se da cuando 5 lotes consecutivos han sido rechazados.
- De Categoría Deficiente a Regular: Este cambio se da cuando 5 lotes consecutivos se aceptan, después de haber sido clasificado como Deficiente.
- De categoría Buena a Regular: Este cambio se da cuando 2 lotes resultan rechazados.
- De Categoría Regular a Buena: Este cambio se da cuando 5 lotes consecutivos resultan aceptados.
- De categoría Buena a Excelente: Este cambio se da cuando 10 lotes consecutivos son aceptados.
- De Regular a Excelente: Este cambio se da cuando 12 lotes consecutivos son aceptados.

Certificado de Registro: Documento expedido por la Dirección Nacional de Sanidad Vegetal a una persona natural o jurídica, pública o privada que haya cumplido con los requisitos establecidos para el registro de un producto. Este dispone, entre otros, las condiciones de uso, instrucciones de manejo, calidad, especificaciones de etiquetado y embalaje para un formulado de plaguicida.

Concentrado emulsionable (EC): Formulación líquida de una sola fase que posee la propiedad de mezclarse con agua formando una emulsión.

Concentrado soluble (SL): Formulación líquida constituida por el ingrediente activo y solventes adecuados, totalmente soluble en agua.

Distribución: Proceso por el cual productos formulados son suministrados a los establecimientos de expendio y uso de plaguicidas.

Empaque o contenedor: Caja, envase, cubierta, recipiente u otro medio en el cual se almacena y/o transporta un producto formulado a puntos distantes.

Equipo de muestreo: Conjunto de instrumentos que se utilizan para extraer una cantidad o porción de producto formulado de un empaque, contenedor o envase.

Establecimiento: Lugar autorizado donde se fabrica, formula, importa, distribuye, comercia, almacena o utiliza plaguicidas.

Etiqueta: Material que contiene la información escrita o gráfica de un plaguicida sobre el contenedor, envase, empaque, recipiente, unidad de empaque o su embalaje.

Formulación: Combinación de uno o mas ingredientes activos, y aditivos de un plaguicida uniformemente distribuidos.

Granulado (GR): Formulación sólida de plaguicidas en partículas de 0.2 mm a 0.5 mm.

Ingrediente activo (i.a.): Parte biológicamente activa presente en una formulación de plaguicida.

Laboratorio de control de calidad: Laboratorio de la autoridad competente o autorizado por esta, para realizar evaluación relativa al cumplimiento de las especificaciones en cuanto a calidad de plaguicidas formulados.

Lote: Cantidad identificable de producto formulado, disponible en un establecimiento. Este está compuesto de unidades de empaques.

Un lote pequeño contiene 100 unidades de empaque o menos de una formulación. Un lote grande esta compuesto de mas de 100 unidades de empaque de formulaciones.

Lugar o estación de muestreo: Bodega, o establecimiento que almacena, formula, comercia, o utiliza plaguicidas.

Método de muestreo: Forma en que se desarrolla el muestreo; este puede ser aleatorio, sistemático, estratificado, etc.

Muestra analítica: Porción de material obtenido de una unidad de empaque de acuerdo con este procedimiento de muestreo u otro especificado y cuya composición representa fielmente la integridad del material en la unidad de empaque y del lote; la muestra analítica puede ser simple o compuesta. La muestra analítica ha de ser llevada al laboratorio para su evaluación y debe contener hasta las cantidades siguientes:

Cuando se trata de empaques pequeños con 1 % o mas de ingrediente activo, 250 g o 250 mL,

Empaques con ingrediente activo con una concentración menor del 1%, 500 g o 500 ml, Empaques grandes de 1 galón o mas con ingredientes activos en la concentración no menor del 10 %, 50 g o 50 mL; si la concentración del i.a. es menor del 10 %, 150 g o 150 mL.

Fumigantes bajo presión, 4 unidades

Al laboratorio se deben entregar hasta 3 réplicas de cada muestra analítica.

Muestra de campo: Esta es una unidad de empaque del producto formulado y representa la integridad del lote. Esta muestra se selecciona de forma aleatoria o sistemática en el establecimiento. La muestra de campo puede representar la muestra de referencia.

Muestra de referencia: Réplica o parte idéntica de una muestra analítica que permanece bajo custodia del propietario del lote, en el establecimiento o su representante. Esta muestra se utilizara en casos de no conformidades o reclamos por una de las partes.

Muestra simple: Cantidad de plaguicida, obtenido de una unidad de empaque.

Muestreo: Conjunto de operaciones que se llevan a cabo con el objeto de extraer muestras representativas de un determinado lote de plaguicida, para decidir si este se acepta o rechaza sobre las bases de estándares predeterminados ó límites de aceptación, para su distribución, comercialización y utilización en la Republica de Panamá.

Muestreo aleatorio o al azar: Método de muestreo en el cual cada unidad de empaque de un lote de un plaguicida tiene igual oportunidad de ser seleccionado. En este se elige una unidad de empaque de un lote empleando el Cuadro de números aleatorios adjunto (Anexo).

Muestreo sistemático: En este se elige inicialmente una unidad de empaque de un lote de un plaguicida al azar, y seguidamente, de forma sistemática cada 2 á 15 unidades de empaque, se eligen todos las unidades restantes hasta completar la totalidad del lote. La selección de las unidades de empaque se puede hacer empleando el cuadro de números aleatorios.

