

REGIÓN : _____

PAUTA N°: _____

FECHA : _____

PAUTA DE INSPECCIÓN DE LABORATORIOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS

La presente pauta es aplicable a la inspección de todos aquellos laboratorios de análisis químicos, que participan de los programas de Sernapesca.

Se incluyen tres apartados comunes a cualquiera de las técnicas aquí consideradas, los dos primeros, "Recepción de muestras" y "Preparación de muestras" y el último, "Resumen observaciones", los que deben ser aplicados, cualquiera sea la técnica inspeccionada.

Por otra parte, la técnica seleccionada para llevar a cabo la inspección debe ser la que el laboratorio esté llevando a cabo en el momento de hacer la visita.

Entidad de Análisis: _____

Inspector Sernapesca: _____

Acompañantes durante la Inspección _____

SERNAPESCA

Inspección actual

RECEPCIÓN DE MUESTRAS

| Cod | Puntos de control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/evidencia) |
|-----|--|-------|---|
| 1 | Lugar de recepción de las muestras. Limpio, ordenado. | | |
| 1.2 | Registro de recepción de muestras. Foliado. Ordenado. Firmado. | | |
| 1.3 | Existe un procedimiento para Aceptar/Rechazar muestras. Incluye evaluación de condición de muestras y de documentación. | | |
| 1.4 | Condiciones de almacenamiento de las muestras. Se verifica que muestras mantengan buena condición de temperatura, orden, trazabilidad. | | |

PREPARACIÓN DE MUESTRAS

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|--|-------|--|
| 2 | Preparación de muestras | | |
| 2.1 | Existe un tratamiento, previo a la homogeneización, diferenciado según el tipo de muestra. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|--|-------|---|
| 2.2 | Instrumento de molienda fácil de desarmar y lavar. Se logra buena homogeneización de la muestra. Se evita riesgo de contaminación cruzada de muestras - hacen lavado adecuado. | | |
| 2.3 | Material de molienda se lava entre cada muestra. | | |
| 2.4 | Envases de muestras molidas minimizan riesgo de rupturas. | | |
| 2.5 | Envases de muestras correctamente identificados. | | |
| 2.6 | Almacenamiento de muestras es en congeladores ordenados, debidamente identificados, con control de temperatura, se registra donde quedan almacenadas las muestras. | | |

DETERMINACIÓN DE CLORUROS (NCh 2739/1 y 2.Of2002)

Parte 1: Método de Volhard.

Parte 2: Método de Mohr.

