



TERCER EJERCICIO (TURNO LIBRE)

Especialidad Laboratorios Agroalimentarios

Supuesto nº1

1- En la matriz vino están reglamentadas, entre otras, las siguientes determinaciones: grado alcohólico, acidez volátil, anhídrido sulfuroso, ocratoxina A y ovoalbúmina.

¿Por qué cree que se han legislado las mencionadas determinaciones? ¿Qué método o sistemática utilizaría para analizarlas?

2- Un cliente solicita analizar en una muestra de vino blanco la histamina. El método de análisis por el que se determina la histamina en laboratorio es cromatografía de líquidos (columna C18), con derivatización precolumna y detector de fluorescencia.

¿Por qué se utilizan dichas técnicas de separación y análisis? ¿Qué es la derivatización? ¿Para qué se utiliza?

La fase móvil empleada es un gradiente entre metanol y una disolución de ácido fosfórico 0,06 N **Describe los pasos de la preparación de la fase móvil. ¿Por qué se utiliza una fase móvil que es una mezcla de un compuesto orgánico y uno inorgánico? ¿Por qué se utiliza un gradiente?**

Datos H_3PO_4 Pm = 98 g/mol
Densidad = 1.88 g/ml
Pureza = 85%

3-Un cliente solicita analizar el metanol en tres muestras de aguardiente de vino.

¿Qué método de análisis emplearía? ¿Por qué? Describa brevemente los pasos más importantes del análisis.

Los datos obtenidos con el método que ha descrito anteriormente, y los datos de la recta de calibrado se indican a continuación. Teniendo en cuenta que para este producto según el Reglamento CE 110/2008 el contenido máximo de esta sustancia es de 200 g/hl de alcohol a 100 % vol.

¿Alguna muestra incumpliría la legislación?

Datos: Dilución de las muestras 1/10.

Grado alcohólico de las muestras: 40 % vol.

Señal de las muestras: 1011, 1090, 1066

Incertidumbre para un resultado: 5 g/ hl de alcohol a 100 % vol.

Ecuación de la recta:

$y=13,06x - 5,8$ (x = concentración en mg/L) .

