



**TestQual, S.L.**  
**(Servicios de Intercomparación)**

*Pol.Industrial Oeste,  
Av.Principal, Parcela 21/1  
C.P.30169 San Ginés, Murcia  
Teléfono: 868 949 486 / 676 367 555*



**INFORME FINAL TestQual 00**  
***Residuos de plaguicidas en fruta***

LABORATORIO PARTICIPANTE:

TestQual S.L.

CÓDIGO ASIGNADO:

TQ00-000-000

FECHA DE EMISIÓN DEL INFORME:

DD/MM/AAAA

## ÍNDICE

1. RESUMEN .....	3
2. MUESTRAS OBJETO DE LA COMPARACIÓN .....	4
3. PROCEDIMIENTOS DE MEDIDA.....	4
4. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO .....	5
5. RESULTADOS .....	8
6. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS Z-SCORES OBTENIDOS POR LOS LABORATORIOS .....	16
7. ESTUDIO DE HOMOGENEIDAD Y ESTABILIDAD DEL MATERIAL DE ESTUDIO .....	19
8. MÉTODOS UTILIZADOS POR LOS PARTICIPANTES.....	21
9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	27

*Este documento es un ejemplo de informe final de TestQual S.L. de un ejercicio de intercomparación de plaguicidas. Todos los códigos de participación, sus resultados y métodos son inventados y no corresponden con ningún laboratorio.*

## 1. RESUMEN

El objetivo del programa de intercomparación **TestQual 00 fruta** no es más que evaluar la competencia técnica de los laboratorios participantes para la medición de los parámetros cubiertos en el ejercicio.

En este programa de intercomparación se propuso la determinación de **residuos de plaguicidas** en **fruta**. Una vez estudiadas las solicitudes de participación (en función tanto de los límites de cuantificación para los analitos que investigue del laboratorio solicitante como de su situación geográfica), **veinticinco participantes** fueron aceptados, y se les envió el material de estudio en **mes de 2016**. El valor asignado de concentración para cada compuesto se calculó a partir de los resultados obtenidos por los participantes.

Se consideró que los resultados de cada laboratorio eran satisfactorios si el parámetro de z- score era de  $|z| \leq 2$ , cuestionables si  $2 < |z| \leq 3$  e insatisfactorio si  $|z| > 3$ .

A continuación se muestran las fechas más relevantes de la cronología del ejercicio:

FECHA	ACTIVIDAD	DIRIGIDO POR
DD/MM/AAAA	Fecha límite para el envío de solicitudes	Laboratorios participantes
DD/MM/AAAA	Fecha de envío de las muestras objeto de ensayo	Organizador
DD/MM/AAAA	Fecha límite para el envío de los resultados	Laboratorios participantes
Mes de 2016	Envío del Informe Final	Organizador

Coordinador del programa: Enrique Longueira ([elongueira@testqual.com](mailto:elongueira@testqual.com))

A cada laboratorio le fue asignado por la organización un código de laboratorio identificativo con el que participó en el ejercicio. Dichos códigos sólo son conocidos por el organizador y el propio participante, y fueron considerados confidenciales durante todo el ejercicio.

En el caso de que algún participante desee apelar contra la evaluación del desempeño del programa de intercomparación, debe enviar por escrito su apelación a [elongueira@testqual.com](mailto:elongueira@testqual.com), explicando las razones de la misma.

## 2. MUESTRAS OBJETO DE LA COMPARACIÓN

Se compraron aproximadamente **20Kg** de **fruta** ecológica en un comercio de Murcia y todo ello fue dopado con una disolución que contenía los siguientes estándares de plaguicidas:

ESTÁNDAR
VIBRANIUM-METILO
ADAMANTILO
INERTRON
2-HIDROXIVALORIO
PROMETIOMATO
ILIUMAZOL

Una vez contaminado se envasó en botes de 200 g de plástico con tapón de rosca, para una mejor conservación de la muestra, hasta que se realizara el envío a los participantes.

Diez de estas muestras fueron enviadas a analizar por el laboratorio colaborador para comprobar su homogeneidad, y 2 más se reservaron para hacer los ensayos de estabilidad. Estos ensayos fueron realizados por un laboratorio subcontratado (Laboratorio Químico Microbiológico, S.A.) acreditado por la normativa UNE-EN ISO/IEC 17025:2005.

Una vez comprobada la homogeneidad de las muestras, estas fueron enviadas a los participantes mediante mensajería urgente, en condiciones que aseguran la correcta recepción de las mismas.

## 3. PROCEDIMIENTOS DE MEDIDA

En este ejercicio los laboratorios debían de detectar y cuantificar la presencia de **residuos de plaguicidas** en las muestras enviadas siguiendo sus procedimientos habituales, y expresar sus resultados en **µg/Kg** rellenando completamente el formulario “Resultados” de su Área Privada de nuestra página web [www.testqual.com](http://www.testqual.com). Cada laboratorio debía de informar de un único resultado.

Las técnicas y métodos de análisis utilizados fueron elegidos por los participantes, y se detallan más adelante.

#### 4. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO

El número de cifras significativas y las unidades figuran tal y como fueron informadas por los participantes.

El cálculo del **valor asignado ( $X$ )** se determinó utilizando la media robusta de los resultados considerados como válidos para el cálculo estadístico (es decir, tras la eliminación de los valores aberrantes), según la norma ISO13528 en vigor.

Los valores considerados como **aberrantes** fueron previamente descartados para el cálculo del valor asignado utilizando las indicaciones del Protocolo Armonizado de la IUPAC, según el cual han sido considerados como aberrantes los resultados que se diferencien en más de un  $\pm 50\%$  de la mediana de todos los resultados informados por los participantes.

La **incertidumbre estándar ( $u_x$ )** se calculó mediante estadística robusta a partir de la siguiente fórmula:

$$u_x = 1,25 \times (s^*/\sqrt{p})$$

Siendo  $s^*$  la desviación estándar robusta de los resultados y  $p$  el número de resultados considerados como válidos.

La **desviación estándar para la evaluación del desempeño**, también llamada **desviación estándar objetivo**, ( $\hat{\sigma}$ ) se obtuvo de la fórmula:

$$\hat{\sigma} = b_i \times X$$

Siendo  $b_i = \%_{DSRA} / 100$ , donde  $\%_{DSRA}$  es la desviación estándar relativa asignada.

