

ORD.: 2746

ANT.: No hay

MAT.: Solicita acompañar antecedentes que indica.

Santiago,

07 DIC 2016

A : FRANCISCO JAVIER O'RYAN VIDAL
REPRESENTANTE LEGAL
LABORATORIO EUROFINIS-GCL

DE : CRISTIAN FRANZ THORUD
SUPERINTENDENTE DEL MEDIO AMBIENTE

En el marco del recurso de reposición interpuesto por la empresa CMPC TISSUE S.A. (en adelante e indistintamente, "CMPC Tissue" o la "empresa"), con fecha 25 de agosto de 2016, en contra de la Resolución Exenta N° 739, de fecha 10 de agosto de 2016, que resolvió el procedimiento administrativo sancionatorio Rol N° F-038-2015 y que sancionó a la empresa con una multa de 69,5 unidades tributarias anuales (UTA), se ha decidido oficiar a Ud., para que remita a esta Superintendencia los siguientes documentos y antecedentes, asociados al muestreo y al análisis del compuesto pentaclorofenol, contenido en el Informe N° 271/2013, emitido por su empresa con fecha 15 de octubre de 2013, particularmente:

- Cadena de custodia correspondiente al muestreo en cuestión.
- Procedimiento de muestreo.
- Registro de ingreso de la muestra al laboratorio.
- Registros de resultados del batch de análisis donde se incorporó la muestra, incluyendo controles de calidad utilizados.
- Certificados del estándar de pentaclorofenol utilizado en la cuantificación del analito.
- Registros cromatográficos correspondientes a la muestra y a los controles de calidad asociados, en una escala apropiada.
- Procedimiento de análisis e instrumentos y técnica utilizados, con sus respectivos registros de control metrológico.

Dichos antecedentes deben ser remitidos en formato físico y digital a esta Superintendencia, y deberán ser ingresados en nuestra Oficina de Partes, en el plazo de 7 días hábiles contados desde la notificación del presente oficio.

Finalmente, a través del presente se le cita a una reunión en las dependencias de esta Superintendencia para el día 22 de diciembre de 2016, a las 15 horas, ubicada en Teatinos N° 280, piso 9, Santiago. Los detalles sobre los asistentes, motivos y demás aspectos a discutir en la reunión podrán ser coordinados con el Sr. Sebastián Rebolledo Aguirre, abogado de Fiscalía, a través del presente correo: sebastian.rebolledo@sma.gob.cl

Sin otro particular, saluda atentamente,



DHE/SRA



CRISTIAN FRANZ THORUD
SUPERINTENDENTE DEL MEDIO AMBIENTE

Notificación por carta certificada:

- Francisco Javier O’Ryan Vidal, Avda. Parque Antonio Rabat Sur N° 6165, Vitacura, Santiago.
- Mabel Silva H, Marco Polo 9038, Of A, Flexcenter Biobio, Concepción, Chile.

CC.:

- Fiscalía.
- División de Sanción y Cumplimiento.
- División de Fiscalización.
- Sección de Autorización y Seguimiento a Terceros.
- Oficina de Partes.

Santiago, 20 diciembre 2016.-

A: SUPERINTENDENTE DEL MEDIO AMBIENTE

Sr. Cristián Franz Thorud.

DE: Gestión de Calidad y Laboratorio S.A. ("Eurofins GCL")

REF.: Ord. 2746 de 7 diciembre 2.016.

En relación con lo solicitado en el ordinario de la referencia, podemos informar a Uds. que, requerido el Laboratorio Manuel Ruiz y Compañía Limitada, que efectuó materialmente la pericia, para proporcionar los antecedentes de respaldo de su informe, éste ha manifestado haberse percatado de un error en la transcripción del resultado final de la pericia, toda vez que, habiéndose realizado las curvas de pentaclorofenol en concentraciones expresadas en microgramos por litro, se informó el resultado final en miligramos por litro, sin hacerse la conversión correspondiente.

