

1. OBJETIVO

Establecer la metodología a seguir para la toma, rotulado y envío de muestras por el personal de LABAC y clientes.

Asegurar que la toma de muestras se lleva a cabo de manera adecuada de forma de no perjudicar el análisis. Asegurar que se consignan los datos necesarios para asegurar la trazabilidad.

2. ALCANCE

Toma, rotulado y envío de muestras por personal y clientes de LABAC.

3. DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

- ISO 17025: vigente “Requisitos relativos a la competencia de laboratorios de ensayo y calibración”.
- IRAM 29481-5 Directivas para la investigación exploratoria de sitios urbanos e industriales con respecto a la contaminación de suelos.
- Manual Práctico de la contaminación del suelo. Ihobe.
- Norma 138 Semarnat Límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su caracterización y remediación.
- SM 1060 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater Ed 22., Toma y Conservación de muestras para análisis físico-químicos.
- SM 9060 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater Ed 22., Muestras para análisis Bacteriológicos
- Capítulo 3 EPA: Consideraciones de muestreo, métodos de preparación de muestras, y determinación de analitos inorgánicos.
- Capítulo 4 EPA: Consideraciones de muestreo, métodos de preparación de muestras, y determinación de analitos orgánicos.
- ASTM D 4448-01 Standard Guide for Sampling Groundwater Monitoring Wells

4. DESARROLLO

4.1 Toma de Muestras

4.1.1 Análisis de Agua

• Análisis Bacteriológico: la muestra debe recolectarse en un envase plástico estéril. El proceso incluye:

1. Limpiar la boca del grifo
2. Dejar salir agua durante 2 a 3 minutos
3. Flamear el grifo durante un par de minutos con la llama de un hisopo embebido en alcohol
4. Abrir el grifo y dejar salir agua durante medio minuto
5. Sacar el tarro de su envoltorio, destaparlo y llenar
6. Cerrar cuidadosamente

• Análisis Físico-Químico: la muestra debe recolectarse en botellas plásticas de primer uso. Verificar el correcto cierre del envase.

Nota: para la determinación de parámetros orgánicos se debe adicionar 1ml de ácido sulfúrico por cada litro de agua.

4.1.2 Fuentes de Aguas

- Canilla:
 1. Dejar salir agua del grifo durante 2 a 3 minutos
 2. Enjuagar varias veces la botella
 3. Llenar completamente el envase y tapar

- Freatímetro:

El personal encargado del muestreo debe instalarse en campo uno o días antes de realizar la recolecta.

Para tomar la muestra se respetan los lineamientos de la Norma ASTM D 4448-01 Standard Guide for Sampling Groundwater Monitoring Wells, que establece el volumen de purga adecuado. Los bailers o sondas tomadoras de muestras de aguas subterráneas se utilizan para el muestreo en pozos profundos y para la purga de los mismos.

En el lugar de muestreo se dispone un nylon grueso donde trabajaremos siempre encima de él. Se procede a limpiar el lado exterior de la bomba sumergible utilizando un detergente no iónico y cepillo, y se hace circular por la misma y las mangueras esta solución, luego se procede a enjuagar con agua de grado reactivo. Luego de este proceso se toma un blanco de equipo. Todos los residuos que generen esa limpieza se depositan en los bidones de 20lts que serán entregados a la empresa para su correcta gestión de residuos peligrosos

En el momento de realizar la purga del pozo se debe analizar la presencia o ausencia de fase libre.

En el caso de que haya fase libre, y se requiere una muestra de ésta, se mide su espesor y se procede a tomar la muestra de fase libre sin realizar purga del pozo. Luego se realiza la purga del pozo durante 24-48 horas, y se procede a la toma de muestra de agua si el cliente lo requiere y está previamente establecido.

En el caso de ausencia de fase libre se purga el pozo durante 24-48 horas y se recolecta la muestra de agua y se procede al llenado del recipiente.