En este caso, la desviación estándar relativa asignada es del **25%**. Este valor fue fijado previamente por la organización e informado en el protocolo del ejercicio, basándose en la amplia experiencia de TestQual organizando ejercicios similares.

La **evaluación del desempeño** de los laboratorios participantes se realizó de acuerdo con los procedimientos aceptados internacionalmente y que se citan en el apartado de referencias bibliográficas de este informe.

El criterio utilizado es el parámetro  $z$ , definido de la siguiente manera:

$$z = (x - X) / \hat{\sigma}$$

Donde  $x$  es el valor dado por cada laboratorio,  $X$  es el valor asignado y  $\hat{\sigma}$  es la desviación estándar objetivo del ejercicio, para cada uno de los analitos.

El valor de  $z$ -score podrá ser interpretado como se muestra:

	$ Z  \leq 2$	Satisfactorio
$2 <$	$ Z  \leq 3$	Cuestionable
	$ Z  > 3$	Insatisfactorio

Falsos negativos: son analitos presentes en la muestra por encima del límite de cuantificación del ejercicio establecido previamente por TestQual, S.L. (**10 $\mu$ g/Kg en el caso de plaguicidas**), que no han sido informados como detectados por el laboratorio participante. A estos resultados se les calcula un valor de  $z$ -score derivado de asignarle a dicho laboratorio un resultado equivalente al límite de cuantificación del propio laboratorio para el analito en cuestión dividido entre 2.

Falsos positivos: son analitos informados por el laboratorio participante por encima del límite de cuantificación establecido por TestQual para este ejercicio (**10 $\mu$ g/Kg en el caso de plaguicidas**), que no han sido utilizados en la preparación de la muestra ni detectados por el laboratorio colaborador de TestQual, S.L. encargado de realizar los análisis previos. Serán informados en la tabla 3.

Test de homogeneidad: una vez preparadas las muestras objeto de ensayo, se han escogido 10 de ellas de forma aleatoria y enviado a analizar por duplicado y en condiciones de reproducibilidad, a nuestro laboratorio colaborador. Una vez recibidos los resultados, se realizó su estudio estadístico de acuerdo con el Protocolo Armonizado publicado por la IUPAC.

El criterio de aceptación para asegurar que las muestras son homogéneas para el ejercicio de intercomparación fue que  $S_{sam}^2 < c$ , donde  $S_{sam}$  es la desviación estándar entre las muestras y  $c = F_1 * \sigma_{all}^2 + F_2 S_{an}^2$ .  $F_1$  y  $F_2$  son constantes de 1.88 y 1.01 respectivamente, para 10 muestras, y  $\sigma_{all}^2 = (0,3 \hat{\sigma})^2$ , donde  $\hat{\sigma}$  es la desviación estándar para la evaluación de la aptitud:  $\hat{\sigma} = 0,25 \times X$ , donde,  $X$  es la media de los 20 valores.

**Test de estabilidad:** una vez preparadas las muestras objeto de ensayo, se separan 3 de ellas al azar, que se enviarán a analizar por duplicado a nuestro laboratorio colaborador antes, durante, y después de la realización del ejercicio (una vez todos los laboratorios hayan enviado sus resultados). Según se reciben los resultados, se realizó un estudio estadístico basándose en las recomendaciones de la Guía SANTE/11945/2015 (30 Noviembre – 1 Diciembre 2015 rev.0) en cuanto a la estabilidad de los plaguicidas. El criterio de aceptación para asegurar que las muestras han sido estables durante todo el tiempo que ha durado el ejercicio es el siguiente:

$$|(X_{t1} - X_{t2}) / X_{t1}| \times 100 \leq 10\%$$

$$|(X_{t1} - X_{t3}) / X_{t1}| \times 100 \leq 10\%$$

Siendo  $|(X_{t1} - X_{tn}) / X_{t1}|$  la diferencia entre las medias de las muestras analizadas antes, durante, y al final del ejercicio.

\*Los resultados de ambos test se muestran más adelante.

## 5. RESULTADOS

Los **resultados** enviados por los laboratorios y su evaluación del desempeño se muestran a continuación:

CÓDIGO DEL LABORATORIO	VIBRANIUM-METILO ( $\bar{X}=204,75 \mu\text{g/Kg}$ ) ( $u_x=13,23 \mu\text{g/Kg}$ )			ADAMANTILO ( $\bar{X}=61,24 \mu\text{g/Kg}$ ) ( $u_x=4,51 \mu\text{g/Kg}$ )		
	X ( $\mu\text{g/Kg}$ )	LC ( $\mu\text{g/Kg}$ )	z-score	X ( $\mu\text{g/Kg}$ )	LC ( $\mu\text{g/Kg}$ )	z-score
TQ16-000-001	167	10,0	-0,6	59	10,0	-0,1
TQ16-000-002	245	10,0	1,5	65	10,0	0,2
TQ16-000-003	196	10,0	-0,1	NA		
TQ16-000-004	205	10,0	0,2	NA		
TQ16-000-005	171	10,0	-0,5	70	10,0	0,5
TQ16-000-006	NO	10,0	-3,3	76	10,0	0,8
TQ16-000-007	179	10,0	-1,1	56	10,0	-0,3
TQ16-000-008	160	10,0	-0,7	43	10,0	-1,0
TQ16-000-009	223	10,0	0,3	45	10,0	-0,9
TQ16-000-010	173	10,0	-0,5	48	10,0	-0,7
TQ16-000-011	211	20,0	0,1	93	20,0	1,7
TQ16-000-012	180	10,0	-1,3	71	10,0	0,5
TQ16-000-013	208	10,0	0,1	79	10,0	1,0
TQ16-000-014	226	20,0	1,5	131*	20,0	3,8
TQ16-000-015	198	10,0	0,2	73	10,0	0,6
TQ16-000-016	189	10,0	-0,3	66	10,0	0,3
TQ16-000-017	230	20,0	0,4	62	20,0	0,0
TQ16-000-018	202	10,0	0,3	81	10,0	1,1
TQ16-000-019	188	10,0	-0,6	39	10,0	-1,2
TQ16-000-020	250	10,0	1,3	72	10,0	0,6
TQ16-000-021	215	10,0	0,2	60	10,0	-0,1
TQ16-000-022	327*	10,0	2,0	38	10,0	-1,3
TQ16-000-023	NA			55	10,0	-0,3
TQ16-000-024	170	10,0	-0,6	131*	10,0	3,8
TQ16-000-025	244	10,0	1,0	42	10,0	-1,0