De acuerdo a lo anterior, el resultado real – y que debió haberse informado- es una concentración de 0,0037 mg/L.

Acompañamos a la presente, carta del laboratorio citado en la cual expone lo acontecido.

Ponemos igualmente a su disposición, si lo requieren, los antecedentes y muestras que respaldan el procedimiento efectuado y que se detallan en carta remitida por el laboratorio.

Entendemos que lo expuesto más arriba podría cambiar sustancialmente los presupuestos de hecho de la investigación en curso, por lo que rogamos confirmarnos si, en su concepto, sigue siendo de utilidad para su investigación la reunión coordinada para el día 22 de diciembre o si debiera ésta posponerse para un mejor estudio de estos nuevos antecedentes.

Sin otro particular y lamentando el error producido, les saluda muy Atte.,



p.p. Gestión de Calidad y Laboratorio S.A.

Rodrigo Rivera Demanet

Gerente General

Santiago, 19 de diciembre de 2016

Estimada Mabel,

Según lo solicitado por correo electrónico el día lunes 12 de diciembre, hemos procedido a recolectar la información requerida. En ese contexto, nos percatamos del error cometido en el informe que les fue enviado al transcribir el resultado final. Las curvas de pentaclorofenol se realizan en concentraciones expresadas en microgramos por litro, y el resultado fue informado en miligramos por litro, como se debe expresar en el caso de los riles, pero sin hacer la conversión necesaria. El resultado que debería haber sido informado es de 0.0037 mg/L.

Se adjunta información referente al ensayo que se resume en:

- Set de 8 muestras, curva de calibración con un blanco, una muestra en duplicado y con adición de estándar.
- Curva de calibración de tres puntos con concentraciones de 0.50, 5.05 y 20.20 $\mu\text{g/L}$.
- Muestra y duplicado sin señal de PCP.
- La adición fue de 10.1 $\mu\text{g/L}$ y se obtuvo un valor de 9.718 $\mu\text{g/L}$, lo que representa una recuperación de un 96.25%, siendo su rango de aceptación $\pm 30\%$ de lo adicionado.

Se adjuntan los registros para la muestra involucrada.

Lamentamos los inconvenientes causados por este hecho, y esperamos su aclaración.

Quedamos atentos a sus comentarios,



M^a Gabriela Ruiz R.

Ejecutivo Técnico

ESTE INFORME NO DEBE SER REPRODUCIDO PARCIALMENTE SIN LA AUTORIZACIÓN ESCRITA DE MR-LAB

Laboratorio Acreditado por el Sistema Nacional de Acreditación del INN, como Laboratorio de Ensayo según NCh-ISO 17025.Of2005, Certificados LE 191 y LE 192 - Vigencia hasta el 28/11/2016

*Laboratorio Manuel Ruiz y Compañía Limitada, Santa Elena N°1209, Santiago / Fono: 2554 3645, Fax: 2555 7758
E-mail: info@mrlab.cl / Web: www.mrlab.cl*

RECIBIDO

07 NOV 2012

MR LAB

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Pentachlorophenol

CATALOG NUMBER N-12831-5G
LOT NUMBER 683100
DATE CERTIFIED 02/16/12
EXPIRATION DATE 02/28/17
CAS NUMBER 87-86-5
MOLECULAR FORMULA C₆HCl₅O
MOLECULAR WEIGHT 266.32
STORAGE Store in a cool dry place.
HANDLING See MSDS.
INTENDED USE For laboratory use only.