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|--|-------|---|
| 3.1 | Preparación de Muestras | | |
| 3.1.1 | Se cumple con Punto 2 | | |
| 3.1.2 | La muestra representativa es de a lo menos 200 gramos. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|---|-------|---|
| 3.1.3 | De alguna forma se evita que temperatura se eleve sobre los 25 °C al homogeneizar | | |
| 3.2 | Procedimiento | | |
| 3.2.1 | La balanza analítica tiene una resolución mínima de 0.0001 g. | | |
| 3.2.2 | El peso de la muestras es registrado correctamente. | | |
| 3.3 | 3.3.1. Parte 1. Se agrega Nitrato de Plata (AgNO ₃) y Ácido Nítrico (HNO ₃) a la muestra. El AgNO ₃ se encuentra estandarizado Previamente. 3.3.2. Parte 2. Se agrega Potasio Hexaciano Ferrato (II) Trihidrato (K ₄ Fe(CN) ₆ · 3 H ₂ O) y Sulfato de Zinc (ZnSO ₄ · 6 H ₂ O). | | |
| 3.4 | 3.4.1. Parte 1. Se calienta a ebullición suave, hasta disolver los sólidos y se produzca la floculación (aglomeración de partículas que tienden a decantar). 3.4.1. Parte 2. Se deja reposar para precipitación. Se filtra por papel filtro. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|---|-------|---|
| 3.5 | 3.5.1. Parte 1. Se enfría y agrega 50 ml de agua para análisis. 3.5.2. Parte 2. Se transfiere a matraz Erlenmeyer. Se añade fenolftaleína. Se agrega gota a gota hidróxido de sodio (NaOH) hasta color rosa pálido. Se diluye hasta aprox. 100 ml. | | |
| 3.6 | 3.6.1. Parte 1. Agregan solución indicadora (Sulfato de Amonio y Hierro (III)). Cuánto? 3.6.2. Parte 2. Se agrega 1 ml de cromato de potasio (K ₂ CrO ₄). | | |
| 3.7 | Valoración: | | |
| | 3.7.1. Parte 1. Se valora con Tiocianato de Amonio (NH ₄ SCN) previamente estandarizado. Se agita constantemente durante la valoración hasta viraje del indicador a color rojo ladrillo. Volumen es registrado correctamente. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|---|-------|---|
| | <p>3.7.2. Parte 2. Se valora con Nitrato de Plata (AgNO₃) previamente estandarizado. Se agita constantemente durante la valoración hasta viraje del indicador a color pardo rojizo persistente por mínimo 30 seg. Volumen es registrado correctamente.</p> | | |
| 3.8 | Se efectúa blanco de reactivo y este es considerado en los cálculos. | | |
| 3.9 | Cálculos | | |
| 3.9.1 | Los cálculos se realizan mediante la siguiente fórmula: | | |
| | <p>Parte 1. $\text{NaCl, \%} = \frac{[(V1 \cdot \text{NAgNO}_3) - (V2 \cdot \text{NNH}_4\text{SCN})] \cdot 58,45 \cdot 100}{M \cdot 1000}$ 58,45 = masa equivalente de cloruro de sodio. M = Masa de la muestra, expresada en gramos, g.</p> | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|---|-------|---|
| | Parte 2. $\text{NaCl, \%} = \frac{V1 \cdot \text{NAgNO3} \cdot 58,45 \cdot 250 \cdot 100}{A \cdot M \cdot 1000}$ 58,45 = masa equivalente de cloruro de sodio. A = Volumen de la alícuota de filtrado, expresado en gramos, g. M = Masa de la muestra, expresada en gramos, g. | | |
| 3.9.2 | Resultado se expresa con precisión de una cifra decimal. | | |
| 4 | Aseguramiento de la calidad | | |
| 4.1 | Existe descripción de la validación en Manual de Calidad. | | |
