PRUEBAS SELECTIVAS 5 PLAZAS

CATEGORÍA QUÍMICO/A

ACCESO LIBRE

AYUNTAMIENTO DE MADRID

TERCER EJERCICIO

20 DE OCTUBRE DE 2026

*Convocadas por Resolución de 27 de julio de 2023 del Director General de Planificación de Recursos Humanos (BOAM nº 9.447 de 14 de agosto de 2023)

SUPUESTO PRÁCTICO Nº 1

Pregunta 1. (2 puntos)

En una estación urbana de fondo perteneciente a la red de vigilancia de calidad del aire se realiza una captación de PM10 durante 24 horas mediante un captador de referencia.

Una vez finalizado el muestreo, el filtro es acondicionado para la determinación de As, Cd, Ni y Pb.

Volumen total de aire muestreado: 63,290 m^3

Tras el análisis se obtienen las siguientes masas:

Elemento	Masa detectada (ng)
As	320
Cd	32
Ni	1470
Pb	621

a) Calcule la concentración atmosférica de cada elemento. (0,2 puntos)

b) Indique los valores normativos aplicables y evalúe el cumplimiento de la legislación vigente. (1 punto)

c) Describa las principales etapas de preparación de muestra, análisis instrumental y control de calidad necesarias para obtener estos resultados una vez llevada la muestra al laboratorio hasta la emisión del informe. (0,4 puntos)

d) Identifique los principales controles de calidad que deberían aplicarse durante el proceso analítico. (0,4 puntos)

Pregunta 2. (2 puntos)

Un laboratorio acreditado conforme a la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 utiliza una micropipeta monocanal regulable de 100-1000 µL para la preparación de patrones de calibración empleados en la determinación de plomo en aguas mediante ICP-MS.

Dentro del programa de calibración interna se realiza una calibración gravimétrica de la micropipeta ajustada a un volumen nominal de 1000 µL.

Se establecen los siguientes criterios de aceptación:

- Error sistemático ≤ ±0,8 %
- Error aleatorio ≤ 0,3 %

Condiciones ambientales

- Temperatura del agua: 20,0 °C
- Temperatura ambiente: 20,0 °C
- Humedad relativa: 50 %
- Presión atmosférica: 101,3 kPa
- Densidad del agua: 0,9982 g/mL
- Densidad del aire: 0,0012 g/L
- Densidad de las masas patrón: 8,0 g/mL
- Factor Z: 1,0029 µL/mg

Resultados de las 10 dispensaciones:

Dispensación	**Peso (g.)**
Nº 1	0,9861
Nº 2	0,9854
Nº 3	0,9872
Nº 4	0,9815
Nº 5	0,9860
Nº 6	0,9858
Nº 7	0,9863
Nº 8	0,9859
Nº 9	0,9867
Nº 10	0,9861

a) Describa el fundamento de la calibración gravimétrica. (0,3 puntos)

b) Indique los materiales y condiciones necesarias para realizarla. (0,3 puntos)

c) Calcule el error sistemático y el error aleatorio. (0,8 puntos)

d) Valore si el equipo es apto para el uso previsto. (0,3 puntos)

e) Indique como procedería ante el resultado obtenido. (0,3 puntos)

Pregunta 3. (2 puntos)

Antes de iniciar una secuencia para análisis de elementos químicos por la técnica de Espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS) en una muestra de soporte de aire ambiente se deben realizar verificaciones instrumentales (*Start-up*).

Los criterios establecidos son:

- $^{7}Li > 1.900$ cps
- $^{89}Y > 7.500$ cps
- $^{205}Tl > 4.500$ cps
- $CeO/Ce < 2$ %
- $Ce^{2+}/Ce < 3$ %

Una vez realizado el *Start-up* los resultados obtenidos son:

Parámetro	**Resultado**
^{7}Li	1.500 cps
^{89}Y	6.200 cps
^{205}Tl	2.900 cps
CeO/Ce	5,8 %
Ce^{2+}/Ce	4,5 %

a) Indique el motivo de realizar estas verificaciones. (0,3 puntos)

b) Interprete los resultados obtenidos durante las verificaciones previas al análisis. (0,3 puntos)

c) Indique si la secuencia analítica puede iniciarse o no, justifique su decisión. (0,2 puntos)

d) Identifique las causas más probables de cada incumplimiento observado, en caso de haberlo. (0,5 puntos)

e) Explique las comprobaciones instrumentales que realizaría. (0,5 puntos)

f) Indique qué evidencias objetivas serían necesarias para demostrar que la incidencia ha sido resuelta y que el equipo puede volver a utilizarse. (0,2 puntos)

Pregunta 4. (2 puntos)

Dentro del programa de control oficial de alimentos se toma una muestra reglamentaria de lomos de atún refrigerado perteneciente a un mismo lote.