Analytical Test	Value
% PURITY (GC/FID)	98.5
FT-IR SPECTROSCOPY	CONFORMS TO STRUCTURE

Chem Service, Inc. guarantees the purity to be +/- 0.5% deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Certified By:



John Conrad
CSM/TC

COA Form
Revision 7/2011



ISO 9001
Certificate Number: 31610

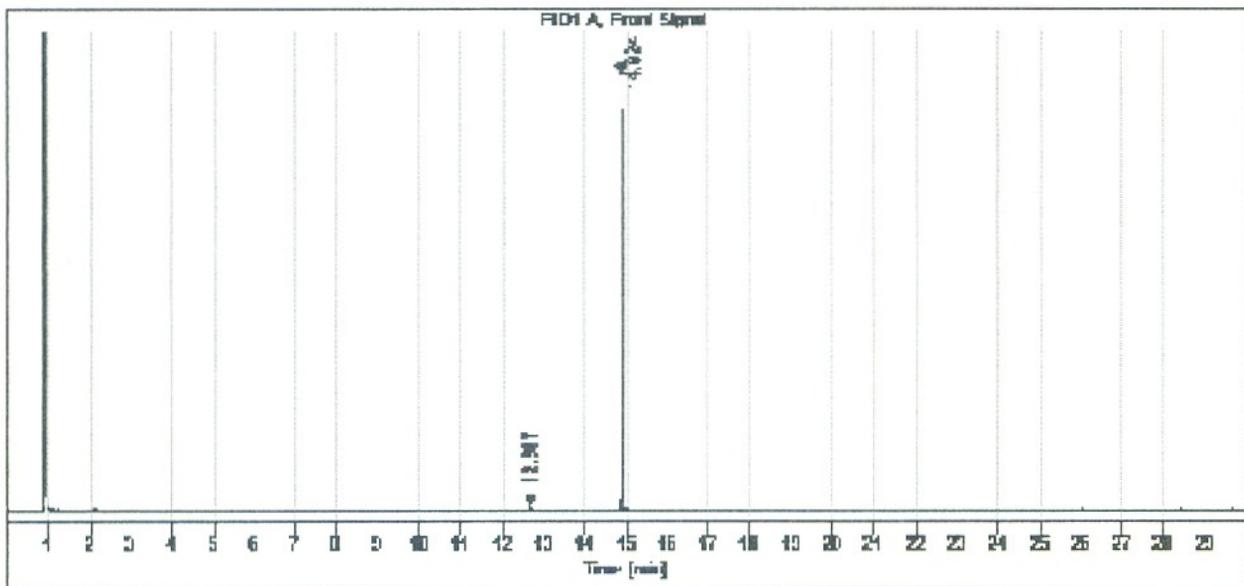


ISO/IEC 17025
Accreditation Number: 63620

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Gas Chromatography / Flame Ionization Detector (GC/FID)

Data file: C:\CHEM32\DATA\0212\SIG1011487.D
Sample name: SYN-12831/MeOH
Instrument: GC 2
Injection date: 2/15/2012 1:58:58 PM
Acq. method: 40(10)300.M
Column name: HP-5 (30m x 0.32mm x 0.25um)
Sample type: Sample
Location: Vial 2
Injection volume: 1.0uL



Signal: FID1 A, Front Signal

RT [min]	Type	Width [min]	Area	Height	Area%
12.697	BB	0.0300	4.7427	2.5130	1.42
14.924	BB	0.0282	329.8057	181.2080	98.58
		Sum	334.5484		



ISO 9001
Certificate Number: 31610



ISO/IEC 17025
Accreditation Number: 03820

07 NOV 2012

MR LAB

660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Analysis Method: FT-IR Spectroscopy

Catalog Number:	N-12831-5G
Description:	Pentachlorophenol
Lot Number:	683100
Expiration Date:	02/28/17