CÓDIGO DEL LABORATORIO	INERTRON ( $\bar{X}=85,86 \mu\text{g/Kg}$ ) ( $u_x=7,73 \mu\text{g/Kg}$ )			2-HIDROXIVALORIO ( $\bar{X}=117,86 \mu\text{g/Kg}$ ) ( $u_x=7,12 \mu\text{g/Kg}$ )		
	X ( $\mu\text{g/Kg}$ )	LC ( $\mu\text{g/Kg}$ )	z-score	X ( $\mu\text{g/Kg}$ )	LC ( $\mu\text{g/Kg}$ )	z-score
TQ16-000-001	107	10	0,8	88	10,0	-0,8
TQ16-000-002	NA			148	10,0	0,9
TQ16-000-003	NA			155	10,0	1,1
TQ16-000-004	96	10	0,4	112	10,0	-0,2
TQ16-000-005	85	10	0,0	160	10,0	1,2
TQ16-000-006	93		0,3	42*	10,0	-2,1
TQ16-000-007	111	10	1,0	136	10,0	0,5
TQ16-000-008	90	10	0,2	135	10,0	0,5
TQ16-000-009	112	10	1,0	117	10,0	0,0
TQ16-000-010	106	10	0,8	99	10,0	-0,5
TQ16-000-011	151*	10	2,5	140	10,0	0,6
TQ16-000-012	81	10	-0,2	80	10,0	-1,1
TQ16-000-013	60	10	-1,0	113	10,0	-0,1
TQ16-000-014	109	10	0,9	51*	10,0	-1,9
TQ16-000-015	51	10	-1,4	109	10,0	-0,3
TQ16-000-016	97	10	0,4	126	10,0	0,2
TQ16-000-017	174*	10	3,4	98	10,0	-0,6
TQ16-000-018	95	10	0,4	92	10,0	-0,7
TQ16-000-019	58	10	-1,1	130	10,0	0,3
TQ16-000-020	53	10	-1,3	142	10,0	0,7
TQ16-000-021	100	10	0,5	82	10,0	-1,0
TQ16-000-022	56	10	56	201*	10,0	2,4
TQ16-000-023	57	10	57	125	10,0	0,2
TQ16-000-024	104	10	104	115	10,0	-0,1
TQ16-000-025	82	10	82	93	10,0	-0,7

LC: Límite de cuantificación

NA: Plaguicida no analizado (no estudiado) por el laboratorio participante

NO: Plaguicida no informado (por el laboratorio participante): falso negativo

\*Resultado considerado aberrante, por lo que no ha sido tenido en cuenta en el cálculo del valor asignado

CÓDIGO DEL LABORATORIO	PROMETIOMATO ( $\bar{X}$ =175,97 $\mu\text{g/Kg}$ ) ( $u_x$ =12,83 $\mu\text{g/Kg}$ )			ILIUMAZOL ( $\bar{X}$ =149,68 $\mu\text{g/Kg}$ ) ( $u_x$ =10,81 $\mu\text{g/Kg}$ )		
	X ( $\mu\text{g/Kg}$ )	LC ( $\mu\text{g/Kg}$ )	z-score	X ( $\mu\text{g/Kg}$ )	LC ( $\mu\text{g/Kg}$ )	z-score
TQ16-000-001	204	10	0,5	151	10	0,0
TQ16-000-002	133	10	-0,8	236*	10	1,9
TQ16-000-003	149	10	-0,5	148	10	0,0
TQ16-000-004	211	10	0,7	134	10	-0,3
TQ16-000-005	135	10	-0,8	103	10	-1,0
TQ16-000-006	291*	10	2,2	52*	10	-2,2
TQ16-000-007	166	10	-0,2	196	10	1,0
TQ16-000-008	237	10	1,2	167	10	0,4
TQ16-000-009	170	10	-0,1	229*	10	1,8
TQ16-000-010	165	10	-0,2	180	10	0,7
TQ16-000-011	205	10	0,5	122	10	-0,6
TQ16-000-012	177	10	0,0	179	10	0,7
TQ16-000-013	301*	10	2,4	112	10	-0,8
TQ16-000-014	95	10	-1,5	183	10	0,7
TQ16-000-015	216	10	0,8	178	10	0,6
TQ16-000-016	236	10	1,1	192	10	0,9
TQ16-000-017	195	10	0,4	113	10	-0,8
TQ16-000-018	236	10	1,1	130	10	-0,4
TQ16-000-019	138	10	-0,7	NO	10	-3,2
TQ16-000-020	172	10	-0,1	108	10	-0,9
TQ16-000-021	160	10	-0,3	141	10	-0,2
TQ16-000-022	109	10	-1,3	110	10	-0,9
TQ16-000-023	238	10	1,2	197	10	1,1
TQ16-000-024	91	10	-1,6	232*	10	1,8
TQ16-000-025	191	10	0,3	NA		

LC: Límite de cuantificación

NA: Plaguicida no analizado (no estudiado) por el laboratorio participante

NO: Plaguicida no informado (por el laboratorio participante): falso negativo

\*Resultado considerado aberrante, por lo que no ha sido tenido en cuenta en el cálculo del valor asignado

**TABLA 1: FALSOS POSITIVOS Y FALSOS NEGATIVOS**

FALSOS POSITIVOS:

LABORATORIO	ANALITO	LC ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ )	RESULTADO
TQ16-000-020	2-METILETILIO	20	42
TQ16-000-021	BUTILDIFENOLIO	10	11

FALSOS NEGATIVOS:

LABORATORIO	ANALITO	LC ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ )	RESULTADO
TQ16-000-006	VIBRANIUM-METILO	10	NO DETECTADO
TQ16-000-019	ILIUMILAZOL	10	NO DETECTADO

**ANOTACIONES DE LOS PARTICIPANTES:**

- **TQ16-000-023:** informó de la presencia del plaguicida VIBRANIUM-METILO, pero no fue cuantificado al no estar incluido en el método GC-MS/MS