Nivel de Calidad Aceptable: Este equivale al límite o tolerancia de aceptación (NCA) para un lote de una formulación. El mismo puede ser expresado como el porcentaje máximo defectuoso, que puede tener un lote para ser considerado satisfactorio y aceptable.

Nombre comercial. Nombre con el cual se identifica un formulado de plaguicida en el comercio y uso en la agricultura.

Nombre genérico o común: Nombre asignado al ingrediente activo de un formulado de plaguicida por la Organización Internacional de Normalización.

Oficial de muestreo: Funcionario de la DNSV o persona autorizada por la autoridad competente, adecuadamente entrenada, en la colecta de muestras para el control de la calidad de formulaciones.

Persona responsable del lote: El propietario del lote, del establecimiento o su representante.

Plaguicida: Sustancia o mezcla de sustancias de origen químico, biológico o biotecnológico, destinada a prevenir, repeler, atraer, controlar y destruir organismos biológicos nocivos a las plantas y productos vegetales. El término incluye los insecticidas, funguicidas, herbicidas, acaricidas, molusquicidas, nematocidas, rodenticidas; los reguladores de crecimiento, de secantes, desfoliadores; los agentes para reducir la densidad de frutas, agentes para evitar la caída prematura de la fruta; las sustancias aplicadas a los cultivos antes o después de la cosecha, para proteger el producto contra el deterioro durante el almacenamiento y transporte, y otros tales como los aditivos.

Polvo humectable o mojable (WP): Formulación miscible con agua en forma de suspensión.

Polvo soluble (SP): Formulación soluble en agua.

Producto o plaguicida formulado: Producto comercial preparado por la casa formuladora con los aditivos y/o inertes necesarios para adecuar la concentración del material técnico a niveles apropiados, para su aplicación.

Recipientes chicos: Contenedores o envases con plaguicidas en unidades de 4 litros o menos, y 10 kgs o menos.

Recipientes grandes: Contenedores con más de 4 L, o más de 10 kg.

Sedimentación: Deposition de partículas en un producto formulado líquido.

Solución: Sistema líquido homogéneo de sustancias miscibles entre sí.

Suspensión concentrada (SC): Formulación miscible con agua que forma una suspensión estable.

Ultra bajo volumen (ULV): Formulación de aplicación con equipo especial ULV.

Unidad de empaque: Esta representa una unidad de un lote, y puede ser el contenedor o recipiente individual, y/o envase con un número de recipientes menores, conteniendo el plaguicida.

3. ALCANCE

Este procedimiento se ha de aplicar fundamentalmente a los establecimientos de importadores, distribuidores, formuladoras, y envasadoras de plaguicidas, especialmente a productos formulados y listos para su uso en la agricultura. Cuando la Unidad de Fiscalización de la DNSV lo considere necesario, este procedimiento puede ser aplicado a los establecimientos de expendio y/o uso de los plaguicidas.

4. PROCEDIMIENTO

Los pasos a seguir para el muestreo son los siguientes:

- Conocimiento y verificación del Plan de muestreo.
- Selección de establecimientos, y verificación de la categoría de calidad.
- Selección de formulaciones.
- Preparativos.
- Selección de lotes.
- Inspección in situ
- Determinación de tamaño muestral, y cantidad de formulado por muestra analítica.
- Selección de las muestras de campo.
- Identificación y obtención de las muestras de campo.
- Selección, identificación y obtención de las muestras analíticas.
- Etiquetado, sellado, y conservación de muestras
- Transporte de muestras al Laboratorio.
- Realización de las pruebas de laboratorio.
- Evaluación de los resultados del laboratorio respecto al cumplimiento con las especificaciones de calidad, y los niveles de calidad aceptables.
- Toma de decisión sobre aceptación o rechazo del lote, y acciones a seguir con lotes rechazados.
- Notificación al establecimiento.
- Control estadístico de la calidad de plaguicidas.

4.1. PREPARATIVOS

- Verificar cuáles son los formulados, establecimientos, y lotes a evaluar, consultando el Plan de Muestreo anual.
- Asegurar la disposición del equipo apropiado y limpio, así como de envases o recipientes apropiados para las muestras colectadas, y otros materiales necesarios como indicado en el Anexo.
- Consultar al laboratorio (si es necesario) en cuanto a: equipo de muestreo, así como sobre recipientes para muestras, etiquetas y sellos de cierre para muestras analíticas. Botellas, las cuales han de ser preferiblemente de vidrio, pero podrían ser de plástico resistente a solventes, las bolsas pueden ser de plástico o de papel, similar al producto comercial.
- Colectar la información necesaria referente a: Seguridad y medidas de precaución, toxicidad, e instrucciones de manejo de cada uno de los plaguicidas a muestrear, naturaleza e identidad de los formulados, el número y tamaño de unidades de empaques o recipientes de los formulados a muestrear.
- Revisar la información descrita en el acta de inspección de los establecimientos a muestrear, realizado por la Sección de Fiscalización del Departamento de Agroquímicos.
- Verificar la disponibilidad de suficiente número de formatos de actas de muestreo, marcadores y bolígrafos de tinta indeleble para escribir e identificar las muestras y marcar los empaques muestreados, tenencia de documento o carné de identificación o autorización vigente del oficial; vehículo para el transporte de personal, muestras y equipo de muestreo, entre las estaciones de muestreo (establecimientos) y el laboratorio.
- Verificar que se ha notificado previo a la fecha de muestreo, a la persona responsable del establecimiento o estación de muestreo, y asegurar que habrá en el momento (hora) de muestreo una persona asignada como responsable in situ del lote y que pueda ayudar a manipular los contenedores o empaques durante el muestreo.