ISO 9001
Certificate Number: 31610



ISO/IEC 17025
Accreditation Number: 03520



MR LAB
Laboratorio Cromatografía

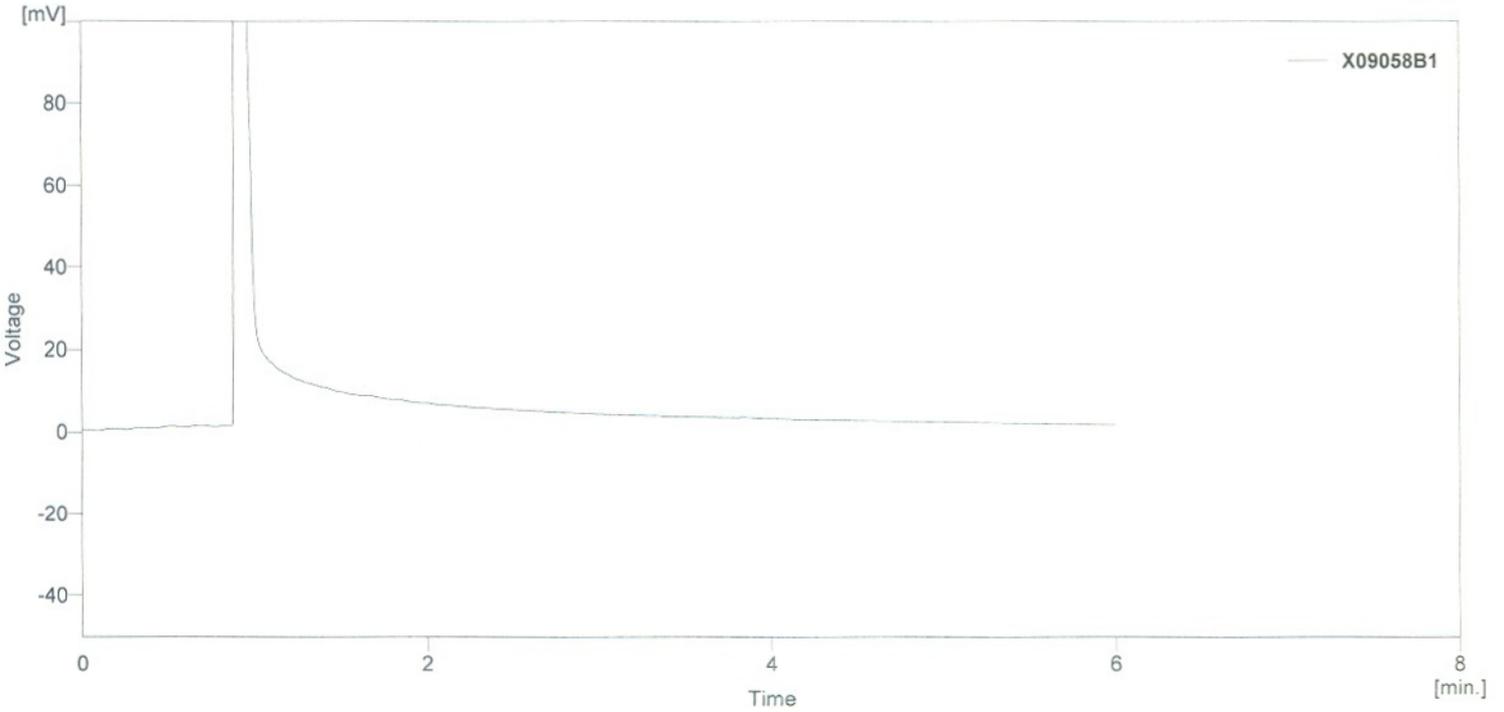
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Data\X09058B1.PRM File Created : 01-10-2013 12:13:26
 Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 11:13:26
 Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09058B1 Amount [ug/L] : 0
 Sample : BLANCO ISTD Amount : 0
 Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
 Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
 Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 12:50



!!! Result Table (Uncal - X09058B1) No identified peak(s) !!!

Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
No peak to report				



MR LAB
Laboratorio Cromatografía

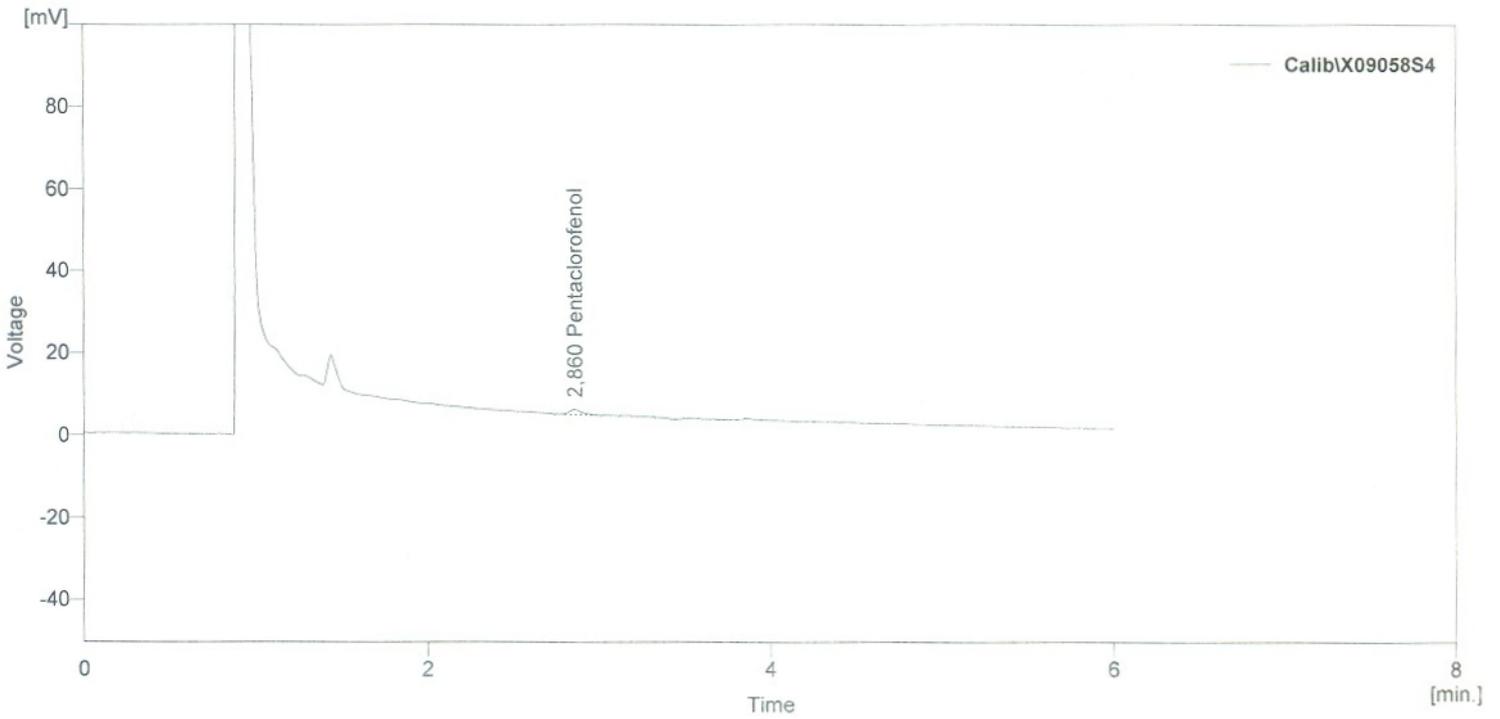
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Calib\X09058S4.PRM File Created : 01-10-2013 12:01:05
 Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 11:01:05
 Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09058S4 Amount [ug/L] : 0
 Sample : St. PCP 4 ISTD Amount : 0
 Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
 Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
 Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 12:09



Result Table (ESTD - Calib\X09058S4)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
1	2,860	6,003	100,0	0,655	Pentaclorofenol
	Total	6,003	100,0	0,655	