TABLA 2: VALOR ASIGNADO Y DESVIACIÓN ESTÁNDAR OBJETIVO

ANALITO	NÚMERO DE DATOS*	VALOR ASIGNADO (µg/Kg)	INCERTIDUMBRE (µg/Kg)	%DSR <sub>A</sub>	DESVIACIÓN ESTÁNDAR OBJETIVO (µg/Kg)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR ROBUSTA (µg/Kg)
VIBRANIUM-METILO	22	204,75	13,23	25%	62,42	49,63
ADAMANTILO	21	61,24	4,51	25%	18,37	16,53
INERTRON	21	85,86	6,60	25%	25,76	24,21
2-HIDROXIVALORIO	22	117,86	7,12	25%	35,36	26,70
PROMETIOMATO	23	175,97	12,83	25%	52,79	49,21
ILIUMAZOL	19	149,68	10,81	25%	44,91	25,19

*\*datos con los que se ha calculado el valor asignado (la media robusta), por lo que no se han tenido en cuenta los resultados considerados aberrantes*

TABLA 3: Z-SCORES SATISFACITORIOS, CUESTIONABLES E INSATISFACITORIOS

ANALITO	NÚMERO DE Z-SCORES*	% SATISFACITORIOS	% CUESTIONABLES	% INSATISFACITORIOS
VIBRANIUM-METILO	24	96	0	4
ADAMANTILO	23	92	0	8
INERTRON	23	92	4	4
2-HIDROXIVALORIO	25	92	8	0
PROMETIOMATO	25	92	8	0
ILIUMAZOL	24	92	4	4

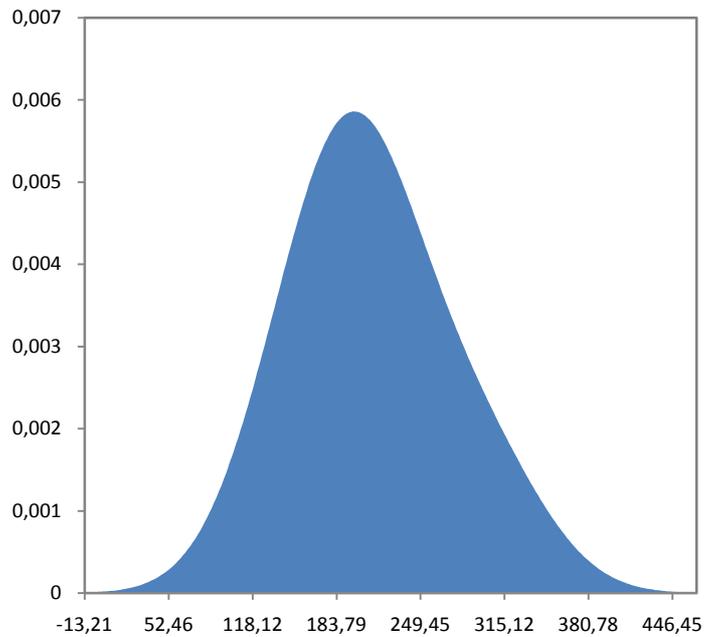
*\*Se ha calculado z-score a todos los resultados informados por los participantes, así como a los resultados informados como No Detectados, de acuerdo con lo expuesto en el protocolo del ejercicio*

**DISTRIBUCIÓN DE RESULTADOS (DENSIDAD DE KERNEL):**

Distribución de todos los resultados aportados por los laboratorios.

