



ESPECIALIDAD: ANÁLISIS Y QUÍMICA INDUSTRIAL

PRIMERA PRUEBA – PARTE A

Supuesto práctico 1: (2 puntos)

Se desea valorar una disolución de ácido ortofosfórico de concentración desconocida con hidróxido de calcio 0,025mol/L (disolución ya factorada) y para ello se toman 25mL de la misma, llevándose a matraz aforado de 100mL con agua ultrapura. De esta disolución se toman a su vez 50mL y se procede a la valoración.

Conteste a las siguientes cuestiones relacionadas con dicha valoración ácido-base:

- Indique qué material de vidrio utilizaría durante el procedimiento analítico, con las características más relevantes del mismo.
- Teniendo en cuenta los datos suministrados al final del ejercicio, diga si se puede proceder a esta valoración y, por tanto, a la determinación de la concentración de ácido. Justifique claramente su respuesta.
- En caso afirmativo, diga qué indicador sería el más adecuado. Justifique claramente su respuesta, escriba las reacciones químicas involucradas y dibuje la curva de valoración lo más completa posible.

Datos:

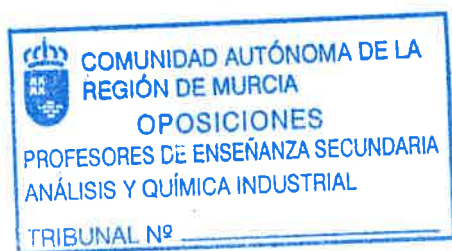
pK_a Verde de bromocresol = 4,66

pK_a Timolftaleína = 9,97

pK_{a1} Acido ortofosfórico = 2,12

pK_{a2} Acido ortofosfórico = 7,21

pK_{a3} Acido ortofosfórico = 11,63





Supuesto práctico 2:

(2 puntos)

Se desea determinar la concentración de un elemento químico X contenido en una muestra problema, del cual se sabe que forma un complejo fuertemente coloreado al adicionarle el correspondiente reactivo cromogénico, con un máximo de absorción a 552nm.

Para dicha determinación se toman 25,0mL de muestra, se añaden 5,0mL de reactivo cromogénico y se enrasa en matraz de 50,0mL con agua ultrapura (ASTM tipo I). Esta disolución arrojó un valor de absorbancia de 0,107.

Por otro lado, otros 25,0mL de muestra se vierten en matraz aforado de 50,0mL, se añaden otros 5,0mL de reactivo cromogénico y 2,0mL de un estándar de X de concentración 10,0ppm, enrasando el matraz con el mismo tipo I de agua. La transmitancia de esta disolución fue de un 63 %.

La cubeta utilizada fue de 2 cm de paso óptico.

Se pide:

- Indique qué equipo instrumental de medida es el empleado en esta determinación.
- Realice un esquema de los componentes básicos de dicho equipo de medida.
- Indique el material o materiales habituales de las cubetas empleadas en esta técnica analítica
- Calcule la concentración en ppm de X en la muestra problema respetando la notación científica.





Supuesto práctico 3:

(2 puntos)

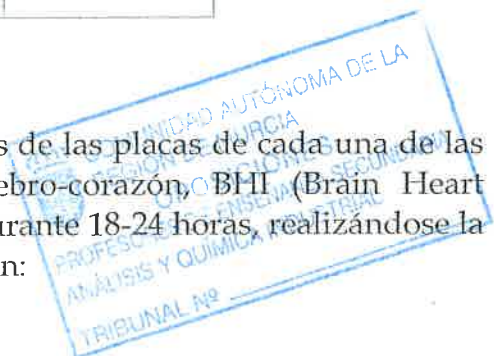
Se lleva a cabo una investigación de la higiene en el proceso de fabricación de queso hecho a partir de leche sometida a un tratamiento inferior a la pasteurización en una empresa dedicada a la fabricación de productos lácteos cuyo laboratorio trabaja bajo un sistema de garantía de la calidad, conforme a los principios de la Norma ISO 17025

El criterio microbiológico utilizado para ello será estafilococos coagulasa positivos, realizando un **recuento de *Staphylococcus aureus* (método de recuento en placa), basado en la norma ISO 6888-1 coagulasa positivos.**