Los bailers utilizados para la toma de muestra deben ser de primer uso o estar correctamente limpios. La limpieza esta descrita en el procedimiento PO-02 Limpieza de salas y lavado de material. Se utilizará un bailer por muestra, los mismos serán marcados una vez utilizados para enviarlos al laboratorio y se limpien. En caso de no poder purgar los pozos con las bombas sumergibles se procederá a extraer con los bailers.

El volumen de purga se obtiene aplicando la siguiente ecuación:

$$V = \pi * r^2 * h$$

V: volumen de purga en metros cúbicos, m³

r: radio de la columna en metros, m

h: la altura en metros de la columna, m

$$L = V * 1000$$

L, es el volume de purge en litros, L, y T el tiempo necesario para tomar ese volumen se calcula así:

$$T = L / Lpm$$

Lpm son los litros bombeados según la profundidad (es el caudal de la bomba) para la bomba de trabajo.

Según la norma la purga de los pozos debe ser de 3 a 5 volúmenes de agua, dependiendo de la recuperación.

- Río, Arroyo, Lago, Estanque: la toma de la muestra debe realizarse lejos de las costas y a mediana profundidad, evitando hacerlo en sitios afectados por aportes accidentales de otros cursos y descargas de líquidos industriales, pluviales o cloacales. Destapar el recipiente y rápidamente sumergirlo a una profundidad de 20 cm, tomándolo del cuello. Si hay corriente, la boca del recipiente se orientará en sentido contrario a ella. Si no hay corriente, se moverá el recipiente en semicírculo. Una vez lleno, levantar y tapar de inmediato.

4.1.3 Análisis de Efluentes Líquidos

Recolectar la muestra en botellas plásticas de primer uso o de vidrio color caramelo. Llenar completamente el envase y tapar. Verificar el correcto cierre del envase.

4.2 Análisis de Suelo

Previamente mediante un Plan de Monitoreo y según los parámetros a determinar se debe designar la cantidad de puntos a muestrear, los sitios de muestreo, y la profundidad.

La muestra se recolecta por medios mecánicos (pala, barreno, etc.) en una cantidad suficiente que permita realizar la totalidad de los análisis (mínimo 500g) y se coloca en un envase plástico con tapa o bolsa resistente y cerrar.

El barreno metálico debe estar correctamente limpio antes del muestreo. Para ello se utiliza un detergente no iónico y un cepillo y debe enjuagarse dentro de un balde de 20lts para evitar derrames de residuos. Luego se enjuaga con agua de grado reactivo. La limpieza y enjuague del recipiente se realiza sobre un nylon grueso para evitar la contaminación en el sector del muestreo.

Los restos/ residuos que quedan en el balde se depositan en un bidón de 20lts que luego será entregado/depositado a la empresa para su correcta gestión de residuos peligrosos.

5. ROTULADO Y REGISTRO

Toda muestra debe ser identificada indicando: número de muestra, empresa, fecha y sitio de extracción preferentemente con un marcador indeleble sobre el envase o fijando una etiqueta rotulada al recipiente. Estos datos quedan registrados en la **R-14.15 Cadena de Custodia Muestras Enviadas por el Cliente** asociada a cada muestra. Si corresponde completar las observaciones, consignado cualquier otro dato que se considere de interés.

Toda muestra debe estar asociada a una Cadena de Custodia.

5.1 Envío y Conservación de Muestras

5.1.1 Conservación

Una vez extraída, la muestra debe conservarse conforme a los parámetros que se determinarán, como se observa en la Tabla I Muestras sólidas y Tabla II Muestras Líquidas expuestas en Anexos. Para ampliar la información recurrir al Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, SM 1060 Toma y Conservación de muestras, al SM 9060 Muestreo –Bacteriológico- y al Capítulo 3 y 4 (cuatro) de EPA Consideraciones de muestreo, métodos de preparación de muestras, y determinación de analitos inorgánicos y orgánicos, respectivamente.

