



SUPUESTO PRÁCTICO

ÁREA: Seguridad Alimentaria y Nutrición

Por favor, conteste **breve y razonadamente** a las siguientes preguntas.

Cada pregunta tiene un valor de 2 puntos.

Un laboratorio que participa como laboratorio oficial designado para realizar ensayos de muestras tomadas por los inspectores durante los controles oficiales de alimentos de acuerdo con los requisitos establecidos en el Reglamento (UE) 2017/625 relativo a los controles oficiales y otras actividades oficiales realizados para garantizar la aplicación de la legislación sobre alimentos y piensos, recibe una serie de solicitudes analíticas dentro del marco de su designación (ensayos acreditados de acuerdo con los requisitos de la Norma UNE-EN ISO/IEC 17025 e incluidos en su alcance de acreditación). Dichas solicitudes incluyen ensayos tanto en el ámbito del área biológica como del área química de la actividad del laboratorio.

Pregunta 1

Dentro del ámbito del ÁREA BIOLÓGICA del laboratorio se solicitan ensayos para:

- a) Determinación de bacterias causantes de zoonosis transmisibles por alimentos:
- *Salmonella spp.*
 - *Staphylococcus coagulasa positivos (Staphylococcus aureus y otras especies)*
 - *Escherichia coli*
 - *Listeria monocytogenes*

De entre las siguientes opciones de medios de cultivo de enriquecimiento o medios sólidos selectivos, diga las aplicables en el laboratorio -en cada caso- para la determinación de cada una de dichas bacterias solicitadas, según los respectivos métodos analíticos de referencia especificados en la legislación vigente (Reglamento (CE) nº2073/2005 relativo a los criterios microbiológicos aplicables a los productos alimenticios):

- Agar xilosa lisina desoxicolato (agar XLD)
 - Medio selectivo de enriquecimiento: medio de Fraser
 - Agar Baird-Parker (BPA)
 - Agar triptona-bilis-glucurónido (agar TBX)
- b) Determinación de organismos modificados genéticamente

Indique qué técnica analítica es la más ampliamente utilizada para la detección de organismos modificados genéticamente en alimentos, descríbala brevemente e indique sus aspectos clave.

Pregunta 2

Para la detección de *Salmonella spp* en el ámbito de control oficial, el laboratorio aplica la Norma ISO 6579. Describa esquemáticamente las cuatro etapas que se indican en dicho método de referencia.



Pregunta 3

Dentro del ámbito del ÁREA QUÍMICA del laboratorio, donde su alcance de acreditación incluye ensayos para la determinación de contaminantes y de residuos en alimentos, se reciben diferentes peticiones analíticas para la determinación de:

- Ocratoxina-A
- Mercurio
- 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD) y 2-monocloropropano-1,3-diol (2-MCPD)
- Cloranfenicol

En el laboratorio se dispone, entre otras, de las siguientes técnicas instrumentales:

- CV-AAS (Espectroscopia atómica de absorción con vapor frío)
- HPLC-MS/MS (Cromatografía de líquidos de alta resolución acoplada a espectrometría de masas en tándem)
- CG-MS (Cromatografía de gases con detector de espectrometría de masas)
- HPLC-FD (Cromatografía de líquidos de alta resolución con detector de fluorescencia)

Relacione cada petición analítica con la técnica instrumental más adecuada de entre las citadas anteriormente, sin repetir ninguna y razonando brevemente su respuesta.

Pregunta 4

En el Anexo Técnico de acreditación del laboratorio se incluye un ensayo para la detección de alimentos irradiados por espectroscopía de resonancia paramagnética electrónica (EPR) acreditado como método interno basado en la Norma UNE-EN 1778. Conteste a las siguientes preguntas:

- a) ¿Qué relación existe entre la Norma UNE-EN 1778 y el propio método interno del laboratorio?
- b) ¿Debe el laboratorio realizar una validación completa de su procedimiento interno al estar basado en la Norma UNE-EN 1778?
- c) Suponiendo que la Norma UNE-EN 1778 se ha reeditado hace un mes ¿Qué debe hacer el laboratorio ante esta nueva edición?
- d) ¿Podría el laboratorio emitir resultados acreditados utilizando la edición anterior de dicha norma teniendo en cuenta que ya no está en vigor?

Pregunta 5

Para la realización de sus ensayos, el laboratorio dispone de una balanza con un rango de trabajo de 0,0005g a 200g, que calibra con una periodicidad anual y verifica cada día de utilización en los puntos 0,2g, 2g y 50g, ya que son las únicas pesas que tiene disponibles.

El laboratorio contrata a una empresa externa acreditada por ENAC para la calibración de sus balanzas (puntos de calibración: 0,002g, 0,01g, 0,2g, 20g, 50g, 100g y 200g), por lo que dispone de informes de calibración con marca de acreditación.

Tras recibir el informe de calibración correspondiente y llevar a cabo su evaluación, se comprueba que los resultados de calibración tras ajuste son adecuados en todos los puntos de calibración. Sin embargo, se pone de manifiesto que la balanza no cumplía, antes de su ajuste, con la tolerancia definida por el laboratorio en el punto 0,002g, aunque sí en el resto de los puntos de calibración.