El laboratorio oficial determina el contenido de histamina en nueve unidades analíticas independientes, obteniéndose los siguientes resultados:

Unidad	Histamina (mg/kg)
1	82
2	89
3	105
4	96
5	90
6	115
7	94
8	87
9	130

a) Explique qué es la histamina y cuál es su importancia en seguridad alimentaria. (0,2 puntos)

b) Describa los mecanismos de formación de histamina en los productos de la pesca. (0,2 puntos)

c) Indique las especies de pescado en las que este peligro presenta mayor relevancia. (0,2 puntos)

d) Describa detalladamente una metodología analítica adecuada para la determinación de histamina en productos de la pesca, incluyendo preparación de muestra, técnica instrumental y controles de calidad. (1 puntos)

e) Evalúe la conformidad del lote de acuerdo con la normativa vigente. (0,4 puntos)

Pregunta 5. (2 puntos)

Durante una actuación de control oficial en un establecimiento minorista, la autoridad competente toma una muestra reglamentaria de pez espada (Xiphias gladius) conforme a la normativa vigente.

La muestra es remitida a un laboratorio de control oficial, acreditado según la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 para la determinación de mercurio total mediante CV-AAS.

El resultado analítico obtenido en la muestra analizada es:

Mercurio total: 1,4 ± 0,3 mg/kg

El laboratorio emite el correspondiente informe de ensayo y lo remite a la autoridad competente.

Describa razonadamente:

a) La interpretación del resultado analítico y la evaluación de conformidad. (0,5 puntos)

b) Las actuaciones que debe llevar a cabo la autoridad competente. (1,5 puntos)

SUPUESTO PRÁCTICO Nº 2

Durante el análisis de una sustancia mediante cromatografía líquida de ultra alta eficacia acoplada a espectrometría de masas (UHPLC-MS/MS), ensayo incluido en el alcance de acreditación del laboratorio conforme a la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 como método interno, se obtuvo un resultado de 0,012 mg/L, con una incertidumbre expandida relativa del 40 %.

De forma complementaria, la muestra fue analizada mediante cromatografía líquida de alta resolución con detección por arreglo de diodos (HPLC-DAD).

La validez técnica del resultado se sustentó en la evaluación de los controles de calidad asociados a la serie analítica, consistentes en dos muestras fortificadas al nivel del límite de cuantificación (0,010 mg/L). Los parámetros de exactitud y repetibilidad obtenidos cumplieron los criterios de aceptación establecidos, por lo que el resultado se consideró técnicamente válido.

Pregunta 1. (2 puntos)

Considerando que el resultado analítico ha sido aceptado como técnicamente válido, evalúe la conformidad de la muestra en los siguientes supuestos:

a) Si el analito estuviera incluido en el anexo I del Real Decreto 3/2023 y tuviera asignado un valor paramétrico de 0,010 mg/L. (0,5 puntos)

b) Si el analito estuviera regulado por el Reglamento (UE) 2023/915, con un contenido máximo de 0,010 mg/L. (0,5 puntos)

c) Si se tratara de un plaguicida con un límite máximo de residuo (LMR) de 0,006 mg/L, aplicando la incertidumbre de medida por defecto establecida en la normativa correspondiente. (0,5 puntos)

d) Si se tratara de una sustancia farmacológicamente activa autorizada, con un límite máximo de residuo (LMR) de 0,010 mg/L, un límite de decisión (CCα) de 0,011 mg/L y una capacidad de detección (CCβ) de 0,013 mg/L. (0,5 puntos)

Pregunta 2. (2 puntos)

Suponiendo el analito una toxina vegetal analizada mediante HPLC-DAD, el pico asignado inicialmente al analito presenta un tiempo de retención de 1,14 min, mientras que el material de referencia certificado analizado en la misma serie de trabajo, bajo las mismas condiciones cromatográficas, presenta un tiempo de retención de 1,33 min. El ensayo se realizó empleando una columna C18 (100 mm × 2,1 mm; 3,5 µm), en fase reversa, con elución isocrática y un caudal de 0,5 mL/min. No se utilizó patrón interno. (2 puntos):

a) Valore si la diferencia observada entre ambos tiempos de retención es compatible con una identificación fiable del analito o si, por el contrario, obliga a cuestionar la asignación realizada. Justifique su respuesta. (0,75 puntos)

b) Indique al menos cinco actuaciones técnicas o verificaciones analíticas que deberían llevarse a cabo para confirmar o descartar la correcta identificación del compuesto investigado. Justifique la utilidad de cada una de ellas. (0,75 puntos)

c) Razone si la evidencia obtenida mediante HPLC-DAD sería suficiente para identificar inequívocamente el analito o si sería recomendable emplear una técnica analítica adicional. Justifique su respuesta. (0,50 puntos)