| 4.2 | El método es probado con Material de Referencia Certificado. | | |
| 4.3 | Gráficos de control que demuestren que método es controlado estadísticamente. | | |

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO DE TRIMETILAMINA (N-TMA) (NCh2757.Of2002).

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|-------------------------|-------|---|
| 5 | Preparación de Muestras | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|---|-------|---|
| 5.1 | Se cumple con Punto 2 | | |
| 6 | Procedimiento | | |
| 6.1 | La muestra homogeneizada es de a lo menos 100 gramos. El peso es registrado correctamente. | | |
| 6.2 | Se agrega 200 ml de ácido tricloroacético (V1). Se agita por 10 min. | | |
| 6.3 | En caso de tener poca muestra, la proporción de masa respecto al volumen de ácido tricloroacético se mantiene. | | |
| 6.4 | Se centrifuga entre 2000 y 3000 rpm hasta que sobrenadante no presente turbiedad. Se considera la alternativa de filtrar. | | |
| 6.5 | Se transfiere una alícuota de sobrenadante (V2), hasta completar 4 ml, a un tubo de ensayo. Si el volumen de la alícuota es menor a 4 ml, se completa con agua para análisis. | | |
| 6.6 | La curva de calibración de N-TMA considera a lo menos 4 puntos (tubos 0 a 3), entre 0,00 y 0,003 mg/ml | | |
| 7 | Determinación | | |
| 7.1 | Desde esta etapa, se procesan en paralelo estándares de la curva de calibrado y las muestras. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|--|-------|---|
| 7.2 | Se agrega a cada tubo: 1 ml de formaldehído 20%. 10 ml de tolueno 3 ml de carbonato de potasio | | |
| 7.3 | Una vez tapado los tubos se agitan vigorosamente 40 veces. Se deja separar las fases. | | |
| 7.4 | Se adiciona 7 a 9 ml de fase superior orgánica a tubo de ensayo que contiene sulfato de sodio anhidro. Se agita fuertemente. | | |
| 7.5 | Se adiciona 5 ml de solución anterior y 5 ml de ácido pícrico, a tercer tubo de ensayo. | | |
| 7.6 | Agitar suavemente. | | |
| 7.7 | Se lee absorbancia a 410 nm. Se considera tubo 0 como blanco a ser restado. | | |
| 7.8 | Si la absorbancia de la muestra es mayor que la del patrón de N-TMA de 0,03 mg/ml, entonces se diluye la muestra repitiendo a partir de 7.5. | | |
| 8 | Cálculos | | |
| 8.1 | A partir de la curva de calibración se obtiene concentración de N-TMA en la muestra. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-----|---|-------|---|
| 8.2 | <p>La concentración de N-TMA en 100 gramos de muestra se obtiene según la siguiente ecuación:</p> $N\text{-TMA (mg/100g)} = \frac{(\text{mg N-TMA}) \bullet V_1 \bullet 100}{M \bullet V_2}$ <p>V1 = Volumen ácido tricloroacético (ml) V2 = Volumen alícuota muestra (ml) M = Masa de muestra (gramos)</p> | | |
| 9 | Aseguramiento de la calidad | | |
| 9.1 | La validación del método está descrito adecuadamente en algún documento interno del laboratorio. | | |
| 9.2 | Existen gráficos de control que demuestran que el método de análisis se encuentra bajo control estadístico (Ej: pendiente curva calibrado en el tiempo). | | |
| 9.3 | Se han identificado las variables que inciden en la incertidumbre del método. | | |