Describa qué debe hacer el laboratorio ante esta situación, qué consecuencias puede tener y qué acciones correctivas debe implantar teniendo en cuenta que no utiliza la balanza por debajo de 0,01g.

Pregunta 6

El laboratorio, que tiene acreditado el ensayo para la *Determinación de Pb y Cd en bebidas y disoluciones ácidas acuosas por espectroscopia de absorción atómica (AAS)*, recibe la solicitud de evaluar la presencia de Pb y Cd en un vino que se presenta embotellado en recipientes de cerámica de 1 L. Con tal fin, recibe muestras del vino embotellado, así como de las botellas vacías.

- a) Mencione brevemente la legislación aplicable que el laboratorio debe tener en cuenta relacionada con:
 1. Los límites máximos permitidos de los analitos Pb y Cd en alimentos.
 2. Los materiales cerámicos en contacto con alimentos.

- b) En relación con la migración de Pb y Cd de las botellas de cerámica vacías, describa de forma breve los siguientes aspectos del procedimiento:
 1. Ensayo de migración.
 2. Determinación de los analitos mediante curva de calibración externa.
 3. Cálculos y expresión del resultado.

Pregunta 7

En el ámbito de sus funciones como laboratorio de control oficial, el laboratorio recibe una muestra acuosa tomada por el inspector correspondiente, para la realización de otro análisis de los analitos Pb y Cd. Una vez concluido el análisis, el laboratorio debe emitir el informe de ensayo indicando los resultados obtenidos. Conteste a las siguientes preguntas considerando que el laboratorio no emite conformidad:

- a) Teniendo en cuenta la información mínima de carácter general que, según la Norma ISO 17025 debe contener un informe de ensayo, señale cuáles de los siguientes datos no serían necesarios en este informe emitido por el laboratorio:
 - dirección del laboratorio
 - fecha de recepción
 - fecha del muestreo
 - fechas de ejecución de la actividad del laboratorio
 - la fecha de emisión del informe
 - firma de las personas que autorizan el informe
 - identificación del método de ensayo utilizado
 - método de muestreo usados

- b) Indique cómo se debe expresar el resultado en el informe de ensayo para cada uno de los analitos, teniendo en cuenta la información incluida en la siguiente tabla:



Analito	Límite máximo permitido (mg/kg)	Concentración encontrada (mg/kg)	Límite de cuantificación (mg/kg)	DATOS DE VALIDACIÓN		
				Incertidumbre expandida, k=2		
				Nivel I (Límite de cuantificación)	Nivel II (Límite máximo permitido)	Nivel III (Límite superior ó 2 veces el límite máximo permitido)
Pb	0,10	0,08	0,02	50%	25%	20%
Cd	0,50	0,05	0,10	20%	10%	20%

Pregunta 8

El laboratorio pretende renovar la instrumentación analítica de la sección de metales pesados perteneciente al Área Química. Por este motivo, es intención del laboratorio dar de baja su actual equipo de Espectroscopia de Absorción Atómica (AAS) y sustituirlo por un equipo de Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS).

- Enumere 3 ventajas y 1 inconveniente de la técnica de ICP-MS en relación con la técnica de AAS.
- ¿Debe el laboratorio realizar una validación completa del nuevo ensayo para la *Determinación de Pb y Cd en bebidas y disoluciones ácidas acuosas por Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS)* o basta con realizar una verificación de su anterior ensayo por AAS? Razone con una frase la respuesta.
- Enumere y defina brevemente las principales características de desempeño analítico evaluadas habitualmente en una validación de método.

Pregunta 9

Enumere las medidas para el aseguramiento de la validez de los resultados que debe incluir el nuevo procedimiento normalizado de trabajo para la *Determinación de Pb y Cd en bebidas y disoluciones ácidas acuosas por Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS)*, que el laboratorio desea acreditar.

Pregunta 10

Como paso previo a la acreditación y para evaluar el funcionamiento del nuevo método para la *Determinación de Pb y Cd en bebidas y disoluciones ácidas acuosas por Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS)*, el laboratorio ha decidido participar en un ensayo de intercomparación (EI) organizado por el Laboratorio Europeo de Referencia para Materiales en Contacto con Alimentos, en el que se pide determinar Pb y Cd en una disolución problema de ácido acético diluido.

- Teniendo en cuenta los siguientes datos incluidos en la tabla, calcule el valor de la puntuación-z (z-score).



Datos:

	Pb	Cd
Valor reportado por el laboratorio	1,5 mg/L	0,25 mg/L
Incertidumbre, $I_{\text{expandida}} (k=2)$	0,4 mg/L	0,05 mg/L
Valor medio de todos los laboratorios del EI	1,2 mg/L	0,20 mg/L
Desviación estándar de todos los laboratorios del EI	0,3 mg/L	0,01 mg/L

b) Evalúe ambos resultados de Pb y de Cd, en función de la puntuación-z obtenida.