

OPOSICIÓN PARA LA PROVISIÓN DE UNA PLAZA DEL PUESTO DE TRABAJO DE QUÍMICO AL SERVICIO DE LA ADMINISTRACION DE LA COMUNIDAD FORAL DE NAVARRA Y SUS ORGANISMOS AUTONOMOS, APROBADA POR RESOLUCIÓN 54/2009 DE 28 DE ABRIL DEL DIRECTOR GERENTE DEL INAP.

TERCER EJERCICIO

EXAMEN PRÁCTICO PARTE PRIMERA SEGUNDA Y TERCERA

1.-Una alícuota de 2,5 mL de una disolución que contiene 3,8 mg/L de Fe (III) se trata con exceso de KSCN y se diluye hasta 50,0 mL. ¿Cuál es la absorbancia de la disolución resultante a 580 nm si se mide en una cubeta de 2,5 cm?

Absortividad molar a 580 nm del complejo FeSCN^{2+} : $7,00 \cdot 10^3 \text{ L cm}^{-1} \text{ mol}^{-1}$.

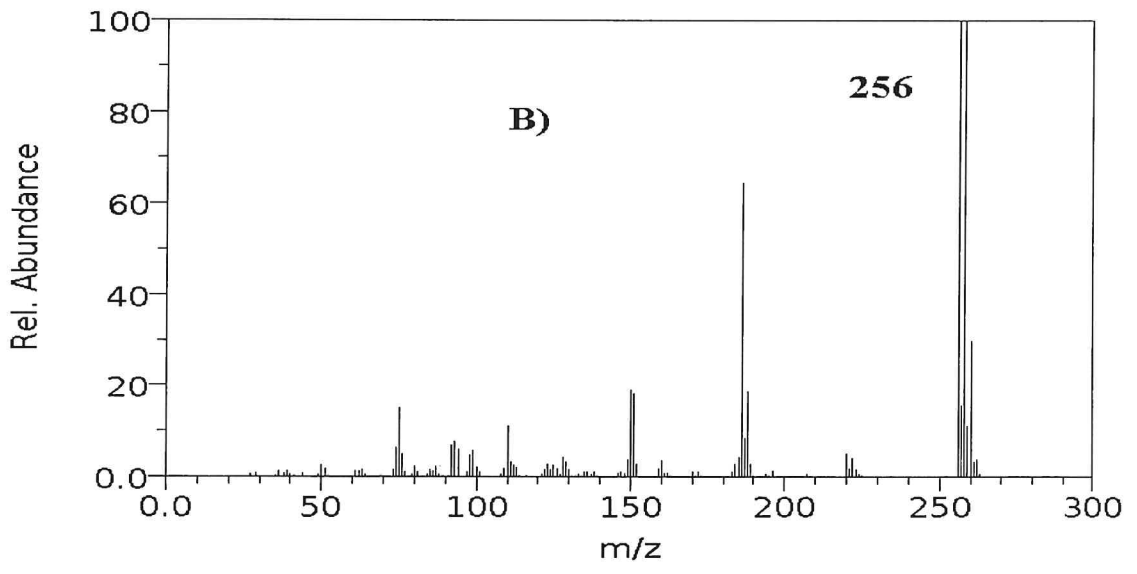
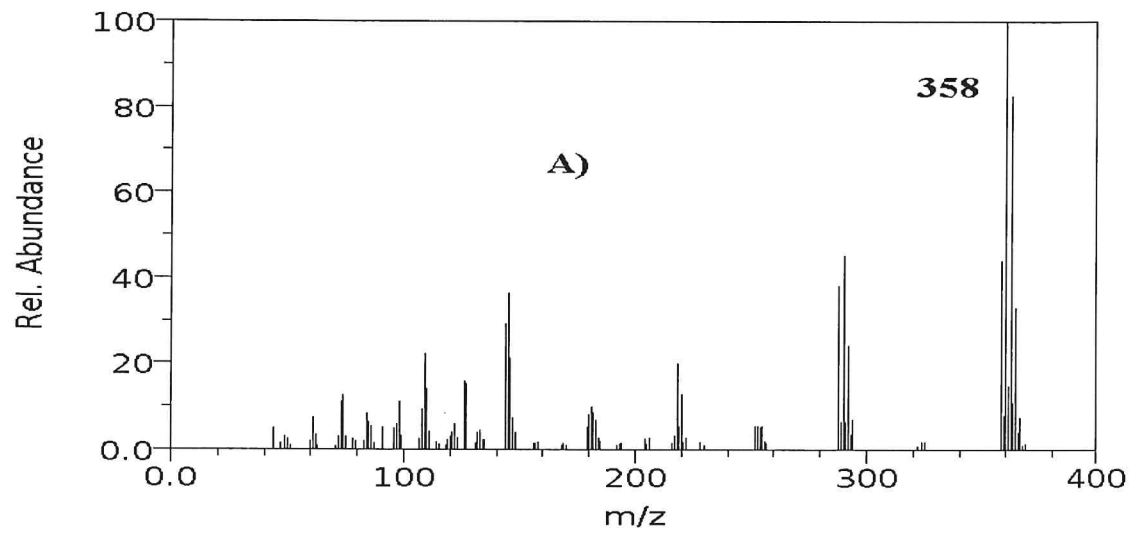
P.A. Fe: 55,8