- Asegurar que se dispone de la vestimenta y equipo de seguridad apropiada como indicado en la etiqueta y el expediente del registro del producto formulado.
- Asegurar que se tiene todo el entrenamiento y las capacidades necesarias para la colecta de los productos formulados a evaluar.
- Mantener este Procedimiento disponible en todo momento.
- Asegurar que existe en la estación de muestreo, lugar apropiado para lavarse con agua, en casos de accidente y después del muestreo.
- Verificar que se tienen los permisos correspondientes para el transporte de plaguicidas, como material peligroso.

4.2. INSPECCION IN SITU

- Realizar una inspección visual y observaciones en el establecimiento haciendo un reconocimiento de las condiciones del almacenamiento de lotes, y poniendo especial atención al lote a evaluar respecto a cantidad de unidades, ordenamiento en el almacén, tipo de envase, fugas, signos de deterioro, etc.
- Medir la temperatura en el lugar del lote.
- Llenar el Formato de inspección in situ según formato, el cual puede acompañar al Acta de muestreo (Anexo).
- Hacer los comentarios y recomendaciones pertinentes a la persona responsable del lote.

4.3. SELECCIÓN DEL TAMAÑO MUESTRAL DE UN LOTE

- La selección de muestras de cada lote debe ser representativa para así poder medir y estimar las características del lote en evaluación, y así determinar su grado de aceptación.
- La selección podrá ser realizada de acuerdo a:
 - Tamaño del lote o número de muestras colectadas del lote (simple, doble, múltiple)
 - Manera usada en la selección de las unidades de empaques de cada lote.
 - Practicidad.
- El Número de muestras que debe ser colectado de un lote es aproximadamente igual a la raíz cuadrada del tamaño (conjunto de unidades) del lote.
- También, el número de unidades de empaque a colectar se puede determinar estadísticamente de acuerdo a la incidencia de violaciones en el lote, dentro de los límites específicos de confianza (Cuadro No. 1; en este tipo de selección el número de muestras no depende del tamaño del lote).

Cuadro No. 1: Número Mínimo de Muestras de un Lote requeridas para Detectar una Violación

Incidencia de violaciones (%) en el Lote	Número de Muestras con la Confianza de 95 %	Número de muestras con la Confianza de 99 %
10	29	44
15	19	29
20	14	21
25	11	17
30	9	13
35	7	11

En casos, en los cuales el número mínimo de muestras requeridas es superior al 10 % del tamaño del lote se puede hacer ajustes de los valores del Cuadro No.1. mediante la fórmula siguiente:

$$N_x = N_{\min} / (1 + (N_{\min} - 1) / N)$$

N_x : Número de muestras requerido

$N_{\min}$: Número mínimo de muestras

N : Tamaño del lote en unidades de empaque

- Se aplicara el principio de practicidad colectando el tamaño muestral al menor costo. En casos de no conformidades el tamaño muestral será determinado según los principios estadísticos (Cuadros No.1 y No. 2).
- El número de las muestras de cada lote de formulaciones líquidas o sólidas, a coleccionar se determina según el Cuadro No.2, y no será mayor de 15 muestras simples escogidas de forma aleatoria (primera muestra) y sistemática (muestras consecutivas).

Cuadro No. 2: Relación de las Cantidades de Muestras y de Unidades de Empaque por Lote de Líquidos y Sólidos

Cantidad de Unidades de Empaque en un Lote	Cantidad de Muestras a coleccionar de un lote
1.Envases iguales o mayores a 19 litros para líquidos o 5 kilogramos para sólidos	
Hasta 10 unidades	1 muestra
De 11-20 unidades	2 muestras
De 21- 40 unidades	3 muestras
Mas de 40 unidades	3 + 1 muestras por cada 20 unidades
2.Envases menores de 19 l para líquidos y menores de 5 Kgs para sólidos	
Hasta 50 unidades	2 muestras
51-100 unidades	3 muestras
101-500 unidades	4 muestras
501-1000 unidades	5 muestras
Mas de 1000 unidades	0.5 % del total, entre 6 y 15 muestras

También, se puede proceder a obtener una muestra selectiva en triplicado, cuando existen evidencias de deterioro y/o falta de homogeneidad en el contenido del lote.

4.4. SELECCIÓN DE LAS MUESTRAS DE CAMPO

- Identificar y contar todas las unidades que componen el lote.
- Seleccionar las unidades de empaque (muestras de campo) del lote a muestrear. La selección se hará escogiendo la primera unidad a muestrear de manera aleatoria, empleando el Cuadro de números aleatorios (Anexo) a ojos cerrados. El resto de las unidades se puede escoger de forma sistemática empleando los números útiles, para ello se va en el Cuadro de números aleatorios, en cualquier dirección (vertical u horizontal) omitiendo los números inútiles (fuera del tamaño o repeticiones).
- Marcar y/o enumerar todas las unidades seleccionadas.
- Anotar en el acta la forma de muestreo, y si hay varios tamaños o anomalías en el lote.