Partiendo de una serie de diluciones decimales en 5 muestras de queso, se realiza la siembra, en placas de 140 mm de agar Baird Parker, por extensión en superficie de 1mL. El recuento de colonias sospechosas tras el examen de estas después de la incubación a 37°C durante 48h±2h es el siguiente:

	DILUCIÓN	
	10 ⁻¹	10 ⁻²
Muestra 1	15 típicas 18 atípicas	2 típicas 2 atípicas
Muestra 2	14 típicas 22 atípicas	2 típicas 4 atípicas
Muestra 3	10 típicas 21 atípicas	3 típicas 1 atípicas
Muestra 4	12 típicas 28 atípicas	2 típicas 2 atípicas
Muestra 5	17 típicas 15 atípicas	3 típicas 2 atípicas

A continuación, se realiza una selección de colonias de las placas de cada una de las muestras y se siembran en caldo infusión cerebro-corazón, BHI (Brain Heart Infusion) contenido en tubos y se incuban a 37°C durante 18-24 horas, realizándose la prueba de la coagulasa. Los resultados obtenidos son:





	Número de colonias seleccionadas		Número de colonias resultado coagulasa positivo	
	10-1	10-2	10-1	10-2
Muestra 1	5 típicas 5 atípicas	2 típicas 2 atípicas	3 0	1 0
Muestra 2	5 típicas 5 atípicas	2 típicas 4 atípicas	4 0	1 0
Muestra 3	5 típicas 5 atípicas	3 típicas 1 atípicas	4 0	3 0
Muestra 4	5 típicas 5 atípicas	2 típicas 2 atípicas	3 0	1 0
Muestra 5	5 típicas 5 atípicas	3 típicas 2 atípicas	4 0	2 0

Se solicita:

- Indique las características típicas de las colonias de *Staphylococcus aureus* sobre agar Baird-Parker.
- Indique en qué consiste la prueba de la coagulasa y cómo interpretaría que un resultado es positivo en la lectura de la citada prueba.
- Calcule el número de microorganismos por gramo según la norma ISO 7218:2007 Microbiología de alimentos. Reglas generales para los exámenes microbiológicos para cada una de las unidades muestreadas.
- Interprete el resultado obtenido según el Reglamento (CE) N° 2073/2005 de la Comisión, de 15 de noviembre de 2005, relativo a los criterios microbiológicos aplicables a los productos alimenticios así como sus sucesivas modificaciones, cuyo extracto se muestra a continuación.