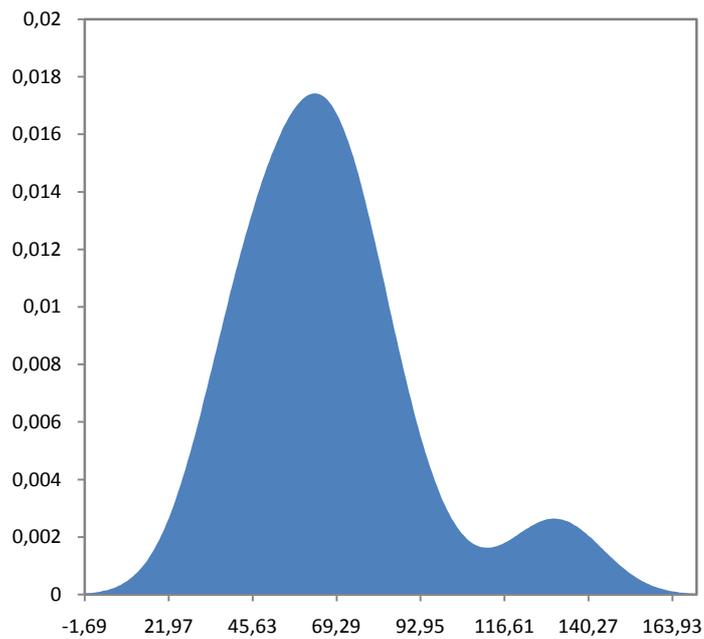
VIBRANIUM-METILO

**Kernel Density Plot**  
**Fixed h: 46.07**



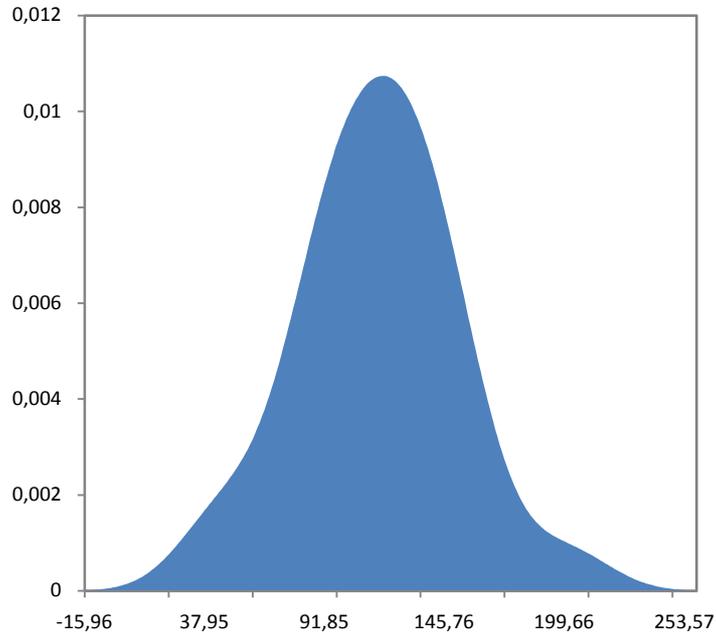
ADAMANTILO

**Kernel Density Plot**  
**Fixed h: 13.23**



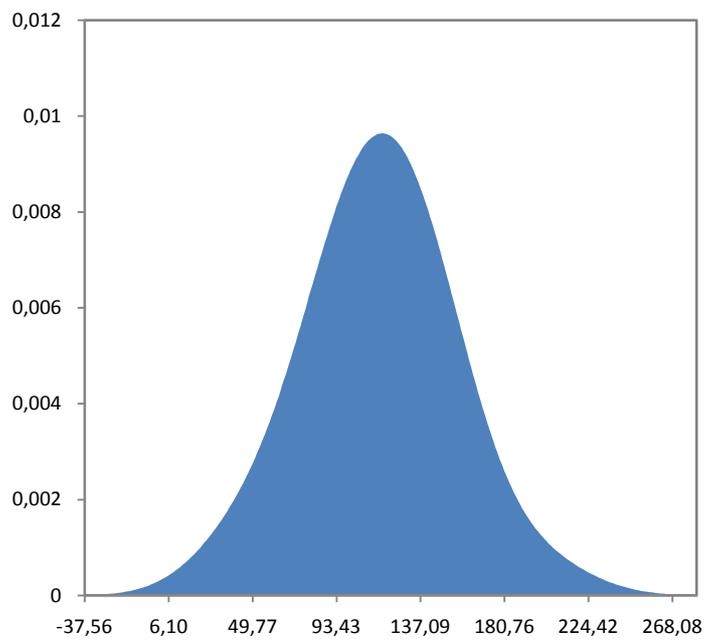
INERTRON

Kernel Density Plot  
Fixed h: 19.32



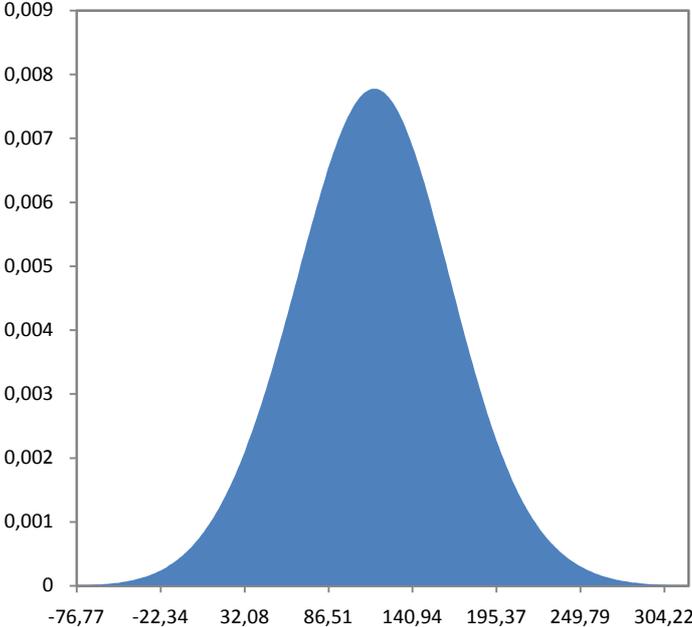
2-HIDROXIVALORIO

Kernel Density Plot  