2.-Enumerar las características que, idealmente, debe reunir una sustancia para ser utilizada como patrón interno en una técnica cromatográfica.

3.-Un tiempo después de la calibración de un equipo de medida de un laboratorio, se ha detectado una avería en el mismo, que hace que sus lecturas sean erróneas. La avería ha requerido su reparación y ajuste por el fabricante. ¿Qué acciones deben seguirse en el laboratorio desde que se detecta la avería?

4.-¿Por qué una misma materia activa fitosanitaria puede tener diferentes LMR en diferentes productos vegetales? Por ejemplo, el LMR de clorpirifos en alcachofa es 1,00 mg/kg, y en acelga 0,05 mg/kg.

5.-Las Figuras A y B contienen espectros de masas de impacto electrónico de dos policlorobifenilos (PCB). Uno de ellos es un tricloro bifenilo, y el otro un hexacloro bifenilo. Identificar cada uno de ellos, explicando el razonamiento seguido y los aspectos fundamentales de los espectros. Considerar para el Cl un peso atómico promedio de 35.



6.-¿Cómo puede determinarse, por métodos no instrumentales, el contenido en agua de un alimento? (Por ejemplo, un cereal)

7.-A una muestra de vinagre que pesa 10,00 g se le añaden 19,0 mL de NaOH 0,5000 M, con lo que se rebasa el punto final. El exceso de NaOH se valora por retroceso con HCl 0,4000 M, consumiéndose 1,5 mL. Calcular el % de ácido acético en el vinagre.

8.-Describir brevemente el proceso administrativo a llevar a cabo por un laboratorio para la correcta gestión de un residuo peligroso. Tener en cuenta desde que el laboratorio proyecta la generación de ese residuo hasta su gestión final.

9.-En la puesta a punto de un método de cromatografía de gases indicar los criterios generales a seguir para establecer las temperaturas y tiempos en inyector, horno y detector. Lo mismo para caudales de gases en caso de detección por espectrometría de masas.

10.-Enumerar posibles puntos en los que es posible incidir en la puesta a punto de un método de análisis mediante cromatografía de líquidos con objeto de obtener un menor límite de detección.

11.-Influencia del cambio de anchura de rendija en una determinación mediante espectrofotómetro UV-VIS.

12.-Posibles parámetros a estudiar en la calibración (Operational Qualification/ Performance Verification) de un equipo UV-VIS. Describir brevemente como se llevaría a la práctica.

13.-Citar los contaminantes habitualmente más controlados en análisis de alimentos. En el caso de grupos indicar como máximo cuatro de los componentes del grupo.

14.-Citar los principales contaminantes emitidos a la atmósfera y las actividades industriales más relevantes que los emiten.

15.-Enumerar los pasos que se habrán seguido en un procedimiento en el que se ha llegado hasta el análisis dirimente y las consecuencias que de él se derivan.

16.-Enumerar y definir brevemente los posibles parámetros a incluir en la validación de un método analítico. Indicar brevemente como se evaluaría, o que pruebas de significación utilizaría, para los parámetros que aplique, en una determinación mediante volumetría.

17- En la realización de una curva de calibrado, razone en que casos sería útil el método de “adición de patrón” y en que consiste; y cuando utilizaría el método de “patrón interno” y en que consiste

18- En un laboratorio acreditado según la norma EN ISO /IEC 17025, se recibe una reclamación de un cliente. Dicho cliente manifiesta telefónicamente, que el resultado dado para el grado alcohólico de un vino ha de ser erróneo, puesto que el valor que se le ha dado de 1245 ° %v/v. es imposible. Describa la sistemática que, según dicha norma, ha de seguirse en el tratamiento de la reclamación.

19- Atendiendo a criterios de seguridad en laboratorios ¿Cómo organizaría y en base a que criterios, el almacén de productos químicos?

