

Los Laboratorios Soivre prestan apoyo a los Centros de Inspección atendiendo a diversas necesidades de análisis. Para poder realizar esta labor es imprescindible una continua puesta a punto de métodos analíticos. Con este objetivo, nuestro laboratorio ha validado un método para la determinación cuantitativa de multiresiduos de plaguicidas en matrices de frutas, hortalizas y aceite de oliva.

Responda brevemente a las preguntas que se indican a continuación:

1. **SUPUESTO VALIDACION DE METODOS (Anexo 1)**

- 1.1. Indique técnicas que se utilizan habitualmente para la determinación de multiresiduos de plaguicidas. ¿Qué sistemas de detección son los más sensibles actualmente? (Puntos 0,4)
- 1.2. ¿Explique brevemente cual es el objetivo del laboratorio al validar un método de ensayo? (Puntos 0,4)
- 1.3. Enumere al menos 4 características o parámetros que se obtienen mediante un proceso de validación, sobre un método analítico. (Puntos 0,4)

La validación se ha realizado en el laboratorio durante 5 días, a 4 niveles de concentración diferentes y en varias matrices de los grupos arriba mencionados. En el Anexo I, se muestran los resultados obtenidos concretamente para el plaguicida “clorpirifos”:

- 1.4. ¿Cuál sería el rango o intervalo de trabajo del método analítico? ¿Que indica un rango de trabajo? (Puntos 0,4)
- 1.5. ¿Para qué se utiliza una curva de calibración? ¿Cómo se construye? (Puntos 0,4)
- 1.6. ¿Que indica el límite de cuantificación? cual es en el método validado. (Puntos 0,4)
- 1.7. ¿Que indica el límite de detección? (Puntos 0,4)
- 1.8. Si el resultado de una muestra analizada con nuestro método de ensayo es 25 mg/kg, ¿de qué forma debería expresar el resultado en el informe de ensayos? (Puntos 0,4)
- 1.9. Que expresa el valor de %RSD? (Puntos 0,4)
- 1.10. ¿Qué es la veracidad/exactitud de un método? ¿Cuál es el valor obtenido en mi método? (Puntos 0,4)

2. SUPUESTO CONTROL DE CALIDAD. GRAFICOS DE TENDENCIAS (Anexo 2)

- 2.1. ¿Cuál es el objetivo de los controles de calidad de un método de ensayo? (Puntos 0,4)
- 2.2. ¿Qué es un gráfico de control? (Puntos 0,4)
- 2.3. ¿A partir de que datos se construye un gráfico de control? ¿De dónde se obtienen esos datos? (Puntos 0,4)
- 2.4. Una vez construido el grafico, ¿de dónde se obtienen los valores que se representaran en él? (Puntos 0,4)

En el laboratorio se realizan varios métodos de análisis. Para cada uno de ellos se ha realizado un gráfico de control. En ellos se representa la evolución de los % de recuperación a lo largo del tiempo.

- 2.5. ¿Es adecuado establecer los mismos límites de control para todos los métodos analíticos?(Puntos 0,4)
- 2.6. ¿Considera algún método fuera de control? (Puntos 0,4)
- 2.7. ¿Algún método presenta algún tipo de tendencia? (Puntos 0,4)
- 2.8. -¿Cree que se refleja sesgo en los resultados de algún método? (Puntos 0,4)
- 2.9. ¿Qué método refleja mejores datos de exactitud? (Puntos 0,4)

3. **SUPUESTO CONTROL DE CALIDAD. EJERCICIOS INTERCOMPARACION**
(Anexo 3)

El laboratorio ha participado en un “ejercicio de intercomparación” junto con otros laboratorios. El ejercicio consistió en determinar el contenido del plaguicida “clorpirifos” en una muestra de matriz naranja.

Una vez enviados los resultados al organizador del ejercicio, este envía un informe final con los resultados de todos los participantes.

El informe final del organizador muestra los resultados del Anexo 3:

- 3.1. ¿Qué finalidad tiene la participación de un laboratorio en un ejercicio de intercomparacion? (Puntos 0,4)
- 3.2. -¿Considera aceptable el valor de Z-score obtenido por nuestro laboratorio? (Puntos 0,4)
- 3.3. ¿Qué laboratorio se acerca en mayor medida al valor real de la muestra, en función del valor de Z-score obtenido?, explique brevemente la razón. (Puntos 0,4)
- 3.4. ¿Considera que algún participante ha obtenido resultados no satisfactorios? ¿Y cuestionables? (Puntos 0,4)
- 3.5. Explique brevemente qué indica un valor de Z-score positivo. (Puntos 0,4)

4. **MUESTREO**

El servicio de inspección desea conocer si un determinado lote de naranjas es de producción ecológica. Para ello es necesario verificar que no contiene residuos de plaguicidas y realiza un envío al laboratorio de 1 Kg de dicho lote.