Fixed h: 26.52



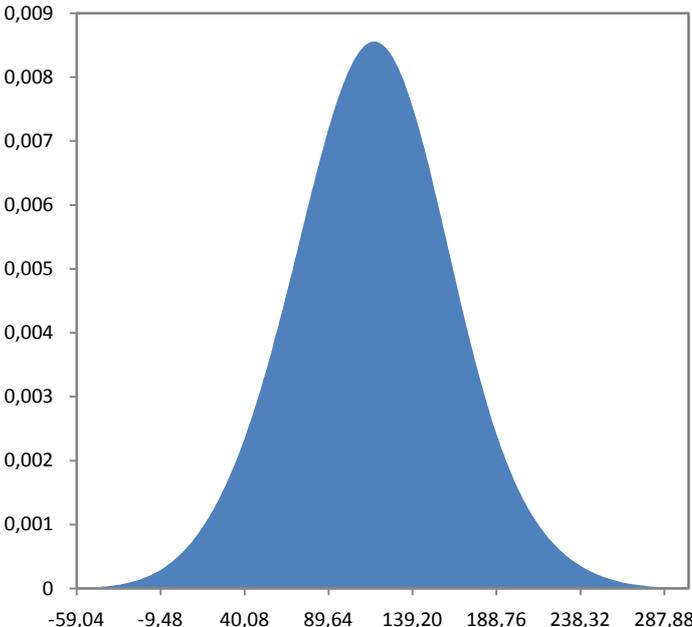
PROMETIOMATO

**Kernel Density Plot**  
**Fixed h: 39.59**



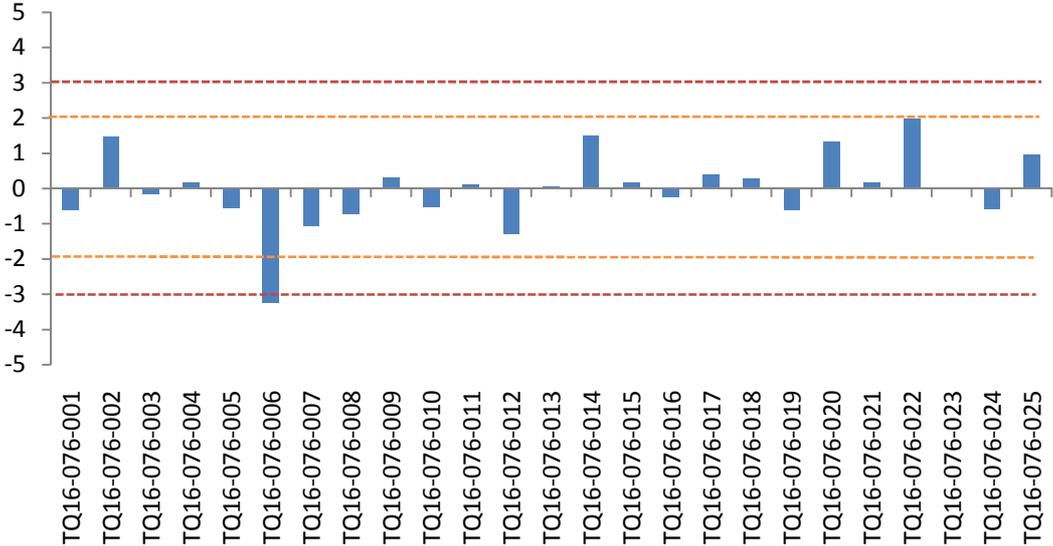
ILIUMAZOL

**Kernel Density Plot**  
**Fixed h: 33.68**

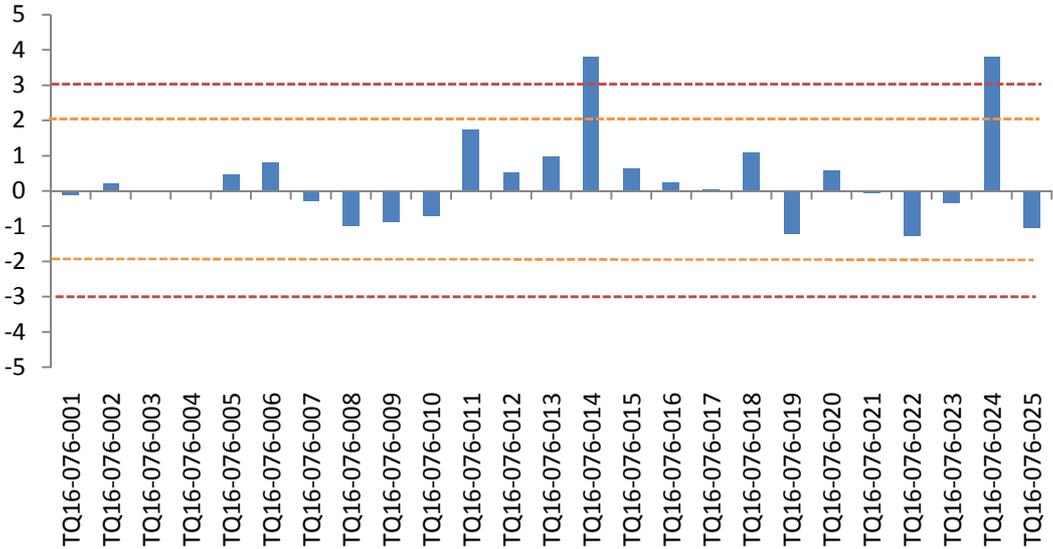


6. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS Z-SCORES OBTENIDOS POR LOS LABORATORIOS