20- Describa los diferentes tipos o categorías de circuitos de intercomparación, y en que casos elegiría unos u otros

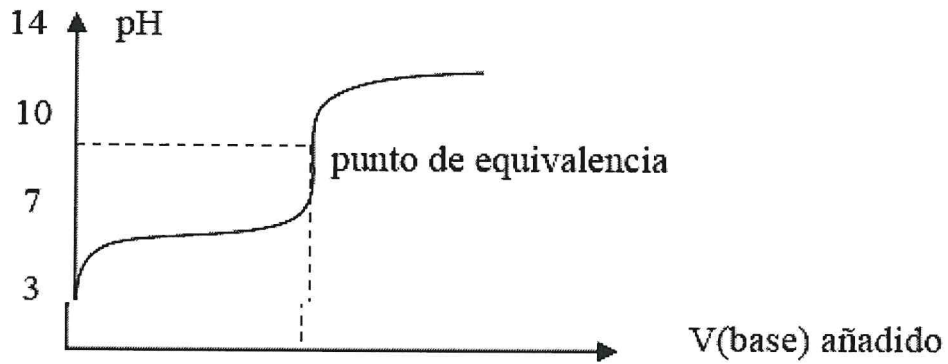
21- Indique la formula (sin realizar el cálculo final) para obtener la incertidumbre de un patrón de 5g/L de glucosa aplicando la ley de propagación de varianzas

Datos: Incertidumbres expandidas para $K=2$

Peso de glucosa 5,0010 g Incertidumbre balanza 0,001 g
Matraz aforado de un litro Incertidumbre matraz 0,30 mL
Riqueza glucosa 99%

22- Un determinado parámetro analítico se puede realizar en el laboratorio por dos métodos diferentes. El método oficial, y un método interno puesto a punto en el laboratorio. Explique en que casos recomendaría al cliente la elección de uno u otro método.

23-La siguiente gráfica corresponde a la variación de pH en la valoración de un ácido con una base. ¿Que podemos decir de la fuerza del ácido y de la base? Razona la respuesta y pon un ejemplo de valoración que corresponda con la gráfica, indicando las reacciones que tiene lugar.



La gráfica muestra una curva de titulación que comienza en un pH bajo (alrededor de 3,5) y termina en un pH alto (alrededor de 11,5). El punto de equivalencia está marcado a un pH de 10. Esto indica que se trata de la valoración de un ácido débil con una base fuerte.

Un ejemplo de valoración que corresponda con la gráfica es la valoración del ácido acético (CH_3COOH) con el hidróxido de sodio (NaOH). Las reacciones que tienen lugar son:



En este caso, el ácido acético es el ácido débil y el hidróxido de sodio es la base fuerte. El punto de equivalencia ocurre a un pH de 10, lo que es consistente con la gráfica.

24.- El boletín de análisis físico-químico de un vino tinto, en rama , analizado en un laboratorio, por métodos internos, nos ofrece para los parámetros que se indican, los siguientes resultados:

Parámetro:	Valor	Incertidumbre método
Grado alcohólico volumétrico adquirido	11,5	±0,1
Acidez volátil acética	0,75 g/L	±0,04
Acidez total tartárica	4,6 g/L	±0,3
Anhídrido Sulfuroso Libre	< 10 mg/L	± 3
Anhídrido Sulfuroso Total	165 mg/L	±10
Masa volúmica a 20 °C	0,9902 g/ml	±0,001
Azúcares reductores	5,5 g/L	±0,4
pH	3,82	±0,05
Intensidad colorante	7,293	±0,200
Densidad Óptica 280 nm	35,000 un.abs/cm	±0,5
Extracto Seco Total	26,3 g/L	±0,5
Acido málico	0,75 g/L	±0,5

Que consideraciones se le podrían hacer a este vino si se le somete al Control de Calidad de cada una de las D.O. con implantación en Navarra:

D.O.Navarra .

D.O.C. Rioja

25.- Describa brevemente el efecto que produce la Fermentación Maloláctica de los vinos, en cada uno de los factores siguientes:

Acidez total -----

Astringencia-----

Estabilidad del embotellado-----

Acidez volátil-----

26.-El boletín de análisis físico-químico de un vino tinto, analizado en un laboratorio, por métodos internos, nos ofrece para los parámetros que se indican, los siguientes resultados:

Parámetro:	Valor	Incertidumbre método
Acido láctico	3,1 g/L	±0,2
Acetaldehído	89 mg/L	±1
Metanol	491 mg/L	±10
Alcoholes superiores	550 mg/L	±15
Ácido málico	1,0 g/L	±0,2
Taninos	2,36g/L	±0,30
Antocianos	450 mg/L	±15
Indice de colmatación	54	±3
Recuento de levaduras, bacterias y mohos	45 u.f.c./ml	
Estabilidad proteica	Inestable a 80°C 30'	
Estabilidad tartárica	Estable a-5°C, 10 días	
NTU	125	

A la vista de los resultados comente los aspectos relativos a:

- Condiciones físico-químicos en que se encuentra el vino para el embotellado
- Tratamientos mínimos para embotellar el vino en condiciones aceptables de estabilidad.