- 4.1. Explique brevemente la diferencia entre “población” y “muestra” en este caso.
(Puntos 0,2)

- 4.2. En cuanto a datos obtenidos experimentalmente en el laboratorio ¿que correspondería a población y a muestra? (Puntos 0,2)

ANEXO 1

Resultados validación “clorpirifos”:

	Puntos de la recta	Concentración mg/kg
LD	P1	5
LQ	P2	10
	P3	13
	P4	16
LS	P5	20

nivel mg/kg	día 1	día 2	día 3	día 4	promedio	desviación	RSDr%	% recuperación
10	10,1	9,99	9,1	10,2	9,8	0,5	5,13	98
13	13,1	12,9	12,8	13,2	13,0	0,2	1,40	100
16	16,2	16,1	15,9	15,8	16,0	0,2	1,14	100
20	20,1	20	19,8	19,9	20,0	0,1	0,65	100

RSDR%	2,99
% recuperación promedio:	99

ANEXO 2

Gráficos de tendencias:

Grafico a:

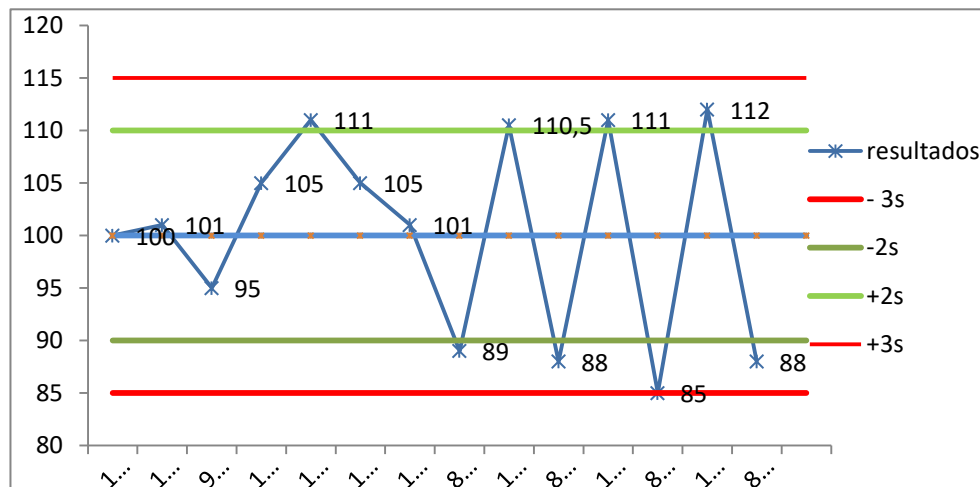


Grafico b:

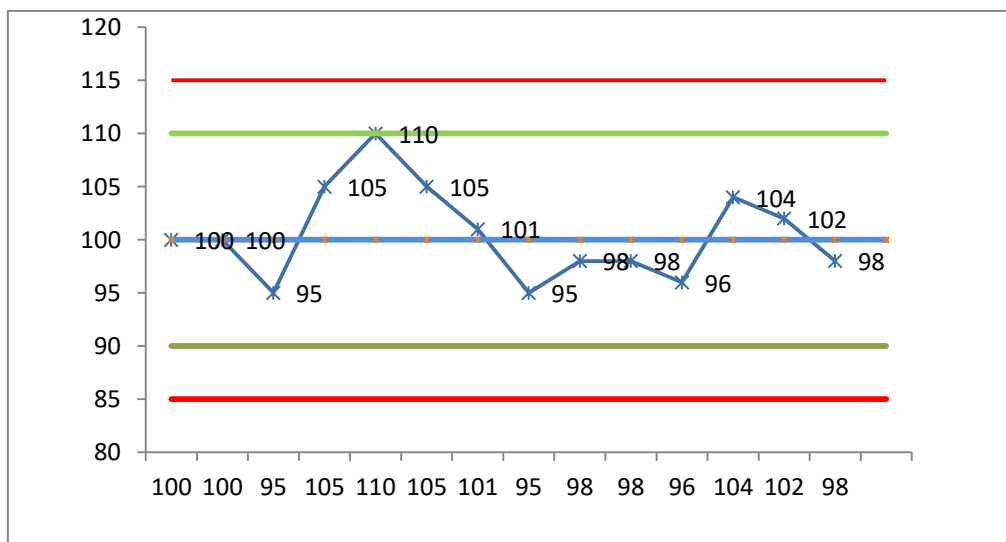


Grafico c:

