



## TERCER EJERCICIO

**Especialidad Laboratorios Agroalimentarios**

**Supuesto nº2**

### PROBLEMA 1

Una muestra de control oficial de comercialización de productos fitosanitarios es analizada en el Laboratorio empleando la técnica de cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC).

**1.- Explique brevemente el fundamento de la cromatografía de líquidos y describa los componentes del equipo.**

### PROBLEMA 2

Según la etiqueta del producto fitosanitario analizado, su contenido en sustancia activa Glifosato es del 36% p/v. El método validado en el laboratorio indica un rango lineal de trabajo entre 0,12mg/mL y 0,58mg/mL.

**2.- Calcule el rango de pesos en que se deberían preparar las muestras de ensayo en un volumen de 100mL, siendo la densidad del producto fitosanitario 1,1672 g/cm<sup>3</sup>**

Se preparan 4 patrones de Glifosato de 0,12mg/mL, 0,25mg/mL, 0,39mg/mL y 0,58mg/mL, cuya área calculada en su cromatograma son 888, 1846, 2935 y 4321, obteniéndose una recta de calibrado  $y = 7487x - 10,698$ ; siendo  $x = \text{Concentración de Glifosato (mg/mL)}$  e  $y = \text{Área}$ .

A continuación se analizan dos submuestras preparadas con 87,2mg y 93,6mg en 100mL. Si el Área obtenida para cada una de ellas es de 2126,0 y 2276,8, respectivamente;

**3.- ¿Cuál es el contenido medio (expresado en %p/v) en Glifosato obtenido en el análisis del producto fitosanitario?**

4.- Si la incertidumbre relativa del método de análisis es del 3,0% y las tolerancias permitidas en el contenido declarado (indicadas en la Tabla 1); indique si el contenido señalado en el etiquetado está dentro del rango permitido.

Contenido declarado en g/kg o g/l a 20 ± 2 °C	Tolerancia
hasta 25	± 15% del contenido declarado para formulaciones “homogéneas” (EC, SC, SL, etc.), <u>o</u> ± 25% para formulaciones “heterogéneas” (GR, WG, etc.)
Superior a 25 y hasta 100	± 10% del contenido declarado
Superior a 100 y hasta 250	± 6% del contenido declarado
Superior a 250 y hasta 500	± 5% del contenido declarado
Superior a 500	± 25 g/kg or g/l
<u>Nota</u> En cada intervalo está incluido el límite superior	

Tabla 1. Manual sobre la elaboración y uso de las especificaciones de plaguicidas de la FAO y la OMS ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD Y ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA ALIMENTACIÓN Y LA AGRICULTURA Roma, 2017. ISBN 978-92-5-309265-9 (FAO), p44

### **PROBLEMA 3**

Dentro del plan de aseguramiento de la calidad del laboratorio se realiza un ensayo de aptitud el que se determina el contenido en sustancia activa de un producto fitosanitario. El valor medio obtenido es 16,5% con una incertidumbre expandida de 0,8%. Si el valor asignado por consenso es 16,9% con una incertidumbre expandida de 0,6% y desviación estándar diana de 0,3%.

5.- Determine, en base a los números “Z-Score” y “E<sub>n</sub>” si el desempeño del laboratorio es satisfactorio.

### **PROBLEMA 4**

Se emplea un material de referencia para realizar un gráfico control de valor central para controlar estadísticamente el proceso de una determinación analítica.

6.- Describa los parámetros que debe incluir el gráfico control y cómo se interpretan los resultados.