5.1.2 Envío



TOMA Y ENVÍO DE MUESTRAS

Código: IT-02
Revisión: 08
Fecha de vigencia:
03/03/2020
Página 5 de 10

El tiempo de transcurrido entre la toma de muestra y el envío al Laboratorio debe ser el menor posible, de modo de evitar que la muestra sufra cambios en su composición o propiedades.

La muestra debe ser enviada junto con su respectiva cadena de custodia, que puede ser la del Laboratorio **R-14.15 Cadena de Custodia Muestras Enviadas por el Cliente** o una propia del cliente, y en las condiciones de conservación adecuadas. Los documentos utilizados deben ser la versión vigente utilizada por el laboratorio, y el Rep. Técnico debe facilitar al cliente.

El envío puede hacerse personalmente, por transporte terrestre o aéreo adecuado.

El cliente debe enviar por mail a la dirección de correo Ariel.Gambini@labac-web.com.ar, en el Dpto de del Laboratorio, con copia al Representante Técnico asignado, el número de guía junto con la cantidad de bultos y de muestras. Esta información queda a cargo del Asistente de laboratorio, quien la imprime y guarda en la carpeta GUÍAS ESPERADAS. El asistente de laboratorio organiza el retiro de las muestras por el transporte contratado o un integrante del Dpto de muestreo con el número de guía. Este integrante debe escribir con fibrón indeleble en un lado de cada conservadora el número de guía. Cuando recibe las muestras, el Asistente de Laboratorio verifica que la cantidad de bultos y de muestras coincida con la guía, y en este caso guarda el registro en la carpeta GUÍAS RECIBIDAS. Cuando haya diferencias en la recepción de las muestras con lo registrado en la guía correspondiente el Asistente de laboratorio se comunicará con el Rep. Técnico de ventas para tomar las acciones correspondientes.

El envío de las muestras se realiza a nombre de LABAC S.A.

En todos los casos, se deberá rotular la conservadora o contenedor completando:

REMITENTE

LABAC S.A.

Paraguay 727 piso 6 oficina 2

(2000) Rosario, Santa Fe.

En el caso de que surjan dudas o inconvenientes, o de necesitar mayor información el cliente deberá comunicarse con el Representante Técnico de Ventas.


6. Anexos
R-14.15 Cadena de Custodia Muestras Enviadas por el Cliente
Tabla I: Muestras Sólidas
Referencias V: vidrio, P:plástico

ANALITO	PESO MÍNIMO	RECIPIENTE *	CONSERVACIÓN	TIEMPO (holding time)
Hidrocarburos Totales (HT), y otros.	200 g	V, P	< 6° C	14 días
Orgánicos volátiles: BTEX*	200 g	V, P	< 6° C	14 días
Orgánicos semivolátiles, PAH	200 g	V, P	< 6 °C	14 días
Herbicidas y Pesticidas organoclorados, POC	200 g	V, P	< 6 °C	14 días
Compuestos organofosforados, POF	200 g	V, P	pH: 5, 8 (NaOH, H2SO4) pH < 6 °C	14 días
Nitrato (NO₃⁻)	200 g	V, P	< 6° C	< a 2 días
Nitrito (NO₂⁻)	200 g	V, P	< 6° C	
Cadmio (Cd)	200 g	V, P	NA	6 meses
Cinc (Zn)	"	"	"	"
Cobre (Cu)	"	"	"	"
Níquel (Ni)	"	"	"	"
Plomo (Pb)	"	"	"	"
Cromo, valencia 6, (Cr VI)	100 g	V, P	< 6° C	7 días desde la extracción al análisis