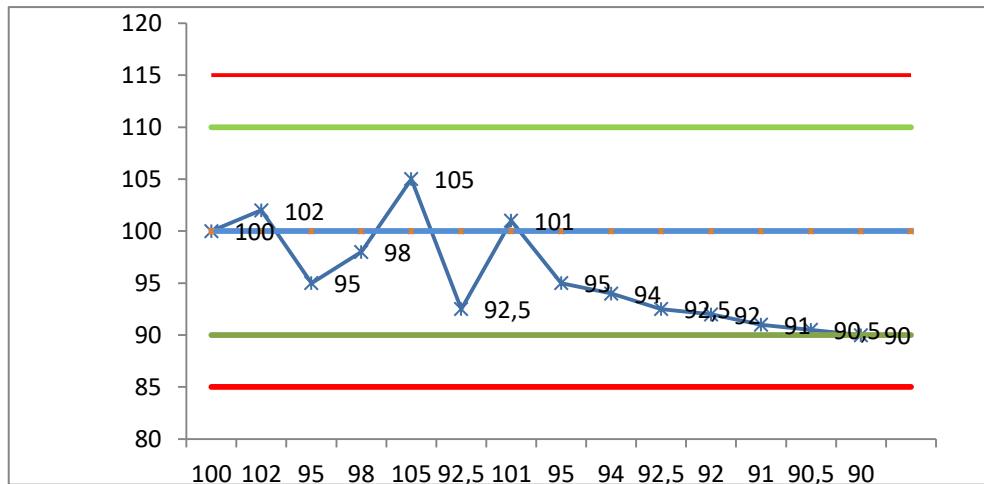


Grafico d

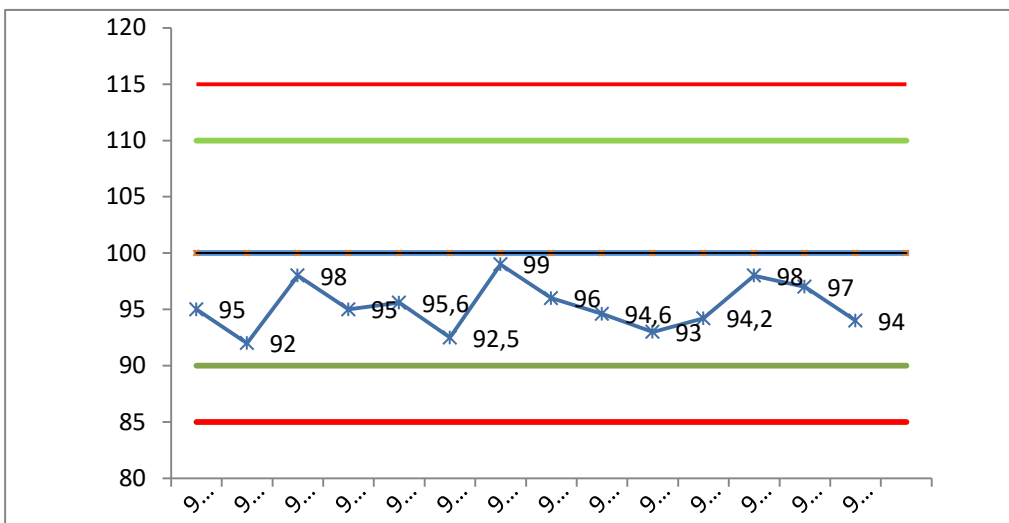
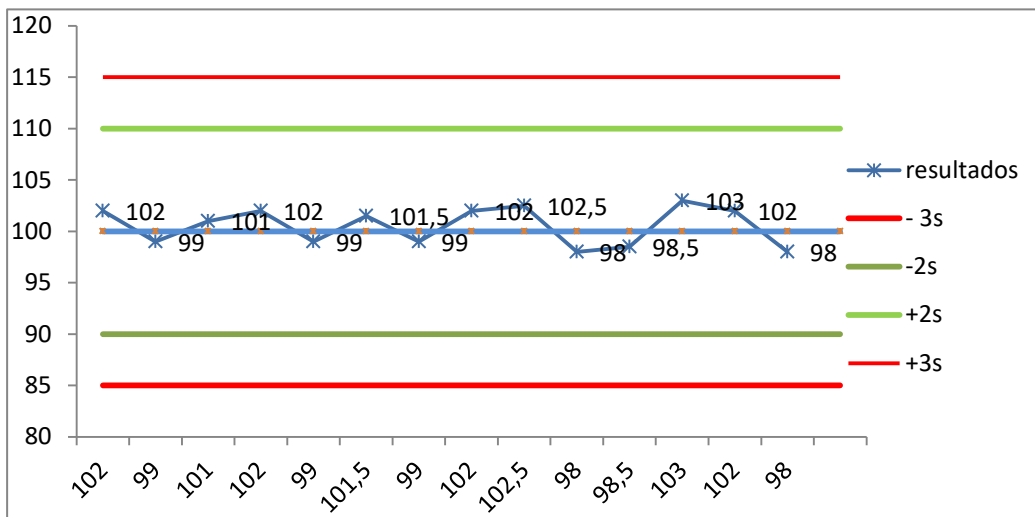


Grafico e:



ANEXO 3

Ejercicio de intercomparación:

Ensayo:	Clorpirifos en matriz naranja	
Valor de consenso mg/kg	10	
Sigma objetivo	2	
Nº Participantes después de eliminar valores discrepantes:	10	
Laboratorio participante	z-score	
1	-1,17	
2	0,90	
3	3,02	
4	-4,47	
5	2,82	
6	1,50	
7	0,07	
8	0,19	
9	0,10	
10	-0,98	

El número asignado a nuestro laboratorio por el organizador es el **Nº 8**.