



SUPUESTO PRÁCTICO 2 ESPECIALIDAD LABORATORIOS AGROALIMENTARIOS

Al laboratorio han llegado tres muestras etiquetadas cada una como “pienso para bovinos” para la determinación de Zearalenona.

El laboratorio Arbitral Agroalimentario tiene acreditado según la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2017 el siguiente procedimiento de ensayo:

Pensos y sus materias primas	Micotoxinas por cromatografía líquida con detector de espectrometría de masas (LC-MS/MS)	MT/AE/028
Feed and feed materials	Mycotoxins by liquid chromatography with mass spectrometry detector (LC-MS/MS)	Método interno conforme a Reglamento (CE) nº 401/2006 In-house method according to Regulation (EC) no. 401/2006
	Aflatoxina B1 / Aflatoxin B1	($\geq 2 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	Ocratoxina A (OTA) / Ochratoxin A	($\geq 6 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	Deoxinivalenol (DON) / Deoxynivalenol	($\geq 80 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	T2 / T2	($\geq 6 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	HT2 / HT2	($\geq 8 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	Zearalenona (ZEA) / Zearalenone	($\geq 12 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	Fumonisina B1 (FB1) / Fumonisin B1	($\geq 180 \mu\text{g}/\text{kg}$)
	Fumonisina B2 (FB2) / Fumonisin B2	($\geq 60 \mu\text{g}/\text{kg}$)

1. Describa la técnica LC-MS/MS (Cromatografía líquida con detector de espectrometría de masas).

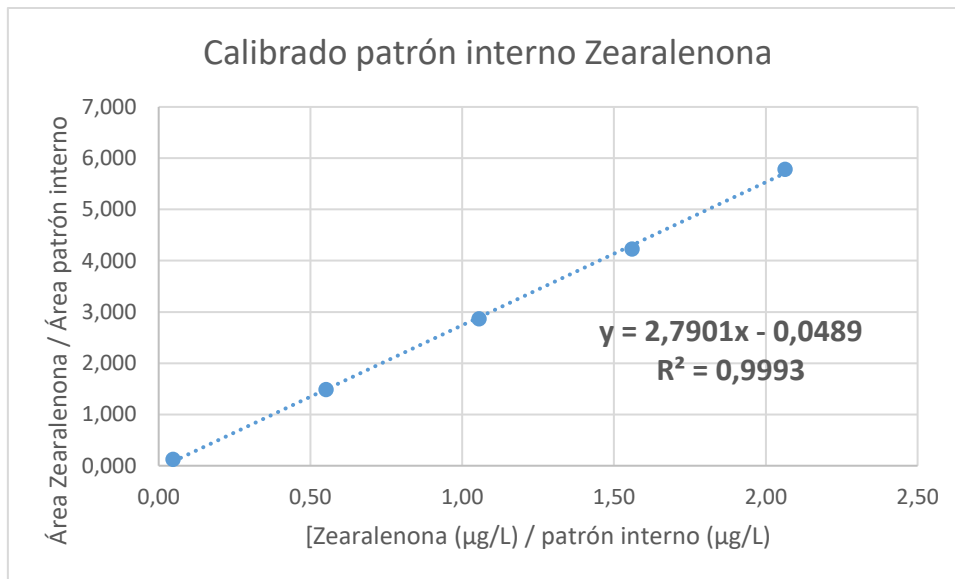
2. Calcule la concentración de Zearalenona en $\mu\text{g}/\text{kg}$ en las 3 muestras de pienso (A, B y C), sabiendo que según la Directiva 2002/32/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, las sustancias indeseables en alimentación animal se deben expresar sobre un contenido de humedad del 12 %.

- Datos a tener en cuenta:

La recta de calibrado externo obtenida es la siguiente:

(La concentración de patrón interno en todos los puntos del calibrado es de $50 \mu\text{g}/\text{L}$)

Calibrado	[Zearalenona] ($\mu\text{g}/\text{L}$)	[Zearalenona] / [patrón interno]	Área Zearalenona	Área patrón interno	Área Zearalenona / Área patrón interno
p1	2,4	0,05	6117	49100	0,125
p2	27,6	0,55	79370	53441	1,485
p3	52,8	1,06	157966	55133	2,865
p4	78,0	1,56	238909	56501	4,228
p5	103,2	2,06	320858	55473	5,784



- Descripción de la preparación de la muestra

Se pesan 5 g de muestra homogénea y se añaden 25 mL de la disolución de extracción. Se agita durante 30 minutos.

Se centrifuga, y el sobrenadante se transfiere a otro tubo de polipropileno.

Se cogen 0.5 mL del extracto y se llevan a un tubo de vidrio desactivado. Se añaden 25 µL de la disolución de patrón interno y se evapora a sequedad con corriente de nitrógeno.

Una vez enfriado el tubo, se reconstituye en 500 µL de fase móvil.

- Datos obtenidos de las muestras A, B y C

MUESTRA	Humedad (%)	Área Zearalenona	Área patrón interno
A	15,50	297544	51274
B	12,30	1500	54951
C	9,40	248875	55354

3. Decida si las muestras (A, B y C), superan o no el límite legislado para Zearalenona.

Para ello se dispone de la siguiente información:

-Límite máximo de Zearalenona en piensos: 400 µg/kg.

-Incertidumbre expandida relativa declarada por el laboratorio para la determinación de Zearalenona → 26 %.



4. Teniendo en cuenta que el laboratorio está acreditado bajo la norma UNE-EN ISO/IEC 17025, ¿cómo puede asegurarse la validez de los resultados obtenidos?

5. El Procedimiento Normalizado de trabajo de este análisis indica en su apartado de control de calidad interno, que hay que introducir en cada serie de trabajo, entre otros, una muestra blanca adicionada y/o un material de control.

En este caso, se ha empleado como material de control un restante de un ejercicio de intercomparación, obteniéndose para el analito Zearalenona, un valor de 125 µg/kg. Indique con qué parámetros puede evaluarse su uso, calcúlelos y evalúe el resultado obtenido.

- Datos a tener en cuenta
 - Incertidumbre relativa expandida del laboratorio: 26 %
 - Valor asignado del Material de Control: 105 µg/kg
 - Sigma objetivo. σ : 23.1
 - Incertidumbre expandida del material de control: 6.0 µg/kg