- Consultar con el laboratorio por la técnica Headspace

Tabla II: Muestras Líquidas

ANALITO	VOLUMEN	RECIPIENTE	CONSERVACION	TIEMPO
Hidrocarburos Totales (HT), y otros.	1000 cm ³	V	T < 6°C	14 días
Orgánicos volátiles: BTEX*	1000 cm ³	V, P	< 6°C	14 días
Orgánicos semivolátiles, PAH	1000 cm ³	V, P	< 6°C	14 días
Herbicidas y Pesticidas organoclorados, POC	1000 cm ³	V, P	< 6°C	14 días
Compuestos organosfosforados, POF	1000 cm ³	V, P	pH: 5, 8 (NaOH, H ₂ SO ₄) pH < 6°C	14 días
<u>Conductividad</u>	500 cm ³	P, G, FP	Refrigerar, ≤6°C	28 días
Nitrato (NO₃⁻)	>100 cm ³	P, G, FP	T < 6°C	1 – 2 días
Nitrito (NO₂)	>100 cm ³	P, V	T < 6°C	1 – 2 días
<u>Metales pesados</u>	1000 cm ³	P(A), G(A), FP (A)	Para metales disueltos filtrar inmediatamente, adicionar HNO ₃ hasta pH<2	6 meses
Amoníaco (NH₃)	>100 cm ³	P, V	T < 6°C	1 – 2 días
Cromo, valencia 6 (Cr VI)	400 cm ³	P, V	PH 9,3 – 9,7 < 6°C (en Buffer Sulfato de amonio) O < 6°C	28 días 24 hs
Bacteriológicos: Mesófilas,	125 mL	P	< 4°C, no	24 hs

	TOMA Y ENVÍO DE MUESTRAS	Código: IT-02 Revisión: 08 Fecha de vigencia: 03/03/2020 Página 8 de 10
-----------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------------

Coliformes Totales, Escherichia coli, Pseudomonas aeureginosa			congelar	
------------------------------------------------------------------------------	--	--	----------	--

*P= plástico (polietileno o equivalente); G= vidrio; G (A) o P (A)= lavado con 1 + 1 HNO₃; G(B)=vidrio-borosilicato; G (S)= vidrio, lavado con disolventes orgánicos o al horno; FP=fluoropolímero (politetrafluoroetileno (PTFE, teflón) u otro fluoropolímero

COPIA CONTROLADA

Tabla III: Muestras de aire

ANALITO	Medio de absorción o adsorción
OZONO	10 mL de Solución absorbente de fosfato y yodo. VENCE AL MES.
AMONIACO	Tubo absorbente de sílica sulfurada.
ACIDO SULFÍDRICO SH₂	10 mL de Solución absorbente de acetato de zinc. AGITAR ANTES DE USAR.
ÓXIDO DE AZUFRE SO₂	10 mL de solución absorbente de EDTA y cloruros. ESTABLE POR 6 MESES.
DIOXIDO DE NITROGENO NO₂, y otros óxidos de nitrógeno	10 mL de solución absorbente de trietanolamina.
METALES PESADOS	Filtro de membrana de éster de celulosa, 0,8 um
COMPUESTOS ORGANICOS	Tubos de carbón activado

COPIA CONTROLADA

7. HISTORIAL

HISTORIAL DEL DOCUMENTO			
Realizó y Revisó		Lorena Perlo	LP
Aprobó		Mauricio Palazzini	MP
Fecha	Revisión	Descripción / Modificaciones	
16/09/2015	01	<ul style="list-style-type: none"> Se revisó todo el instructivo. 	
03/02/2016	02	<ul style="list-style-type: none"> Se profundiza en la toma de distintos tipos de muestras, y en su conservación. 	
09/05/2016	03	<ul style="list-style-type: none"> Se incorporan condiciones de conservación. 	
06/07/2016	04	<ul style="list-style-type: none"> Se describe la toma de muestras de aguas y suelo. 	
07/02/2017	05	<ul style="list-style-type: none"> Se cambia la dirección de envío. 	
10/07/2017	06	<ul style="list-style-type: none"> Se agrega cálculo matemático para el volumen de purga. 	
17/05/2019	07	<ul style="list-style-type: none"> Se describe la organización del envío de las muestras por el cliente. Se agrega anexo con la recolección de muestras de aire. 	
03/03/2020	08	<ul style="list-style-type: none"> Agregado de analitos a la tabla de muestras líquidas. 	



COPIA CONTROLADA