27.-De acuerdo con el cuadro podría decir cual o cuales de estos vinos han pasado por barrica y hacer una referencia, justificada a la procedencia de la madera.

Parámetros	Vino 1 (mg/L)	Vino 2 (mg/L)	Vinos 3 (mg/L)
Trans whisky lactona	0,0924	No se detecta	0,1188
Cis whisky lactona	1,10	No se detecta	0,25
Relación Cis/Trans	11,90	No se detecta	2,16
Eugenol	0,068	0,044	0,046
4 Etil fenol	0,590	0,029	0,510
Vanillina	0,28	No se detecta	0,49

28.-Los datos del cuadro representan parámetros básicos de vinos conservados a diferentes temperaturas 5, 16, 30 y 40 C°,

Parámetro	3 MESES DE CONSERVACIÓN			
	TªA	TªB	TªC	TªD
SO2 total (mg/l)	90	47	70	87
Acetato etilo (mg/l)	86	127	114	93
Acetaldehído (mg/l)	17	5	10	16
Intensidad Colorante	8,953	8,716	8,690	8,940
D.O. 420	3,530	3,815	3,559	3,532
D.O. 520	4,430	3,965	4,167	4,410
D.O.620	0,997	0,935	0,965	0,999
Tonalidad	0,797	0,962	0,854	0,801
Antocianos (mg/L)	299	127	203	286

-¿Podría asociar las columnas a cada temperatura y justificar de alguna manera las diferencias entre ellos?

29.- Se exponen datos analíticos de tres vinos rosados, anónimos, fermentados a 15, 20 y 25 °C.

Parámetros	Vino A	Vino B	Vino C
Grado alcohólico adquirido 20/20	12,90	12,55	12,35
Acidez volátil acética (g/L)	0,34	0,32	0,27
Ácido cítrico (g/L)	0,21	0,19	0,19
Ácido málico (g/L)	1,8	0,8	0,6
Acetaldehído (mg/L)	6	27	20
Metanol (mg/L)	50	45	39
Alcoholes superiores (mg/L)	219	211	192
Esteres totales (mg/L)	93	88	55
Acetato de etilo (mg/L)	88	85	55

COMPUESTOS AROMATICOS (mg/L)

	Vino A	Vino B	Vino C
Acetato de isoamilo	6,82	6,09	3,14
Hexanoato de etilo	1,04	0,85	0,66
Acetato de hexilo	0,36	0,25	0,18
Lactato de etilo	26,3	38,3	31,71
Acido hexanoico	3,53	2,55	2,15
Acido octanoico	5,98	4,76	4,21

Se pide:

- .-Asociar los vinos A,B, C con las diferentes temperaturas de fermentación .
- .-Argumentar las diferencias en los parámetros que considere de interés.

30.-Se han efectuado tres vinificaciones de una misma muestra de uva de tres formas diferentes: Vinificación tradicional , Vinificación por Maceración Carbónica y Vinificación por Maceración Carbónica y adición de enzimas .
 Los resultados analíticos de los vinos , anónimos, de las tres vinificaciones son:

Parámetro:	Vino A	Vino B	Vino C
Grado alcohólico volumétrico adquirido	12,90	12,80	12,70
Acidez volátil acética	0,28g/L	0,26g/L	0,27g/L
Acidez total sulfúrica	3,15 g/L	2,85 g/L	2,65 g/L
Anhídrido Sulfuroso Libre	21 mg/L	20 mg/L	18 mg/L
Anhídrido Sulfuroso Total	35 mg/L	48 mg/L	57 mg/L
Azúcares reductores	1,6 g/L	1,2 g/L	1,1 g/L
pH	3,85	3,92	4,00
Antocianos Totales	380 mg/L	400 mg/L	410 mg/L
Taninos	3,10 gr/L	3,40 gr/L	3,75 gr/L
D.O. 280 nm	56,200 un.abs/cm	59,600 un.abs/cm	62,300 un.abs/cm

Identifique los vinos A, B y C con los sistemas de elaboración indicados, justificando la respuesta en los parámetros que considere de interés.