- Las muestras serán colectadas antes de comenzar el ciclo agrícola, de tal manera que se puedan hacer medidas correctivas.

4.5. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS ANALÍTICAS DE UN LOTE

- Tomar las medidas necesarias para evitar derrames, y fugas durante el muestreo, envasado y manejo de las muestras.
- Muestrear cada lote por separado.
- Si hay varios tamaños de unidades de empaque del mismo lote con la etiqueta idéntica solo se muestrea un tamaño.
- Productos sin No. de lote, o fecha de formulación, y que no son evidentemente uniformes se muestrean individualmente, de forma compuesta, y selectiva o estadística.
- En casos con deficiencias notables del lote, se hace una estimación del deterioro, y se colecta muestras para asegurar la condición del estado del lote (si ello es necesario), y se marca el mismo con el sello de DNSV indicando "Deficiente".
- Registrar en el acta de muestreo anomalías, y signos de deterioro, así como poner en conocimiento del estado del material al responsable del lote, y mostrar las deficiencias encontradas; se puede colectar hasta 3 muestras analíticas compuestas o porciones separadas como evidencia de la condición de deterioro del lote.
- Determinar el grado de homogeneidad, y el peso del contenido del material en el recipiente de la unidad o primera muestra de campo. Cuando se trata de productos muy tóxicos, volátiles, y malolientes, ello debe hacerse en el Laboratorio, por lo que llevara la muestra de campo al laboratorio.
- Las otras muestras de campo permanecen intactas en el lugar, para posteriores muestreos, si ello es necesario, según los resultados del análisis y los criterios de aceptación.
- Mezclar bien el material de la muestra de campo a muestrear en el momento para lograr una representatividad.
- Colectar la muestra analítica de forma simple cuando hay homogeneidad en la formulación.
- Asegurar la muestra de referencia.
- En caso de no poder hacer el muestreo como indicado en este procedimiento, el método usado debe constar en el acta de muestreo.

4.5.1. FORMULADOS LÍQUIDOS (soluciones, concentrados emulsificables, concentrados en suspensiones, emulsiones)

- Colectar la unidad completa, cuando se trata de envases iguales ó menores de 150 ml. Cuando se trata de empaques pequeños con 1 % de ingrediente activo, se debería colectar hasta 250 mL; de empaques con ingrediente activos de menos de 1% se debería colectar hasta 500 mL; de empaques grandes de 1 galón o más con ingrediente activo del 10% o mas se debería colectar hasta 50 mL; si la concentración del i.a. es menor del 10%, se debería colectar hasta 150 mL.
- Mezclar bien el material en el recipiente (rodando, agitando, u otra forma) de la muestra de campo, asegurando una homogeneidad física.
- Abrir y examinar visualmente (si es viable) el contenido por heterogeneidad (cristalización, precipitación, sedimentación ó separación). La presencia de sedimento denso puede ser examinada con una varilla.
- Registrar en el acta de muestreo anomalías, y signos de deterioro, así como poner en conocimiento del estado del material al responsable del lote, y mostrar las deficiencias encontradas, se puede colectar hasta 3 muestras analíticas

compuestas o porciones separadas como evidencia de la condición de deterioro del lote. En casos con deficiencias se omite el análisis de laboratorio, y se hace una estimación del deterioro. Además, se marca con el sello de DNSV indicando "Deficiente".

- Obtener la muestra analítica de acuerdo a lo indicado en el punto 4.5. (usando equipo apropiado como pipetas, tubos de inmersión, etc.) y se coloca en un recipiente previamente marcado que pueda ser cerrado herméticamente.
- Colocar la muestra analítica en una caja para transporte de muestras.
- Asegurar la muestra de referencia. Como muestra de referencia se puede considerar el contenido remanente del empaque muestreado, u otra unidad de empaque idéntica del mismo lote.

4.5.2. Formulados Sólidos (Polvos, Polvos Dispersibles, Gránulos)

Dispersibles En Agua, Granulados)

- Verificar si los productos han sido afectados por la temperatura y humedad.
- Cuando se trata de envases iguales ó menores de 50 g, se puede coleccionar la unidad completa, y como muestra de referencia se considera una unidad idéntica del lote. Cuando se trata de empaques pequeños con 1 % de ingrediente activo, se debería coleccionar 250 g; de empaques con ingrediente activos de menos de 1% se debería coleccionar 500 g; de empaques grandes con ingrediente activo del 10% o mas se debería coleccionar 50 g; si la concentración de i.a. es menor del 10 %, se debería coleccionar 150 g.
- Lotes almacenados en estado expuesto (bolsas selladas inadecuadamente) deben ser considerados no-uniformes y registrados en el acta como tales. Granulados (especialmente GR, WG, SG, etc) pueden sufrir fácilmente segregación mecánica de los diferentes tamaños de partículas durante el transporte y cuando son transferidos a otro envase.
- Bolsas pueden ser muestreadas con un cateador a través de las esquinas en forma diagonal.
- Las muestras analíticas pueden ser coleccionadas también empleando una cuchara, palita u otro dispositivo apropiado.
- Otro tipo de envase debe ser abierto apropiadamente y muestreado de manera similar que las bolsas.
- En caso de hacer una división manual de la muestra con un divisor mecánico se debe tener cuidado para no contaminar el medio donde se ejecuta esta operación, como se indica a continuación:

Transferir la muestra de campo a una bolsa de polietileno grande, cubriendo 1/3 de la misma.