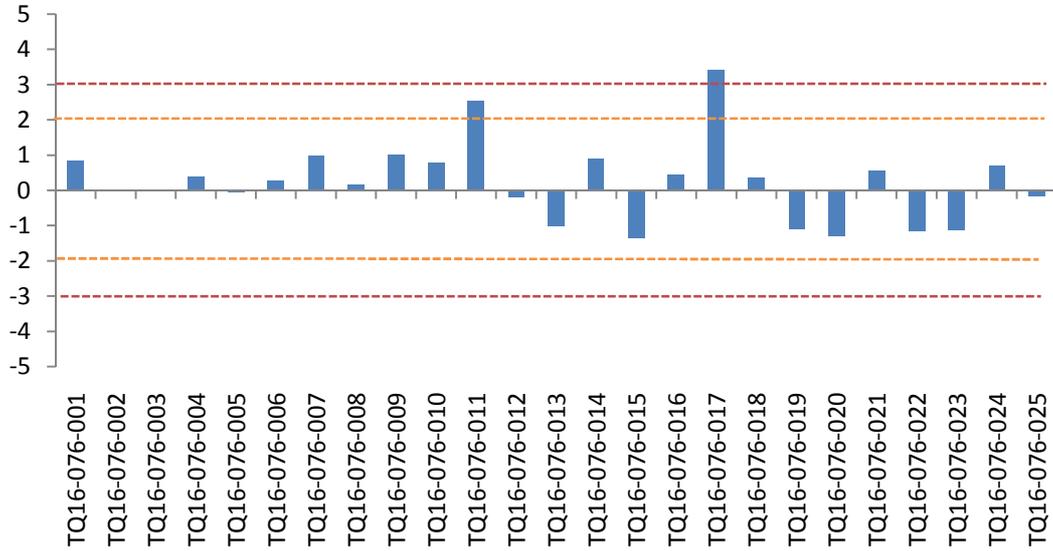
VIBRANIUM-METILO



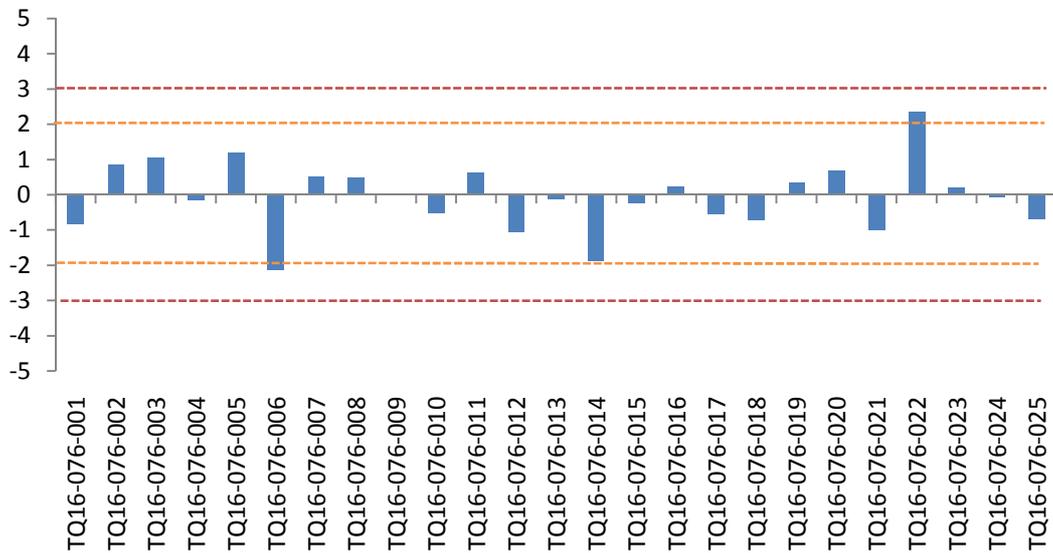
ADAMANTILO



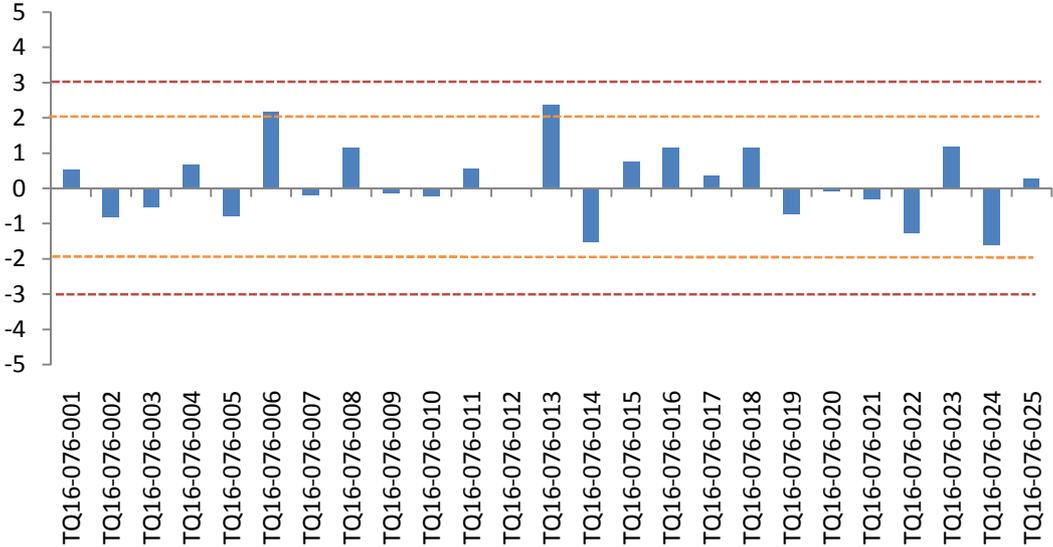
INERTRON



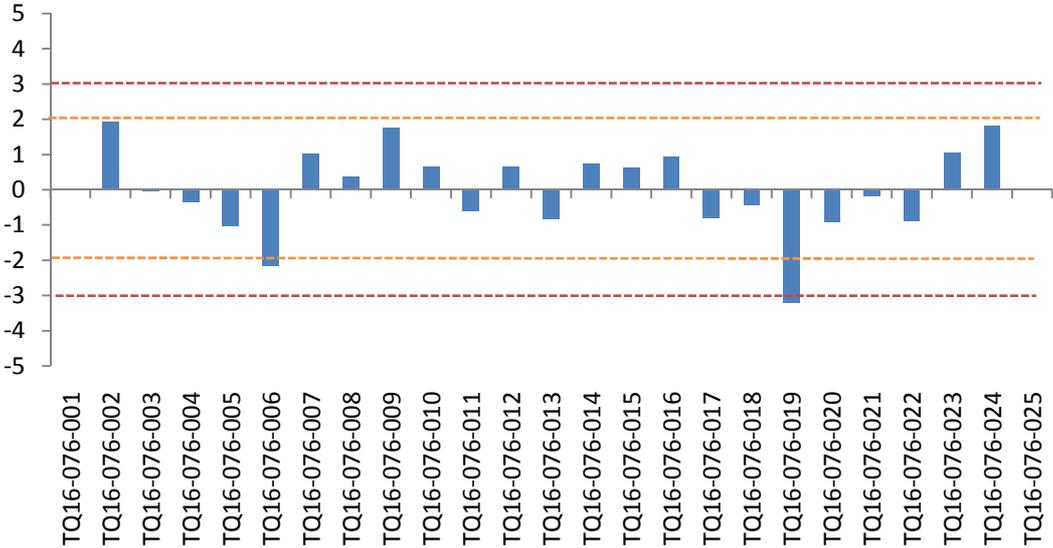
2-HIDROXIVALORIO



PROMETIOMATO



ILIUMAZOL



## 7. ESTUDIO DE HOMOGENEIDAD Y ESTABILIDAD DEL MATERIAL DE ESTUDIO

Los resultados de estas experiencias no tendrán ningún valor como medida de concentración absoluta en el material de ensayo sino como valor relativo entre ellos.

### HOMOGENEIDAD ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ ):

	VIBRANIUM-METILO		ADAMANTILO		INERTRON		2-HIDROXIVALORIO		PROMETIOMATO		ILIUMAZOL	
	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A1	A2	A1	A2
<b>MUESTRA 1</b>	195	194	48	54	84	83	125	112	171	181	143	158
<b>MUESTRA 2</b>	171	200	64	47	87	70	114	122	165	169	156	151
<b>MUESTRA 3</b>	174	207	57	63	98	95	123	130	182	179	138	157
<b>MUESTRA 4</b>	215	206	62	45	85	76	128	129	177	175	135	159
<b>MUESTRA 5</b>	179	185	59	40	82	88	113	121	184	166	139	132
<b>MUESTRA 6</b>	228	230	55	41	72	92	124	111	168	176	155	140
<b>MUESTRA 7</b>	197	182	49	60	99	83	119	110	185	183	162	137
<b>MUESTRA 8</b>	201	214	43	51	77	80	118	126	174	172	160	150
<b>MUESTRA 9</b>	218	223	50	46	81	86	116	115	167	173	144	134
<b>MUESTRA 10</b>	202	175	65	42	93	78	120	127	180	181	163	145
<b>Criterio de aceptación*</b>	<i>Cumple</i>		<i>Cumple</i>		<i>Cumple</i>		<i>Cumple</i>		<i>Cumple</i>		<i>Cumple</i>	

\*Cumple las exigencias del Protocolo Armonizado 2006 de la IUPAC (ver pg.6 del informe)

**ESTABILIDAD ( $\mu\text{g/Kg}$ ):**

	VIBRANIUM-METILO		ADAMANTILO		INERTRON		2-HIDROXIVALORIO		PROMETIOMATO		ILIUMAZOL	
	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>
t <sub>1</sub>	206	182	59	40	72	92	118	126	174	172	143	158
t <sub>2</sub>	185	214	55	41	99	83	116	127	167	173	156	151
t <sub>3</sub>	205	198	49	60	77	80	120	115	180	181	138	157
<b>Criterio de aceptación* (Diferencia <math>\leq 10\%</math>)</b>	Cumple		Cumple		Cumple		Cumple		Cumple		Cumple	

t<sub>1</sub>: Muestra analizada antes del envío de las muestras (estudio de homogeneidad)

t<sub>2</sub>: Muestra analizada durante el plazo de entrega de resultados

t<sub>3</sub>: Muestra analizada al finalizar el plazo de entrega de resultados

\*Criterios de aceptación basados en la Guía SANCO/12571/2013 (ver pg.6 del informe)