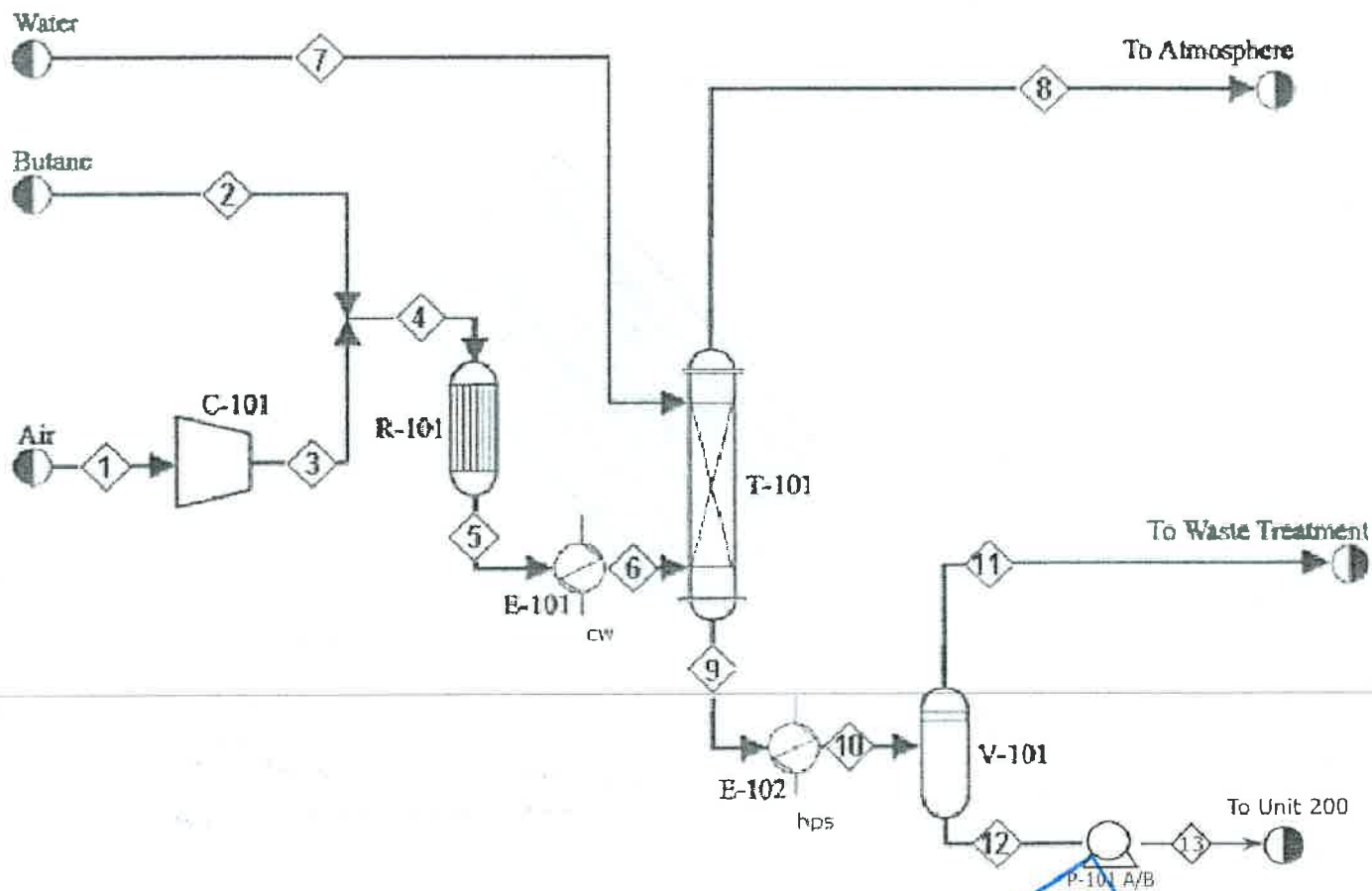
Categoría de Alimento	Microorganismos	Plan de toma de muestras		Límites		Método analítico de referencia
		n	c	n	M	
2.2.4. Quesos hechos a base de leche sometida a un tratamiento térmico inferior a la pasteurización y quesos madurados a base de leche o suero sometidos a pasteurización o tratamiento térmico más fuerte.	Estafilococos coagulasa positivos	5	2	100 ufc/g	1000 ufc/g	EN ISO 6888-1 o 2



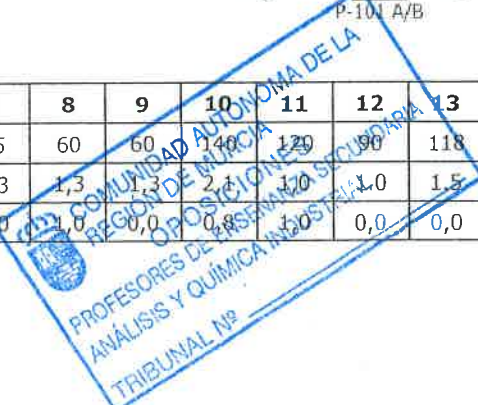
Supuesto práctico 4:

(3 puntos)

A continuación, se dispone de un diagrama de flujo de proceso para la producción a escala industrial de anhídrido maleico ($C_4H_2O_3$) a partir de butano y aire seco. Teniendo en cuenta los datos tabulados correspondientes a las líneas de proceso se conoce que en el interior del reactor se produce además de la reacción principal otra secundaria cuyos productos son monóxido de carbono, dióxido de carbono y agua.



Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
T (°C)	20	20	147	121	410	95	45	60	60	140	120	90	118
P (atm)	1,0	2,1	2,1	2,1	2,1	1,3	1,3	1,3	1,3	2,1	1,0	1,0	1,5
Fracc vapor	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,8	0,0	0,0	0,0	0,8	1,0	0,0	0,0

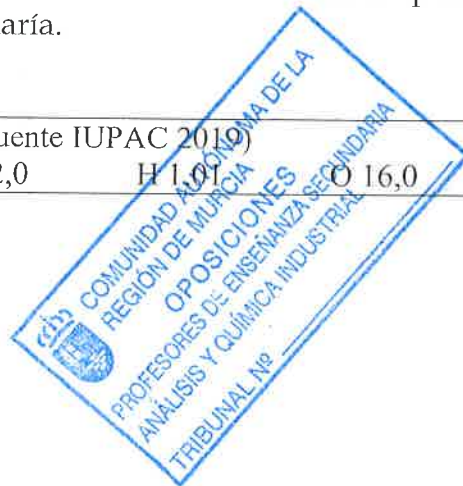




Se pide:

1. Redacte de forma coherente y detallada el proceso anterior explicando cada una de las operaciones y equipos implicados, así como los motivos por los que surgen las variaciones en las variables de las líneas de proceso.
2. La corriente número 4 tiene un caudal de 1446,33 m³/día con el 2,38% (v/v) de butano siendo el resto aire seco, el grado de consumación del butano es 0,8 y la selectividad hacia la reacción principal es del 95%. Calcule la composición de los componentes implicados a la entrada y salida del reactor.
3. Establezca el sistema de control más adecuado para el elemento E-101 y explique cómo funcionaría.

MASAS MOLARES (g/mol – Fuente IUPAC 2019)
C 12,0 H 1,0 O 16,0





Supuesto práctico 5:

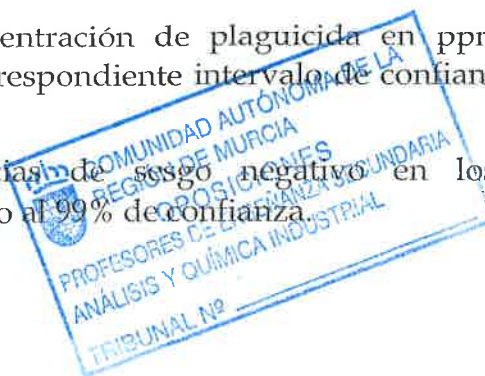
(1 punto)

Se sospecha que un método de análisis para la determinación de residuos de un determinado plaguicida en alimentos de origen vegetal está afectado por un error que introduce en la medida un sesgo negativo. Para comprobarlo se aplica dicho método al análisis de un material de referencia certificado con una concentración de plaguicida de 0,42 mg/kg, y se obtienen los siguientes resultados en mg/kg:

0,35	0,38	0,39	0,36	0,48	0,38
------	------	------	------	------	------

Se pide:

- Establezca cuál es la hipótesis nula y la hipótesis alternativa en este test estadístico, indicando el nombre genérico que recibe este tipo de pruebas o ensayos de calidad en los resultados analíticos y el nombre concreto del test planteado.
- Evalúe y la posible presencia de resultados sospechosos o dudosos mediante el test de Dixon, estableciendo las conclusiones adecuadas a la serie de resultados.
- Expresé el resultado de concentración de plaguicida en ppm, de forma científica adecuada, con su correspondiente intervalo de confianza al 95% de confianza.
- Justifique si existen evidencias de sesgo negativo en los resultados proporcionados por este método al 99% de confianza.





TABLAS ESTADÍSTICAS

Valores críticos de la Q de Dixon

(N: número de observaciones; CL nivel de confianza; Q_{crit} valor crítico de Q)

N	Q_{crit}	Q_{crit}	Q_{crit}
	CL 90%	CL 95%	CL 99%
3	0,941	0,970	0,994
4	0,765	0,829	0,926
5	0,642	0,710	0,821
6	0,560	0,625	0,740
7	0,507	0,568	0,680
8	0,468	0,526	0,634
9	0,437	0,493	0,598
10	0,412	0,456	0,556

Valores críticos - t de Student

(CL nivel de confianza; t_{crit} valor crítico de t)

Grados de libertad	t_{crit}	t_{crit}	t_{crit}
	CL 90%	CL 95%	CL 99%
1	6,31	12,71	63,66
2	2,92	4,30	31,30
3	2,35	3,18	12,92
4	2,13	2,78	8,61
5	2,02	2,57	6,87
6	1,94	2,45	5,96
7	1,90	2,36	5,41
8	1,86	2,31	5,04