Mezclar invirtiendo la bolsa 10 veces. Poner la bolsa sobre una superficie plana y regar el material sobre la mayor superficie posible (el grosor debe ser de aproximadamente 1 cm).

Dividir el material en partes iguales y combinar pares de porciones para formar una muestra analítica (p.ej. mezclando las 1 y 4; las 2 y 5; las 3 y 6).

- Formulados en bolsas solubles en agua son coleccionados en la bolsa intacta con su contenido total, preferiblemente de cajas recién abiertas. En este caso, las bolsas individuales no deben ser abiertas y deben ser llevadas al laboratorio para su análisis lo más rápido posible.
- Registrar en el acta de muestreo deficiencias encontradas, y coleccionar porciones separadas como evidencia de la condición de deterioro del plaguicida. En casos

con deficiencias se omite el análisis de laboratorio, y se hace una estimación del deterioro. Además, se marcan con el sello indicativo de "Deficiente".

- Obtener la muestra analítica de acuerdo con lo indicado en el punto 4.5. y colocarla en un recipiente previamente marcado y cerrarlo.
- Colocar cada muestra analítica en una caja de transporte de muestras.
- Asegurar la muestra de referencia. Como muestra de referencia se puede considerar el contenido remanente del empaque muestreado, u otra unidad de empaque idéntica del mismo lote.

4.5.3. OTRO TIPO DE FORMULACIONES

- Plaguicidas en aerosoles y gases, serán colectados en la unidad del envase sellado como muestra analítica.
Como muestra de referencia se considera una unidad idéntica del lote, la cual queda bajo custodia del establecimiento.
- En el caso de pasta y "pellets", en las cuales la presentación es de alto volumen se aplica lo indicado en Cuadro No. 2, y como muestra de referencia se considera una unidad idéntica del lote.
- Otros sólidos se colectan según el cuadro Nº. 2.

4.6. ETIQUETADO, SELLADO DE MUESTRAS ANALÍTICAS, Y PREPARACIÓN PARA EL TRANSPORTE

- Tomar los cuidados necesarios para evitar derrames, fugas o deterioro de muestras durante el manejo de muestras.
- La muestra analítica es identificada con la etiqueta oficial de muestreo (Anexo).
- Cada muestra se coloca en la caja de transporte de muestras.
- Se cierra la caja y se asegura con cinta adhesiva. La caja o contenedor (con divisiones adecuadas) de transporte puede ser de plástico, madera o metal en la cual se colocan las muestras y se aseguran con material adsorbente de embalaje o rejillas divisorias, para inmovilizar las botellas de las muestras, y absorber o evitar posibles fugas.
- Colocar el acta de muestreo en una bolsa plástica separada y sellada (adjuntar a la caja de transporte).
- Adjuntar a la caja de transporte, la tarjeta de cadena custodia (en bolsa de plástico) mostrando lo siguiente:
 - ❖ Fecha de muestreo.
 - Número de muestra.
 - Número de acta de muestreo respectiva.
 - Número de lote.
 - Nombre Comercial y genérico del producto
 - Concentración declarada del ingrediente activo
 - Tipo de formulación.
 - Tamaño de empaques del lote.
 - Periodo y condiciones de almacenamiento.
 - Observaciones sobre características de envase y del producto.
 - Nombre del establecimiento
 - Nombre y firma del técnico responsable del muestreo.
 - Indicar la Clasificación toxicológica del plaguicida
 - Señalar la parte superior de la caja.
 - Registrar en la tarjeta toda relación de la muestra con personas, y sucesos

4.7. TRANSPORTE DE MUESTRAS

- Las muestras han de ser transportadas en cajas de transporte en un vehículo adecuado, en el menor tiempo posible y sin paradas entre el establecimiento y el Laboratorio, con los permisos correspondientes.
- Se deben tomar los cuidados necesarios para evitar derrames, fugas o deterioro de muestras durante el transporte al Laboratorio.
- Las muestras deben ser transportadas a una temperatura igual o inferior a la existente en el almacén.
- Se debe cumplir con las regulaciones de transporte de sustancias peligrosas.
- Las cajas de transporte deben ser preferiblemente a prueba de golpes, aislantes del calor y radiación fuerte.
- Las muestras deberán ser entregadas al laboratorio en el menor tiempo posible, preferiblemente el mismo día de su obtención, junto con la tarjeta de cadena de custodia.

4.8. PRESERVACIÓN Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS

Mantener las muestras a temperatura inferior que la existente en el almacén donde se colectaron hasta la realización de los análisis.

4.9. LIMPIEZA, DESCONTAMINACIÓN Y DISPOSICIÓN DE EQUIPOS DE MUESTREO

Ello se realizara preferiblemente en el Laboratorio cuando no se emplee equipo desechable.

4.10. ELIMINACIÓN DE MUESTRAS COLECTADAS

- Ello se realizará según los procedimientos del Laboratorio.
- En caso de conformidad y aceptación del lote, los restos de las muestras analíticas pueden ser retornados a la muestra de campo.