DETERMINACIÓN DE HISTAMINA Y OTRAS AMINAS BIÓGENAS - MÉTODO HPLC CON DETECTOR UV (NCh2637.Of2001).

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 10 | Preparación de Muestras | | |
| 10.1 | Se cumple con Punto 2 | | |
| 11 | Procedimiento | | |
| 11.1 | La muestra se pesa en tubo de centrifuga. | | |
| 11.2 | El peso de la muestra está entre 1 y 5 gramos con una precisión de 0,001 gramos. El peso de la muestra es debidamente registrado. | | |
| 11.3 | Se agrega exactamente 10 ml de ácido tricloroacético 5%. | | |
| 11.4 | Se agita mecánicamente por 30 min. | | |
| 11.5 | Se centrifuga a 3000 rpm por 15 min. | | |
| 11.6 | Se prepara una curva de calibrado por cada amina biógena a determinar. | | |
| 11.7 | Tanto las muestras como los patrones de la curva de calibrado son derivatizadas (reacción de dansilación). | | |
| 11.8 | Una vez finalizada la derivatización (1 hora a $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$), los viales se enfrían a temperatura ambiente. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|--|-------|---|
| 11.9 | <p>Si se considera estándar interno, se considera lo siguiente:</p> <p>11.9.1. Los aforos de las soluciones para la derivatización (incluyendo el blanco y la muestra) se realizan con TCA al 5% que contiene este estándar interno.</p> <p>11.9.2. La curva de calibrado se obtiene a partir de Cst/Csi versus Ast/Asi. Donde los primeros corresponden a la concentración del estándar de la amina biógena y del patrón interno, respectivamente y los segundos corresponden a las áreas cromatográficas de los mismos, respectivamente.</p> | | |
| 11.10 | Las condiciones cromatográficas son las indicadas en la norma. | | |
| 11.11 | El volumen a inyectar en el cromatógrafo, tanto de estándares de aminas biógenas, como de muestras son los mismos. | | |
| 11.12 | La concentración de la amina biógena en la muestra, se obtiene a través de la interpolación del área obtenida en la curva de calibración correspondiente. | | |
| 11.13 | Después de cada inyección se limpia tanto la jeringa como el inyector, con agua para análisis. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|--|-------|---|
| 11.14 | Al finalizar el trabajo, la columna cromatográfica se limpia con fase móvil (70% metanol y 30% agua) por 15 a 30 min. | | |
| 12 | Cálculos | | |
| 12.1 | <p>12.1.1. Ecuación para curva calibración sin patrón interno:</p> $A_m = C_m \bullet m + b$ <p>12.1.2. Ecuación para curva calibración con patrón interno:</p> $\frac{C_m}{C_{si}} = \frac{A_m \bullet m}{A_{si}} + b$ <p>C_m, A_m, C_{si}, A_{si} = Especificados anteriormente en 11.9.2.</p> <p>m = pendiente de la curva de calibrado.</p> <p>b = intercepto de curva de calibración.</p> | | |
| 12.2 | <p>Cálculo de concentración de amina biógena según:</p> $C \text{ (mg/Kg)} = \frac{C_m \bullet 10}{g}$ <p>10 = Volumen de TCA que puede variar.</p> | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 13 | Aseguramiento de la calidad | | |
| 13.1 | La validación del método está descrito adecuadamente en algún documento interno del laboratorio. | | |
| 13.2 | Existen gráficos de control que demuestran que el método de análisis se encuentra bajo control estadístico (Ej: pendiente curva calibrado en el tiempo). | | |
| 13.3 | Se considera la determinación de un material de referencia certificado, el que es analizado conjuntamente con las muestras. | | |
| 13.4 | Se consideran pruebas de recuperación mediante la adición de histamina en una concentración exactamente conocida a una muestra blanco. La recuperación es considerada en el cálculo final. | | |
| 13.5 | Se han identificado las variables que inciden en la incertidumbre del método. | | |