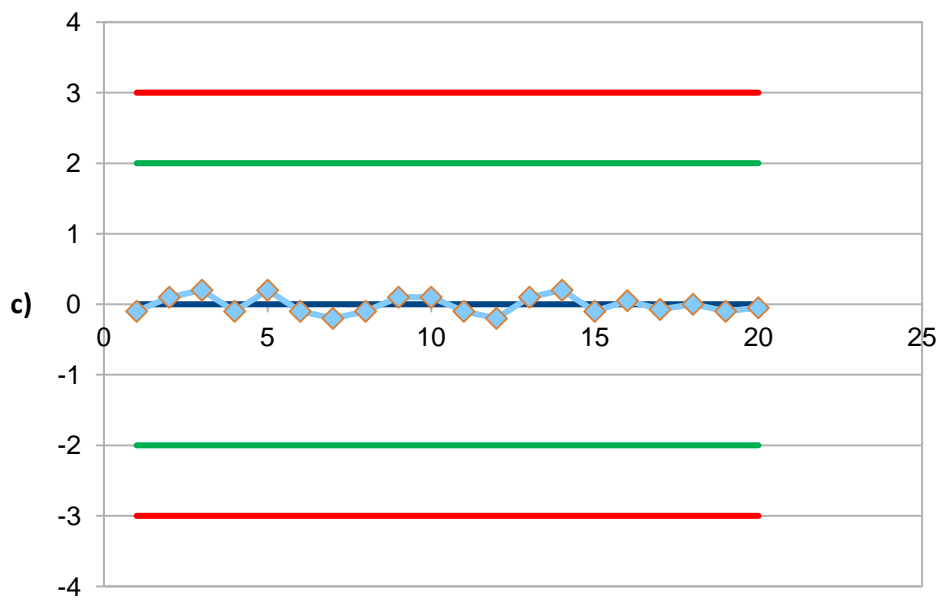
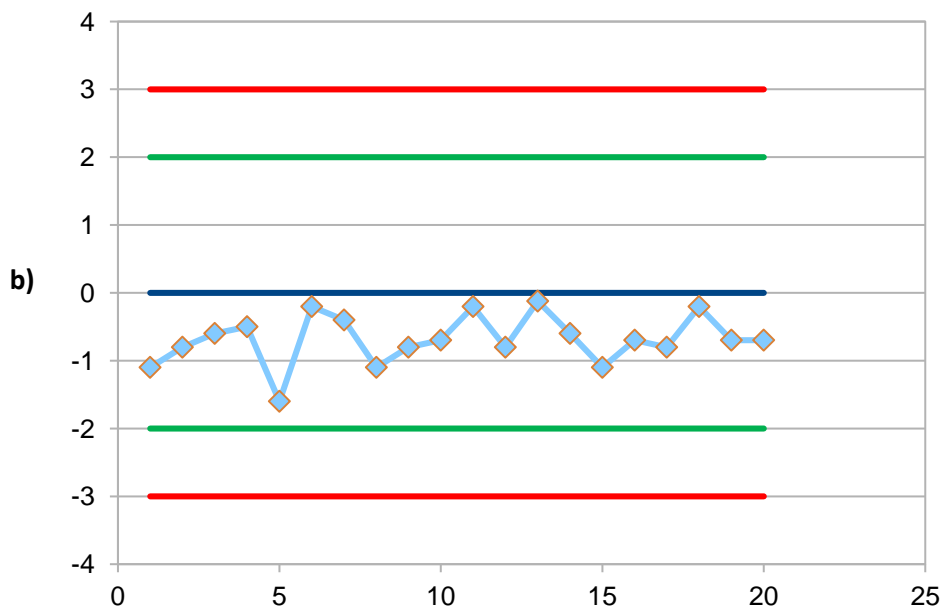
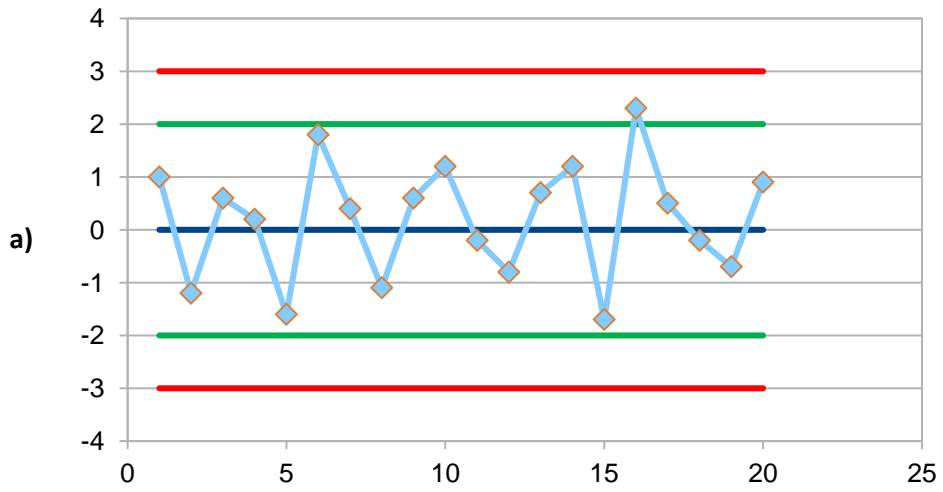
R= 0,9999