Pregunta 3. (2 puntos)

En el caso de que la señal cromatográfica inicialmente atribuida al analito de interés corresponda en realidad a una interferencia no identificada durante las actividades de validación del método, a pesar de haberse incluido en dichas actividades matrices pertenecientes a la misma categoría de alimento que la muestra objeto de ensayo, responda a las siguientes cuestiones:

a) Indique si esta situación debiera considerarse un trabajo no conforme a los requisitos de la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 y justifique su respuesta, identificando los requisitos de la norma que podrían verse afectados. (0,5 puntos)

b) Describa las actuaciones inmediatas que deberían adoptarse respecto a la muestra analizada, los resultados obtenidos y, en su caso, los informes ya emitidos utilizando dicho método. (0,5 puntos)

c) Indique qué actividades técnicas serían necesarias para evaluar el impacto de la interferencia detectada sobre la validez del método y sobre los resultados previamente emitidos. Especifique qué características de funcionamiento deberían ser reevaluadas o verificadas. (0,5 puntos)

d) Razone si los resultados obtenidos podrían mantenerse amparados por la acreditación y qué evidencias serían necesarias para restablecer la confianza en el método y, en su caso, recuperar dicho amparo. (0,5 puntos)

Pregunta 4. (2 puntos)

En el proceso de validación del método de ensayo llevado a cabo en 2026 se obtuvieron los siguientes resultados para muestras fortificadas al nivel del límite de cuantificación (LC = 0,010 mg/L)

Día	Resultado (mg/L)	Analista
1	0,016	Analista 1
2	0,016	Analista 1
3	0,010	Analista 3
4	0,015	Analista 2
5	0,010	Analista 1
6	0,011	Analista 1
7	0,0090	Analista 2
8	0,016	Analista 1
9	0,013	Analista 2
10	0,0090	Analista 3

a) Calcule la media, la desviación estándar, el coeficiente de variación y la recuperación media. Identifique el tipo de precisión evaluado y valore el cumplimiento frente a los criterios de rendimiento aplicables al método de determinación de toxinas vegetales descrito en el presente supuesto. (0,5 puntos)

b) Calcule el sesgo relativo y determine si es estadísticamente significativo con una confianza estadística del 95%. Justifique su respuesta e indique si la eventual corrección del sesgo constituye, por sí sola, evidencia suficiente para considerar aceptable el método de ensayo. (0,5 puntos)

c) Calcule los límites provisionales de aviso y los límites provisionales de actuación derivados de los resultados obtenidos. Razone si el hecho de que todos los resultados queden comprendidos dentro de dichos límites permite concluir, de forma suficiente, la adecuación del método para su finalidad prevista. (0,5 puntos)

d) Considerando que la incertidumbre expandida declarada por el laboratorio es del 40 %, razone sobre la idoneidad de la misma a la vista de los valores obtenidos en los apartados anteriores. Analice asimismo la aptitud del método si el resultado obtenido se corrigiera con el sesgo. (0,5 puntos)

Pregunta 5. (2 puntos)

Considerando que el método de análisis por LC-MS/MS se encuentra incluido en el alcance flexible de acreditación del laboratorio y que, como resultado de la investigación realizada, se concluye que es necesario modificar las condiciones cromatográficas e incorporar una transición MRM adicional para garantizar la identificación inequívoca del analito, responda razonadamente a las siguientes cuestiones:

a) Razone si la modificación propuesta podría gestionarse dentro del alcance flexible acreditado e indique las actuaciones técnicas que deberían realizarse antes de implantar la nueva versión del método. (1 punto)

b) Indique y justifique qué características de funcionamiento deberían verificarse o validarse nuevamente como consecuencia de las modificaciones introducidas. Explique además qué evidencias técnicas y documentales serían necesarias para demostrar la aptitud del método modificado y emitir resultados amparados por la acreditación. (1 punto)

*Convocadas por Resolución de 27 de julio de 2023 del Director General de Planificación de Recursos Humanos (BOAM nº 9.447 de 14 de agosto de 2023)