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO BÁSICO VOLÁTIL TOTAL (N.B.V.T.) (NCh2668.Of2001).

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|-------------------------|-------|---|
| 14 | Preparación de Muestras | | |
| 14.1 | Se cumple con Punto 2 | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|---|-------|---|
| 15 | Procedimiento (encierra con un círculo el método que corresponde). | | |
| 15.1 | 15.1.1. Método con precipitación de proteínas. Se pesa 25 gramos de muestra homogeneizada. El peso se registra correctamente. 15.1.2. Método sin precipitación de proteínas (directo). 15.1.2.1. Destilación con aparato de Antonacopoulos. Se pesa 10 gramos de muestra homogeneizada. El peso se registra correctamente. Se introduce muestra en ampolla del aparato de antonacopoulos junto con aguas de lavado de recipiente que contenía la muestra. | | |
| 15.1 | 15.1.2.2. Destilación con equipo automático. Se pesa 10 gramos de muestra homogeneizada. El peso se registra correctamente. Se introduce en tubo de destilación y se adiciona 1ml de antiespumante, 2 gr de (óxido de magnesio) MgO y 50 ml de agua destilada. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 15.2 | <p>15.2.1. Método con precipitación de proteínas. Se adiciona 80 ml de ácido tricloroacético al 5% o 100 ml de este si el producto es seco o seco salado. Se agita mecánicamente por 10 min.</p> <p>15.2.2. Método sin precipitación de proteínas (directo). 15.2.2.1. Destilación con aparato de Antonacopoulos o con equipo automático. La destilación comienza una vez agregado 2 gramos de óxido de magnesio liviano con indicador mixto (verde de bromocresol + rojo de metilo), durante 10 min. El destilado es recogido en matraz erlenmeyer que contiene ácido bórico.</p> | | |
| 15.3 | <p>15.3.1. Método con precipitación de proteínas. Sobrenadante es centrifugado durante 5 min. entre 2000 y 3000 rpm o es filtrado a través de papel filtro.</p> | | |
| 15.4 | <p>15.4.1. Método con precipitación de proteínas. 20 ml de centrifugado o filtrado son destilados en presencia de 2 gramos de óxido de magnesio (el que es agregado justo antes de comenzar la destilación). El destilado es recogido en matraz que contiene 30 ml de ácido bórico.</p> | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 15.5 | <p>15.5.1 Método con precipitación de proteínas y sin precipitación de proteínas (Destilación con aparato de Antonacopoulos y Destilación automática).</p> <p>Se lleva a cabo la titulación del destilado con ácido sulfúrico 0,1 N o ácido clorhídrico 0,05N previamente estandarizado, hasta viraje del color del indicador. El volumen es registrado correctamente.</p> | | |
| 15.6 | <p>15.6.1. Método con precipitación de proteínas: Es considerado un blanco utilizando 20 ml de ácido tricloroacético en lugar del extracto.</p> <p>15.6.2. Método sin precipitación de proteínas: Es considerado un blanco utilizando 10 ml de agua para análisis en lugar de la muestra.</p> | | |
| 16 | Cálculos | | |
| 16.1 | <p>16.1.1. Método con precipitación de proteínas:</p> $\text{NBVT (mg/100g)} = \frac{14,007 \cdot N \cdot V \cdot 5 \cdot 100}{M}$ | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 16.1 | <p>16.1.2. Método sin precipitación de proteínas:</p> $\text{NBVT (mg/100g)} = \frac{14,007 \cdot N \cdot V \cdot 100}{M}$ <p>N = Normalidad de ácido utilizado (ácido clorhídrico o sulfúrico). V = Volumen gastado de ácido en titulación de destilado. M = Masa de la muestra (gramos).</p> | | |
| 17 | Aseguramiento de la calidad | | |
| 17.1 | La validación del método está descrito adecuadamente en algún documento interno del laboratorio. | | |
| 17.2 | Existen gráficos de control que demuestran que el método de análisis se encuentra bajo control estadístico (Ej: pendiente curva calibrado en el tiempo). | | |
| 17.3 | Se comprueba el equipo destilando soluciones de cloruro de amonio equivalente a 50 mg NBVT/100 gramos. | | |
| 17.4 | Se han identificado las variables que inciden en la incertidumbre del método. | | |