5. ACTA DE MUESTREO

- El oficial de muestreo levantara un acta en el lugar, según formato (Anexo III).
- El original del Acta se entrega al establecimiento.
- Copias (3) del Acta son destinadas a la DNSV (Jefe de Departamento de Agroquímicos, Sección de Fiscalización, Oficial de muestreo).
- El Acta puede contener comentarios de observaciones sobre el lote en cuanto a almacenamiento, exposición a agua, lluvia, prolongada luz o elevada temperatura, presencia de contenedores abiertos, aparente inhomogeneidad.

6. ANÁLISIS Y PARÁMETROS DE CALIDAD

Se deben hacer tantos ensayos o análisis como sean necesarios para asegurar la toma de decisiones, según el Cuadro No. 3.

Pruebas primarias son:

- El peso o volumen del contenido de la unidad de empaque
- Identidad y concentración del i.a.
- Homogeneidad

- Estabilidad de emulsión, y espuma, en formulaciones líquidas miscibles y aplicadas con agua
- Granulometría, en formulas sólidas de aplicación directa
- Impurezas

Los productos formulados deben cumplir con lo siguiente:

- Lo declarado en la etiqueta y lo indicado en el Cuadro No. 3.
- Identidad de ingrediente activo (i.a.)
- Estar libre de materia extraña visible, y agentes modificantes, excepto de estabilizadores
- La relación de isómeros declarada
- Impurezas relevantes de la manufactura o almacén
- Humedad
- Acidez o alcalinidad (máximo en g/kg de H_2SO_4 o g/kg de NaOH).
- pH,
- Densidad
- Insolubles (en Etanol, solución de hidróxido de sodio, agua, xileno, acetona, etc.)
- Suspensibilidad:
- Granulometría
- Estabilidad del formulado en almacén

El Laboratorio puede evaluar la primera muestra del lote en triplicado, mediante los Métodos suministrados por los registrantes, AOAC y/o CIPAC, respecto a los parámetros declarados en la etiqueta e indicados en los Cuadros No. 3 y No. 4.

Si el resultado de la primera réplica está de acuerdo con el límite de aceptación, se omite el análisis de las otras replicas; en cambio, si el resultado de esa primera replica es deficiente, se evalúa la 2da, y la 3era replica de la muestra del lote, y se obtiene el promedio, la desviación estándar, y la precisión de las 3 determinaciones del lote.

En el caso de un mayor número de muestras analíticas por lote, se evalúa hasta obtener un promedio aceptable según lo indicado en los Cuadros No. 3 y No. 4.

Cuadro. No. 3: Parámetros a ser Evaluados en las Formulaciones de Plaguicidas

Prueba	Aplicación en
1. Identidad y contenido de i.a.	Todas las Formulaciones
2. Impurezas relevantes	Toda formulación con impureza asociada al i.a.
3. Humedad	No acuosas
4. Densidad	Polvos y gránulos
5. Espuma persistente	Todas intencionadas para dilución en agua antes del uso, excepto las bolsas solubles en agua
6. Particulado:	
a) Húmedo	a) Polvos, suspensiones, gránulos de aplicación con agua, como WP, SC, FS, OD, WG, CS, DC, SE, ST, WT, EG, EP
b) Seco	b) Polvos y gránulos de aplicación directa
7. Estabilidad en almacén de emulsión	Todas las formulaciones

En casos de lotes deteriorados, se omite el análisis de laboratorio.

7. LIMITES DE ACEPTACIÓN DE LA CALIDAD EN LOTES DE FORMULACIONES MUESTREADAS

Se considerará en la toma de decisiones las variaciones indicadas en el Cuadro No. 4, así como aquellos parámetros que aplican a la formulación del lote, como los indicados seguidamente:

- Identidad del ingrediente activo (i.a): El tiempo de retención cromatográfico y/o el espectro deben corresponder al del patrón certificado.
- El resultado de contenido de las determinaciones del ingrediente activo, no debe ser menor que el contenido mínimo declarado o no debe diferir de las tolerancias, indicadas en el Cuadro No. 4.
- Impurezas relevantes de la manufactura o almacén: El resultado de las determinaciones no debe exceder lo declarado.
- Humedad: El resultado no debe exceder el máximo declarado.
- Insolubles (en Etanol, solución de hidróxido de sodio, agua, xileno, acetona, etc.): El resultado no debe exceder el máximo permitido.
- Prueba de tamizado: húmedo: Máximo de 2 % de retención a 75 μ m, y seco: No menos de 85 % de la formulación debe estar en el rango de tamaño nominal.
- Estabilidad de formulado emulsionable en almacén a 30 °C:
- El contenido de ingrediente activo, impurezas relevantes, particulado, y dispersión, debe cumplir con lo declarado hasta un tiempo de 18 semanas posterior al muestreo.

Cuadro No. 4: Tolerancias para Desviación de las Concentraciones en Formulaciones

Contenido Declarado en g/kg or g/l a 20 $\pm$ °C	Tolerancia
Hasta 25	$\pm$ 15% del contenido declarado para formulaciones homogéneas (EC, SC, SL, etc.), o
	$\pm$ 25% para formulaciones heterogéneas (GR, WG, etc.)
De 26 hasta 100	$\pm$ 10% del contenido declarado
De 101 hasta 250	$\pm$ 6% del contenido declarado
De 251 hasta 500	$\pm$ 5% del contenido declarado
Más de 500	$\pm$ 25 g/kg or g/l del contenido declarado
Nota: Estas tolerancias se refieren al promedio analítico obtenido de las tres o más muestras del lote.	

8. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO

El rechazo de un lote no significa que este tenga que ser eliminado o destruido, sino simplemente, que se debe someter a una evaluación estricta para eliminar todas las partes defectuosas.

Si el resultado de la evaluación por el Laboratorio, de 3 muestras analíticas de un lote no cumple con los límites de aceptación, se notificará al establecimiento, procediendo a la retención del lote.

Luego se puede optar por lo siguiente:

- Hacer lo requerido para su reevaluación, su retorno al fabricante, formulador o eliminación,
- Reevaluar el lote respecto al tamaño muestral mínimo ó en su totalidad, si el establecimiento así lo desea. En este caso, si el lote reevaluado totalmente contiene 5% o menos de material deficiente, referido sobre el total de unidades de empaques de formulados, entonces se puede aceptar.
- Rechazar el lote, y ordenar las acciones correspondientes.

En casos de no conformidades, y si las deficiencias del lote persisten después de las pruebas de referencia (según el punto 9) se procederá a su retorno al fabricante, o formulador o eliminación, bajo responsabilidad del establecimiento.

Si las pruebas de referencia demuestran que el lote cumple con los parámetros y las tolerancias indicadas en este Procedimiento, se procede a aceptar el lote.

9. NOTIFICACIÓN DE RESULTADOS DE LA EVALUACIÓN

- Los resultados de la calidad del lote serán notificados en forma confidencial al establecimiento a mas tardar 10 días hábiles después de haberse realizado el muestreo.
- La DNSV comunicará al establecimiento la categoría en la cual se encuentra su desempeño respecto a la calidad de lotes en general y también la categoría del lote evaluado.
- El establecimiento podrá solicitar un certificado de calidad para el establecimiento o para un lote específico.
- La DNSV indicará al establecimiento las medidas a adoptar para evitar y reducir el deterioro de lotes.

10. RECLAMOS y NO CONFORMIDADES

- El establecimiento o propietario del lote puede elevar reclamo en caso de no conformidad con los resultados de la evaluación, ante la Dirección Nacional de Sanidad Vegetal.
- En caso de controversia sobre los resultados, el responsable del establecimiento tiene bajo su custodia la muestra de referencia, la cual será dividida en 3 partes iguales (3 réplicas) y duplicados.
- Se procederá previo y mutuo acuerdo a la confirmación de los resultados por:
 - un laboratorio externo de referencia, acordado por las partes,
 - y
 - el Laboratorio de Control de Calidad de Plaguicidas de la Dirección Nacional de Sanidad Vegetal.
- Después de analizadas las tres réplicas (en triplicado) se promediarán los resultados de cada laboratorio, y se comparan sus variaciones, repetibilidad, reproducibilidad, y la precisión.
- Se considerará como resultado final y definitivo, la media resultante del laboratorio con la mejor repetibilidad, siempre y cuando la variación entre medias Inter-Laboratorios (Reproducibilidad) sea inferior del 5%.
- Los costos de los análisis de referencia deberán ser pagados por el establecimiento en el momento de entrega de las réplicas al Laboratorio de Control de Calidad de Plaguicidas de la DNSV.

11. REGISTRO ESTADÍSTICO DE LA CALIDAD DE LOS PLAGUICIDAS MUESTREADOS

El Laboratorio llevará un registro estadístico de la calidad de las formulaciones evaluadas y de los establecimientos muestreados.

12. REFERENCIAS

- Ley 47 de 9 de julio de 1996 "Por la cual se dictan medidas de protección fitosanitaria y se adoptan otras disposiciones"
- Decreto Ejecutivo No. 63 de 1 de septiembre de 1997 "Por el cual se reglamenta el registro, aplicación, actividad y servicio de plaguicidas y fertilizantes para uso en la agricultura en Panamá", GIFAP(1989). Catalogue of Pesticides Formulation Types and International Coding System 3d ed., Technical Monograph No. 2, Bruselles, Belgium. 36 p.
- WHO (1994). The WHO Recommended Classification of Pesticides by Hazard and Guidelines to Classification 1994-1995. International Program on Chemical Safety, World Health Organization, Ginebra. 64 p.
- FAO/WHO (2002). Manual on Development and Use of FAO/WHO Specifications for Pesticides. Rome.
- Cochran, W. G. Sampling Techniques, 1975
- Kratochvil, B.G and J.K. Taylor, Sampling for Chemical Analysis.
- Anal. Chem. 53, 924 A (1981)
- MIL-STD-105D
- Mil-STD-414

ANEXO

I. MATERIALES PARA MUESTREO

- Cateador perforador de metal para sólidos en bolsa de papel, plástico o yute
- Cateador para polvos o gránulos
- Cateadores desechables de PVC
- Cateador por secciones
- Aparato de inmersión para muestras
- Cucharón
- Overol para protección total
- Guantes desechables
- Cubiertas desechables para zapatos
- Careta protectora
- Protector para ojos y nariz o mascara de gas con filtros color negro para formulaciones líquidas y vapores orgánicos, y color violeta para polvos altamente eficaz para filtrar partículas del aire.
- Tubos de plástico desechables de muestreo
- Rollos de papel absorbente universal
- Toallas de papel desechables
- Pipetas de 50 mL, y 100 mL
- Perillas de pipetas de 3-vías
- Tubos de inmersión;
- Espátula, cuchara, palita.;
- Botellas para muestras, (preferiblemente de vidrio con tapas de rosca y cierre hermético),