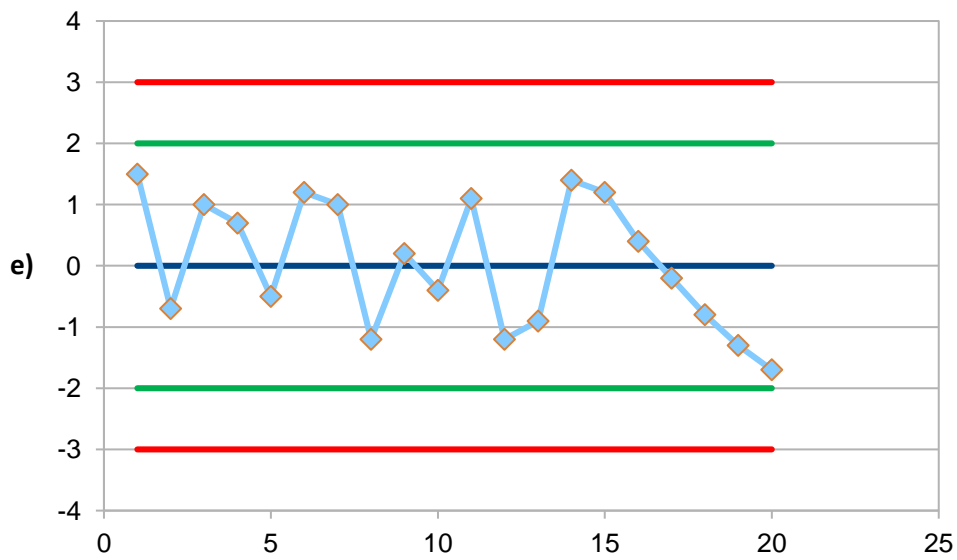
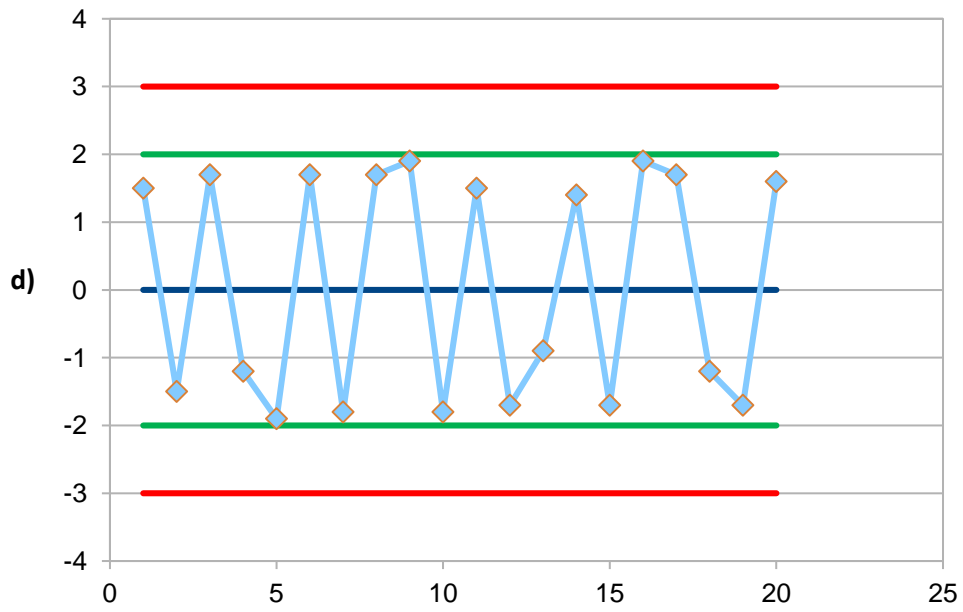
| Señal | x |
|-------|-----|
| 1560 | 120 |
| 1307 | 100 |
| 1035 | 80 |
| 771 | 60 |
| 522 | 40 |

4-En el control de calidad interno de un método se analiza periódicamente un material de referencia certificado para controlar la exactitud.

Vistos los siguientes gráficos de control del material de referencia, coméntelos en cuanto al método, la validación, los equipos, etc. ¿En qué casos se debería tomar alguna acción? ¿De qué tipo?

¿Qué significan las líneas de aviso y de control? ¿Por qué se establecen en 2s y 3s?





± 2s —
 ± 3s —