



TRIBUNAL CALIFICADOR PRUEBAS SELECTIVAS
TÉCNICO/A SUPERIOR (CC. QUIMICAS)
AYUNTAMIENTO DE MADRID

MADRID

TERCER EJERCICIO



SUPUESTO PRACTICO N ° 1

Durante la ejecución de un programa de control oficial en el municipio de Madrid se han tomado diferentes muestras reglamentarias para el control de componentes nutricionales y aditivos. Cada muestra consta de tres ejemplares, correspondientes a los análisis inicial, contradictorio y dirimente, que vienen acondicionados en bolsas independientes con precinto, que se envían al laboratorio junto con el acta de toma de muestras. En el laboratorio se asigna a cada muestra un nº de registro.

Pregunta 1

El laboratorio ha realizado el análisis inicial de una muestra con un método de cromatografía de líquidos para evaluar el contenido en azúcares, obteniendo los siguientes resultados expresados en g/100g:

Azúcares, g/100g	Muestra
Glucosa	1,0 ± 0,1
Fructosa	2,0 ± 0,2
Sacarosa	< 0,25
Maltosa	4,0 ± 0,4
Lactosa	< 0,25

En el etiquetado de la muestra analizada se indican los siguientes datos:

Pastel de manzana. Bajo contenido en azúcares. Con edulcorantes. Envase cerrado. Ingredientes: harina de **trigo**, puré de manzana, bebida de **almendras**, aceite de girasol, **huevo**, edulcorante (maltitol), canela, aroma natural (vainilla), almidón de **maíz**, conservadores (E-202, E-200), acidulante (E-300), estabilizantes (E-420, E-471), aroma de limón.

Información nutricional, por 100g: Valor energético: 1442 Kj (344 kcal). Grasas: 15,6 g, de las cuales saturadas: 3,8 g; Hidratos de carbono: 46,4 g, de los cuales Azúcares: 4,0 g; Fibra alimentaria: 2,0 g, Proteínas: 3,0 g; Sal: 0,6 g.

Valore si el contenido en azúcares es conforme con la información nutricional declarada en el etiquetado. Indique si es necesario adoptar medidas de control oficial como consecuencia de los resultados obtenidos. Justifique su respuesta.



Pregunta 2

Para la determinación de grasa por gravimetría, se aplica un procedimiento interno basado en un método de referencia de la AOAC. Para verificar el funcionamiento del método se han analizado 2 materiales de referencia en condiciones de repetibilidad (3 réplicas/día) y reproducibilidad (10 días), por lo que el número total de ensayos, $n = 30$ para cada MR. Se han obtenido los siguientes resultados globales:

Grasa, g/100g	MRC 1	MRC 2
Valor certificado (MRC)	5,00	40,16
$u_{MR} (k=2)$	0,12	0,48
Valor medio obtenido	4,90	38,90
Sr	0,14	0,60
SR	0,27	0,74
RDSr,%	2,9	1,5
RDSR,%	5,6	1,9
Recuperación,%	98,1	97,1

A partir de estos datos, ¿cómo valoraría si el método tiene sesgo?. Estime la incertidumbre del método en el rango estudiado, explicando qué componentes ha tenido en cuenta en dicha estimación.

Pregunta 3

En la puesta a punto de un método por cromatografía de líquidos de alta eficacia con detector de diodos (HPLC-DAD) utilizado para la determinación de conservadores en alimentos, el laboratorio realizó pruebas con dos fases móviles diferentes, obteniéndose los datos que se adjuntan en la siguiente tabla.

FASE MOVIL A	Analito 1	Analito 2	Analito 3	Analito 4
tr, minutos	5,1	5,7	6,2	6,6
w, minutos	0,33	0,32	0,41	0,45

FASE MOVIL B	Analito 1	Analito 2	Analito 3	Analito 4
tr, minutos	4,9	5,6	6,2	7,2
w, minutos	0,28	0,3	0,34	0,35

Siendo:

tr = tiempo de retención, en minutos

w= anchura del pico cromatográfico en la base, en minutos.

¿Qué fase móvil seleccionaría para llevar a cabo la determinación? Justifique su respuesta.



Pregunta 4

El laboratorio aplica un método validado y acreditado en el análisis de rutina, realizando en cada serie analítica el análisis de un material de referencia para control de la veracidad. La evaluación de la veracidad se realiza registrando los resultados de recuperación obtenidos en un gráfico de control X-Chart que además permite evaluar posibles tendencias.

Los resultados de recuperación del último ensayo (D.11) fueron los siguientes:

Analito:	Recuperación
Analito 1	116 %
Analito 2	125 %
Analito 3	98 %
Analito 4	87 %

Los gráficos de control que se utilizan para evaluar los resultados de recuperación son los siguientes:

Analito	VC	WL	CL	D.1	D.2	D.3	D.4	D.5	D.6	D.7	D.8	D.9	D.10
Analito 1	100%	±12%	±18%	89%	92%	104%	102%	111%	100%	99%	93%	103%	108%
Analito 2	100%	±14%	±21%	102%	97%	95%	93%	105%	107%	101%	104%	90%	89%
Analito 3	100%	±10%	±15%	89%	92%	99%	97%	93%	95%	94%	92%	90%	94%
Analito 4	100%	±12%	±18%	89%	98%	107%	102%	100%	95%	104%	110%	99%	84%

Siendo,

VC, es el valor central

WL, límites de aviso ($\pm 2S$)

CL, límites de control ($\pm 3S$)

D.1, D.2, D.3.... son los datos precedentes obtenidos en el control calidad interno.

