



## CUARTO EJERCICIO TURNO LIBRE – TERCER EJERCICIO PROMOCIÓN INTERNA ESPECIALIDAD LABORATORIOS AGROALIMENTARIOS SEGUNDO SUPUESTO

1. Un laboratorio oficial quiere acreditarse bajo UNE-EN ISO/IEC 17025 para el análisis de plaguicidas usando un método multirresiduo en frutas y verduras.
  - a) ¿Qué métodos de extracción serían los más adecuados para ello? Justifique su respuesta. Explique brevemente el fundamento de los métodos propuestos. (3.5 puntos).
  - b) ¿Qué técnicas analíticas serían las más adecuadas para su análisis? Justifique su respuesta. Explique brevemente el fundamento de las técnicas propuestas. (3.5 puntos).
2. ¿Qué controles de calidad internos se deberían establecer para saber si el método analítico está bajo control? (6 puntos)
3. En esta primera solicitud de acreditación del método a ENAC, ¿qué modo de acreditación debería pedirse: alcance cerrado, acreditación con alcance flexible bajo NT-18 o bajo NT-19?. Explique las diferencias entre los distintos modos y justifique su respuesta. (4.5 puntos)
4. En el análisis de muestras para la determinación de residuos de plaguicidas se suelen utilizar varios métodos para la cuantificación del resultado. El más usado es la cuantificación con una curva de calibrado externa. Se ha realizado



el análisis de Benomilo en pera y se han obtenido los datos indicados en la tabla inferior. Calcule la concentración de Benomilo (en mg/kg). (3 puntos)

<b>Muestra</b>	<b>Concentración (mg/kg)</b>	<b>Tiempo de retención (min)</b>	<b>Área (cuentas)</b>
Pto calibrado 1	0.01	4.80	721204
recuperación LQ	0.01	4.80	701325
Pto calibrado 2	0.04	4.79	1594336
Pto calibrado 3	0.1	4.80	4152383
Pto calibrado 4	0.25	4.80	9013199
Pto calibrado 5	0.4	4.81	14406636
Blanco		-	0
Muestra		4.79	2436258

5. Otro de los métodos de cuantificación es el método de adición de estándar.

- a) ¿En qué casos suele usarse este método? Explique brevemente cuáles son sus ventajas y desventajas. (2 puntos)
- b) Se ha realizado la determinación de Carbendacima mediante adición de estándar en pera. Los resultados son los que se indican en la tabla inferior. Calcule la concentración de Carbendacima en la muestra. (1.5 puntos).

<b>Muestra</b>	<b>Tiempo de retención (min)</b>	<b>Área (cuentas)</b>
Muestra	2,95	2701736
Muestra + 0,15 mg/kg	2,95	4548257
Muestra + 0,3 mg/kg	2,94	6475118
Muestra + 0,45 mg/kg	2,94	8596574
Muestra + 0,6 mg/kg	2,96	10408220

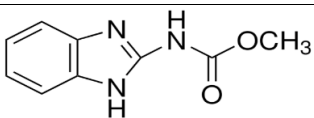
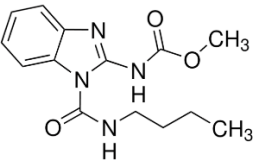


6. En el análisis de residuos de plaguicidas es común encontrar que la expresión de resultados de un compuesto incluye una definición de residuo compleja.

a) Defina el término “Definición de residuo” (1.5 puntos).

b) Los resultados de Carbendazima deben indicarse como la suma de Benomilo y Carbendacima expresado como Carbendacima. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en las preguntas 4 y 5, calcule el resultado final siguiendo su definición de residuo. (1.5 puntos).

Para ello se dispone de las fórmulas estructurales y pesos moleculares de Carbendazima y Benomilo.

Plaguicida	Fórmula	Peso molecular (uma)
Carbendazima		191.19
Benomilo		290.32

7. Defina el término Límite Máximo de Residuo (LMR). Indique si el resultado obtenido para Carbendacima en pera se consideraría un valor que cumple o no su LMR. (3 puntos).

Para ello se dispone de la siguiente información:

- Límite Máximo de Residuos (LMR) de Carbendacima (suma de Benomilo y Carbendacima expresado como Carbendacima) en pera: 0,20 mg/kg (Reglamento (UE) nº 559/2011 de la Comisión).
- Incertidumbre declarada por el laboratorio para la determinación de residuos de plaguicidas en alimentos de origen vegetal: 50 %.