## 8. MÉTODOS UTILIZADOS POR LOS PARTICIPANTES

### VIBRANIUM-METILO:

CÓDIGO DEL LABORATORIO	¿MÉTODO ACREDITADO?	PESO (g)	DISOLVENTE DE EXTRACCIÓN	TÉCNICA DE EXTRACCIÓN	TIPO DE CALIBRACIÓN	TÉCNICA DE ANÁLISIS
TQ16-000-001	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-002	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-003	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-004	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-005	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC/MSMS–LC/MSMS
TQ16-000-006						
TQ16-000-007	NO	15	Éter de petróleo/ Diclorometano	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-008	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-009	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-010	SI	15	Acetonitrilo	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-011	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-012	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-013	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-014	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-015	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-016	SI	15	AcEt	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-017	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-018	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-019	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-020	SI	15	AcEt	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-021	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-022	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-023						
TQ16-000-024	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-025	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS

**ADAMANTILO:**

CÓDIGO DEL LABORATORIO	¿MÉTODO ACREDITADO?	PESO (g)	DISOLVENTE DE EXTRACCIÓN	TÉCNICA DE EXTRACCIÓN	TIPO DE CALIBRACIÓN	TÉCNICA DE ANÁLISIS
TQ16-000-001	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-002	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-003						
TQ16-000-004						
TQ16-000-005	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC/MSMS–LC/MSMS
TQ16-000-006	NO	15	Éter de petróleo/ Diclorometano	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-007	NO	15	Éter de petróleo/ Diclorometano	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-008	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-009	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-010	SI	15	Acetonitrilo	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-011	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-012	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-013	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-014	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-015	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-016	SI	15	AcEt	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-017	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-018	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-019	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-020	SI	15	AcEt	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-021	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-022	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-023	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-024	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC–MSMS/SC–BW
TQ16-000-025	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS

**INERTRON:**

CÓDIGO DEL LABORATORIO	¿MÉTODO ACREDITADO?	PESO (g)	DISOLVENTE DE EXTRACCIÓN	TÉCNICA DE EXTRACCIÓN	TIPO DE CALIBRACIÓN	TÉCNICA DE ANÁLISIS
TQ16-000-001	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-002	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-003						
TQ16-000-004						
TQ16-000-005	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC/MSMS–LC/MSMS
TQ16-000-006	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-007	NO	15	Éter de petróleo/ Diclorometano	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-008	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-009	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-010	SI	15	Acetonitrilo	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-011	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-012	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-013	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-014	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-015	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-016	SI	15	AcEt	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-017	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-018	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	GC – MS/MS
TQ16-000-019	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-020	SI	15	AcEt	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-021	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-022	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-023	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC–MSMS/SC–BW
TQ16-000-024	NO	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-025	SI	10	Acetona/acetato de etilo/ ciclohexano	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS

**2-HIDROXIVALORIO:**

CÓDIGO DEL LABORATORIO	¿MÉTODO ACREDITADO?	PESO (g)	DISOLVENTE DE EXTRACCIÓN	TÉCNICA DE EXTRACCIÓN	TIPO DE CALIBRACIÓN	TÉCNICA DE ANÁLISIS
TQ16-000-001	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-002	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-003	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-004	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-005	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-006	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-007	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-008	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-009	SI	10	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-010	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-011	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-012	SI	10	Etil acetato	Extracción con disolventes	Matricial – Adiciones estándar	HPLC – MS/MS
TQ16-000-013	NO	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-014	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-015	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-016	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-017	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-018	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-019	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-020	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-021	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-022	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-023	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-024	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-025	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS

**PROMETIOMATO:**

CÓDIGO DEL LABORATORIO	¿MÉTODO ACREDITADO?	PESO (g)	DISOLVENTE DE EXTRACCIÓN	TÉCNICA DE EXTRACCIÓN	TIPO DE CALIBRACIÓN	TÉCNICA DE ANÁLISIS
TQ16-000-001	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-002	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-003	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-004	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-005	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-006	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-007	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-008	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-009	SI	10	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-010	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-011	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-012	SI	10	Etil acetato	Extracción con disolventes	Matricial – Adiciones estándar	HPLC – MS/MS
TQ16-000-013	NO	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-014	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-015	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-016	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-017	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-018	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-019	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-020	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-021	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-022	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-023	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-024	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-025	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS

**TERBUTILAZINA:**

CÓDIGO DEL LABORATORIO	¿MÉTODO ACREDITADO?	PESO (g)	DISOLVENTE DE EXTRACCIÓN	TÉCNICA DE EXTRACCIÓN	TIPO DE CALIBRACIÓN	TÉCNICA DE ANÁLISIS
TQ16-000-001	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-002	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-003	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-004	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-005	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-006	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-007	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-008	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-009	SI	10	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-010	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-011	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-012	SI	10	Etil acetato	Extracción con disolventes	Matricial – Adiciones estándar	HPLC – MS/MS
TQ16-000-013	NO	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-014	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-015	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-016	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-017	NO	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-018	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-019						
TQ16-000-020	SI	15	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-021	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-022	SI	10	Acetonitrilo / Agua	QuEchERS	Matricial – Estándar externo	HPLC – MS/MS
TQ16-000-023	SI	15	AcEt	Extracción con disolventes	Matricial – Estándar externo	GC – MS/MS
TQ16-000-024	SI	10	Acetonitrilo	QuEchERS	Matricial – Estándar interno	HPLC – MS/MS
TQ16-000-025						

## 9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Nuestros ejercicios están basados en las normas siguientes:

- *UNE-EN ISO/IEC 17043, en vigor, que regula los requisitos que exigidos a un organizador para la correcta preparación y desarrollo de los programas de intercomparación.*
- *ISO 13528, en vigor, normativa que describe los cálculos estadísticos exigidos y recomendados.*
- *THE INTERNATIONAL HARMONIZED PROTOCOL FOR THE PROFICIENCY TESTING OF ANALYTICAL CHEMISTRY LABORATORIES, en vigor, documento IUPAC que recoge la sistemática seguida en los ensayos de homogeneidad.*
- *SANCO 12571/2013, Guidance document on analytical quality control.*

**FIN DEL INFORME**