- Bolsas de plástico (sin huecos);
- Bolsas o cartuchos de papel
- Bolsa de plástico,
- Herramienta para abrir contenedores de plaguicidas,
- Balanza portátil con rango de pesada apropiado,
- Etiquetas para pegar al envase de las muestras, Cinta adhesiva de sellado, y sellador de cera o similar,
- Sello de tinta para certificar la apertura autorizada de contenedores y para indicar la cantidad de muestra colectada.
- Guantes apropiados para el manejo de tambores, embalajes, contenedores de muestras, etc.,
- Jabón, Agua para lavado,
- Caja para equipo de muestreo,
- Caja para cargar y transportar muestras colectadas
- Material absorbente (aserrín, vermiculita, u otro material apropiado) para llenar espacio entre muestras en cajas de transporte)
- Vehículo apropiado (tipo pick-up, con cabina separada y a.c.)

II PRECAUCIONES DURANTE EL MUESTREO Y MANEJO DE FORMULACIONES

- Evitar contacto con la piel o vestido, ingestión de plaguicidas, o inhalación de polvos y vapores.
- Evitar la exposición de personas en el lugar o interior del local.
- No mantener comida en el lugar
- Colectar muestras solo en lugar bien ventilado
- Evitar derrame o dispersión de polvos
- Tener cuidado en el manejo de contenedores con fugas o de aquellos envases con potencial de fugas
- No comer, fumar, o beber durante el muestreo o antes de quitarse la ropa y haberse lavado bien.
- Adherir etiqueta al contenedor de muestra antes de iniciar el muestreo.
- Asegurarse que el exterior del contenedor no está contaminado con el material.
- Asegurar la limpieza segura y apropiada del equipo de muestreo, así como la disposición o eliminación segura de material contaminado como vestido y equipo, papel, etc.
- El oficial de muestreo debe estar bien entrenado y capacitado en plaguicidas.

III FORMATO DE ACTA DE MUESTREO

La información contenida en el Acta del muestreo, deberá ser completa, clara y real, ya que esta representa la base legal para el análisis del producto, y para la toma de decisiones por la autoridad competente.

El Acta se hace en original con tres copias.

El original del informe o acta de muestreo deberá contener la siguiente información:

- Numero del acta.
- Nombre, dirección y numero telefónico del establecimiento.
- Numero de registro o licencia del establecimiento.
- Fecha de muestreo.
- Numero de la muestra (campo y/o analítica).

- Nombre comercial y nombre genérico del producto.
- Concentración declarada del ingrediente activo en porcentaje y en su equivalente en peso/volumen y/o peso/peso.
- Numero de lote y cantidad de unidades que lo componen.
- Nombre del fabricante/formulador.
- Nombre del registrante.
- Numero de registro del producto.
- Tiempo de almacenamiento del producto.
- Tamaño de envase.
- Tipo de formulación.
- Fechas de formulación, manufactura, vencimiento
- No de unidades de empaque muestreadas
- Cantidad y No de muestras de campo
- Localización o ubicación de las muestras de referencia
- Observaciones y comentarios
- Nombre y firma del propietario del establecimiento o su representante (si fuese posible)
- Nombre y firma del Oficial de muestreo.

IV. FORMATO DE INSPECCION IN SITU

El oficial de muestreo podrá hacer un informe de inspección in situ con la siguiente información:

- Nombre y dirección del establecimiento
- Nombre del plaguicida/formulado y su fabricante/proveedor:
- Lote No.:
- Cantidad del lote (kg. y/o unidades)
- Fecha de manufactura:
- Fecha de vencimiento:
- No de unidades de empaques seleccionadas (unidades):
- Especificar masa bruta o masa /volumen neta, de los empaques
- Masa bruta mínima medida de los empaques
- Masa bruta máxima medida de los empaques
- Promedio de la masa medida de recipiente vacío (si aplica):
- Estimar Masa bruta nominal del empaque (si aplica):
- Calidad de embalaje
- Calidad y contenido de etiqueta
- Temperatura del almacén

Este informe puede acompañar el Acta de muestreo.

V FORMATO DE MARCACION DE MUESTRAS DE CAMPO

El Oficial de muestreo marcará las muestras de campo (sello o tarjeta) con la información siguiente:

- MIDA / DNSV
- Muestra de Campo
- Numero de muestra
- Fecha de Muestreo
- Cantidad de unidades que componen el lote
- Nombre de Oficial de muestreo
- Persona que tomó la muestra

SEGUNDO: El Manual de Procedimiento para la colecta, envasado, manejo, y transporte de muestras a utilizarse en el control de la calidad de formulaciones químicas de plaguicidas, y límites para la aceptación de lotes, es de estricto cumplimiento.

TERCERO: El presente Resuelto entrará en vigencia sesenta (60) días después de su promulgación en la Gaceta Oficial.

NOTIFÍQUESE Y CÚMPLASE.



LYNETTE MARIA STANZIOLA A.
Ministra



GUILLERMO VARGAS
Viceministro Encargado