SERNAPESCA

DETERMINACIÓN DE METALES.

Mercurio-NCh2667.Of2001-Espectrometría de absorción atómica por generación de vapor frío.

Plomo-NCh2751.Of2003- Espectrometría de absorción atómica.

Arsénico-NCh3140.Of2008-Espectrometría de absorción atómica por generación de hidruro.

Cadmio- NCh2638.Of2001 - Espectrometría de absorción atómica por llama.

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 18 | Equipos y Materiales. | | |
| 18.1 | La balanza analítica tiene una resolución de 0,0001 gramos (para preparar patrones de metal respectivo). | | |
| 18.2 | La balanza de precisión tiene una resolución de 0,001 gramos (para preparar soluciones generales). | | |
| 18.3 | Existe una campana de extracción de gases sobre el espectrofotómetro y está en buen estado. | | |
| 18.4 | La mantención, verificación y/o calibración del espectrofotómetro de absorción atómica está al día y debidamente registrado. | | |
| 18.5 | Existe un protocolo para llevar a cabo la limpieza del material de vidrio y considera la limpieza con detergente neutro, enjuague con abundante agua potable, sumergimiento en ácido nítrico al 20% por 2 horas y enjuague con abundante agua desionizada. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|---|-------|---|
| 18.5 | Mercurio. La mantención, verificación y/o calibración del Condensador de agua, está al día y debidamente registrado. | | |
| 18.6 | Mercurio, Arsénico El generador de hidruros es limpiado correcta y regularmente. Esto queda registrado. | | |
| 19 | Preparación de Muestras | | |
| 19.1 | Se cumple con Punto 2 | | |
| 20 | Digestión de la muestra | | |
| 20.1 | Pb y Cd Consideran el secado inicial de la muestra. | | |
| 20.2 | La digestión de la muestra considera preparar paralelamente al menos un blanco de reactivo. | | |
| 20.3 | Se pesa la cantidad indicada en la norma y según el contenido de humedad y grasa contenido en esta. | | |
| 20.4 | As y Cd: Está considerada la adición de peróxido de hidrógeno cuando el contenido de grasa es importante. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 20.5 | La digestión comienza con una ebullición suave. | | |
| 20.6 | Pb y Cd 20.6.1. Vía húmeda Se agrega ácido nítrico (Pb) o ácido nítrico y/o sulfúrico (Cd) a la muestra contenida en matraz. Se digiere sobre placa calefactora a ebullición. Esto se repite hasta obtener solución cristalina sin emisión de vapores. | | |
| 20.6 | 20.6.2. Vía seca La cápsula que contiene la muestra se introduce en mufla fría, posterior a haber secado la muestra en estufa (muestra húmeda). Se eleva lentamente la temperatura. Terminado el proceso se deja enfriar y se disuelven cenizas en ácido nítrico (Pb) o ácido nítrico/ácido clorhídrico (Cd). 20.6.1. As Está considerado el calentamiento en crisol del digerido con el fin de consumir materia orgánica | | |
| 20.6 | 20.6.2. Cd Está considerada la adición de ácido sulfúrico con el fin de consumir la materia orgánica. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|-------|---|-------|---|
| 20.7 | Pb: Se evita la completa sequedad de la muestra en la etapa de reducción de volumen. | | |
| 20.8 | Las etapas de enfriamiento se llevan a cabo a temperatura ambiente. | | |
| 20.9 | Hg y Pb: De ser necesario, se lleva a cabo la filtración del digerido, en papel. | | |
| 20.10 | La digestión de la muestra es total y se verifica por la claridad de la solución obtenida. | | |
| 20.11 | Se afora el contenido total de la digestión. Si permaneciera grasa al finalizar la digestión, el menisco se deja a la mitad del aforo del matraz. | | |
| 20.12 | Cualquier material de vidrio en contacto con el matraz de digestión es enjuagado de tal forma de considerar esta agua en el aforo final. | | |
| 20.13 | Pb y Cd: Se chequea que no aparezcan vapores pardos debido a ácido nítrico y humos densos debido a ácido sulfúrico. | | |
| 21 | Determinación del metal | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 21.1 | La determinación se lleva a cabo por: 21.1.1. Pb y Cd: Espectrometría de absorción atómica por llama. 21.1.2. Hg y As: Espectrometría de absorción atómica por generación de hidruros. | | |
| 21.2 | 21.2.1. La llama se genera a partir de: Pb, Cd: Aire - acetileno. 21.2.2. Hg: Los vapores de mercurio se generan a partir de la mezcla de la solución de la muestra (o patrones de la curva de calibrado) con la solución de borohidruro de sodio o cloruro estano. | | |
| 21.3 | Pb y Cd: Se utiliza corrector de fondo. | | |
| 21.4 | Pb y Cd: El nebulizador es lavado con ácido nítrico. | | |
| 21.5 | Previo a llevar a cabo las mediciones, la señal de absorbancia del equipo se lleva a cero con el blanco de la curva de calibrado. | | |
| 21.6 | Si la señal de la muestra se encuentra fuera del rango de la curva de calibrado se considera la dilución de esta o el cambio de los parámetros del equipo, tales como la longitud de onda. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 21.7 | La determinación considera la utilización de algún método alternativo, de existir (Analizador de mercurio, Sistema discontinuo para arsénico, Horno de grafito para plomo). | | |
| 21.8 | Se considera la medición de la curva de calibrado y los blancos al comienzo de la rutina de trabajo diaria y cada cierto número de muestras. | | |
| 22 | Cálculos | | |
| 22.1 | Se resta la señal del blanco de reactivo, a la señal de la muestra. | | |
| 22.2 | <p>El contenido de Metal en la muestra está dado por la ecuación:</p> $\text{Metal (mg/Kg)} = \frac{C \bullet V \bullet F}{M}$ <p>C = Concentración de Metal obtenido de la curva de calibración. V = Volumen de aforo (mililitros). F = Factor de dilución. M = Masa de la muestra (gramos).</p> | | |
| 23 | Aseguramiento de la calidad | | |
| 23.1 | La validación del método está descrito adecuadamente en algún documento interno del laboratorio. | | |

SERNAPESCA

| Cod | Puntos de Control | Si/No | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/ evidencia) |
|------|--|-------|---|
| 23.2 | Se considera la determinación de un material de referencia certificado, el que es analizado conjuntamente con las muestras | | |
| 23.3 | Existen gráficos de control que demuestran que el método de análisis se encuentra bajo control estadístico (Ej: pendiente curva calibrado en el tiempo). | | |
| 23.4 | Se han identificado las variables que inciden en la incertidumbre del método. | | |

SERNAPESCA

RESUMEN OBSERVACIONES.

| Cod | OBSERVACIONES (Documentación evaluada/evidencia) |
|-----|---|
| 24 | |

Firma Inspector Sernapesca: _____

Firma representante Laboratorio: _____