Con la información anterior, ¿cómo evaluaría los resultados de la actividad de control de calidad de la serie de análisis D.11?? Describa brevemente si considera necesario realizar alguna acción complementaria. Justifique su respuesta.



Pregunta 5

El laboratorio ha participado en un ejercicio de intercomparación, como actividad de control de calidad externo, en el que se incluyen parámetros nutricionales de alimentos, expresados en g/100g. El organizador del ejercicio ha remitido el informe de evaluación, del que se extrae la siguiente información:

	Valor de consenso	U (K=2)	σ_{objetivo}	$\sigma_{\text{ejercicio}}$	Nº laboratorios
Analito 1	2,34	0,075	0,329	0,172	21
Analito 2	3,67	0,251	0,681	0,933	12
Analito 3	0,546	0,0132	0,0962	0,0301	22
Analito 4	27,2	0,78	2,72	1,10	18
Analito 5	0,840	0,0252	0,0138	0,0410	4

Los datos obtenidos por el laboratorio enviados al organizador han sido los siguientes, expresados en g/100g:

Analito 1	1,34
Analito 2	3,78
Analito 3	0,532
Analito 4	20,3
Analito 5	0,853

Evalúe el desempeño del laboratorio para todos los analitos del ejercicio. Indique las acciones a tomar en caso de ser necesario. Justifique la respuesta.



SUPUESTO PRACTICO Nº 2

Se ha recibido en el laboratorio una muestra para análisis inicial en cuyo etiquetado se identifica como “Chorizo ahumado al estilo tradicional”, remitida por los servicios de inspección. Estos han comprobado que efectivamente se trata de un ahumado tradicional y a la llegada al laboratorio se comprueba que la muestra cumple con los requisitos preestablecidos (cantidad, integridad, condiciones de conservación, etc) para proceder al análisis.

Ensayo solicitado: Determinación de hidrocarburos policíclicos aromáticos

Objetivo: Evaluar la conformidad con respecto a la legislación vigente.

Tras el análisis de la muestra por cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masas (CG-MS/MS) con un método de ensayo validado internamente, cuyos Límites de detección y cuantificación son respectivamente 0,30 y 0,90 $\mu\text{g}/\text{kg}$, se obtienen los siguientes resultados:

Analito	Tiempo de retención (minutos)	Ratio iónico (%)	Transición	Concentración corregida ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Incertidumbre (k=2) ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Benzo(a)antraceno	16,325	50,8	227/228	10,1	1,8
Benzo(a)pireno	21,475	42,3	248/250	6,0	1,3
Benzo(b)fluoroanteno	19,884	25,3	248/250	6,1	1,2
Criseno	16,630	48,3	227/228	10,7	1,7
Suma de PAHs	No aplica			32,9	

Tabla 1

Para el control de calidad del ensayo se utiliza una muestra (Material de Referencia Certificado) que se emplea para el control de veracidad y para fijar los requisitos de identificación del método de ensayo, que ha dado lugar a los siguientes datos:

Analito	Tiempo de retención (minutos)	Ratio iónico	Transición	Concentración corregida ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Recuperación
Benzo(a)antraceno	16,326	60,3	227/228	5,1	98 %
Benzo(a)pireno	21,488	51,2	248/250	5,5	121 %
Benzo(b)fluoroanteno	19,796	27,6	248/250	8,3	105 %
Criseno	16,611	51,0	227/228	10,8	99 %
Suma de PAHs	No aplica			29,7	

Tabla 2



Pregunta 1

A partir de los datos de la tabla 1, realice una declaración sobre la conformidad de la muestra con la legislación vigente. Justifique su respuesta y las bases legislativas utilizadas.

Pregunta 2

Identifique los requisitos a priori que debe cumplir el método de ensayo para el control oficial de estos contaminantes y que deberían tenerse en cuenta en la validación del mismo. Con los datos e información facilitados, ¿puede declararse la idoneidad del método de ensayo para el fin perseguido?

Pregunta 3

Describa la sistemática de control de calidad que, a su juicio, debería implantar el laboratorio para asegurar el correcto funcionamiento del método de ensayo antes de emitir resultados y garantizar una adecuada identificación de los analitos de interés.

Pregunta 4

Indique brevemente otra técnica analítica (y sus fundamentos teóricos) que hubiera permitido analizar la muestra con un nivel de sensibilidad similar y los requisitos específicos de ésta.

Pregunta 5

Para conservar las muestras y diversos reactivos del laboratorio se utiliza un frigorífico a temperatura de 1°C a 6°C. Para mantener controlada la temperatura se dispone de un registrador que permite la lectura en continuo, cuyo error máximo es de 0,5°C. Se ha realizado la calibración interna del registrador a 5°C y a -18°C obteniéndose los siguientes resultados:

Tª	Incertidumbre (k=2)	Corrección
5°C	0,2	-0,4
-18°C	0,4	-0,1

¿Cuál es el rango óptimo de lecturas del registrador para asegurar que la conservación de las muestras y reactivos es adecuada? Explique brevemente como se deben interpretar estos resultados. Justifique su respuesta.



TRIBUNAL CALIFICADOR PRUEBAS SELECTIVAS
TÉCNICO/A SUPERIOR (CC. QUIMICAS)
AYUNTAMIENTO DE MADRID

MADRID