MR LAB
Laboratorio Cromatografía

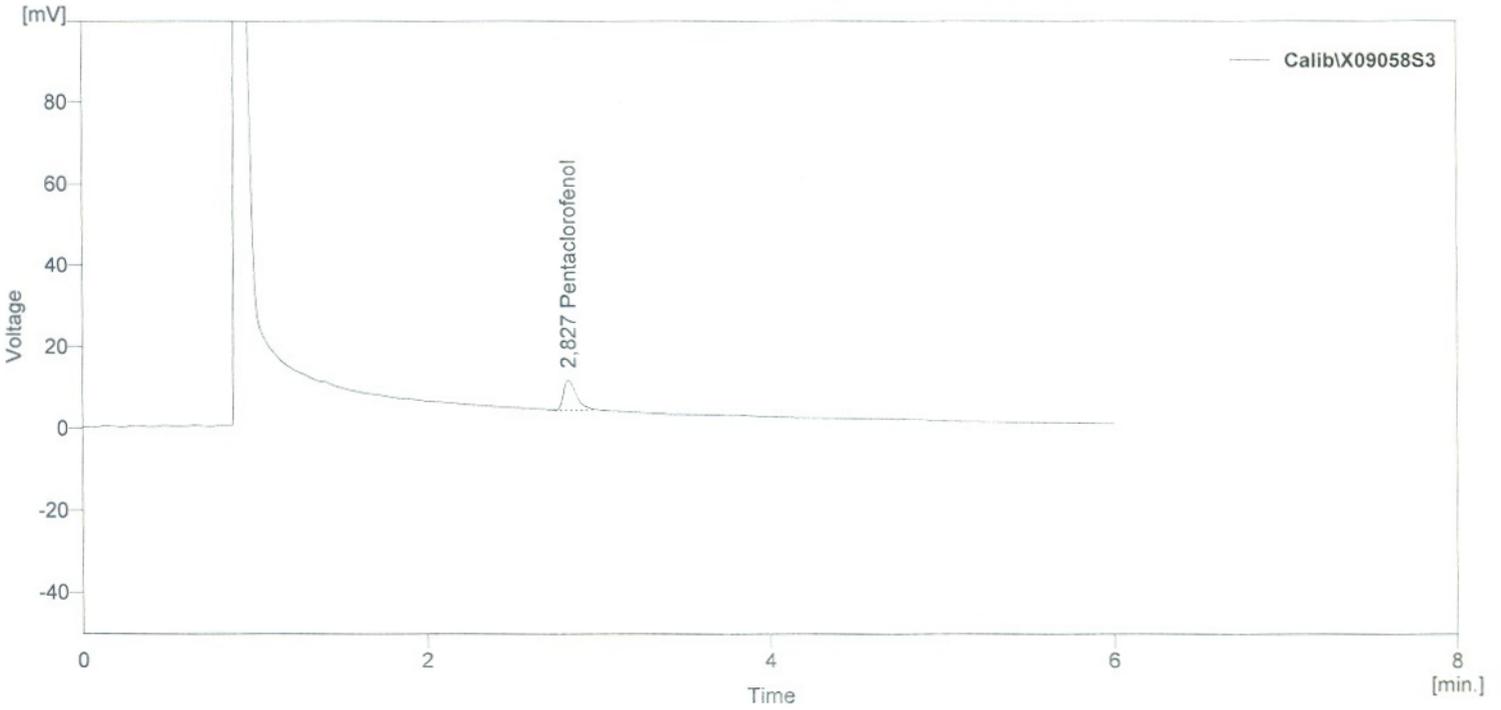
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Calib\X09058S3.PRM File Created : 01-10-2013 11:49:32
 Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 10:49:32
 Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09058S3 Amount [ug/L] : 0
 Sample : St. PCP 3 ISTD Amount : 0
 Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
 Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
 Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 12:09



Result Table (ESTD - Calib\X09058S3)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
1	2,827	38,570	100,0	4,855	Pentaclorofenol
	Total	38,570	100,0	4,855	



MR LAB
Laboratorio Cromatografía

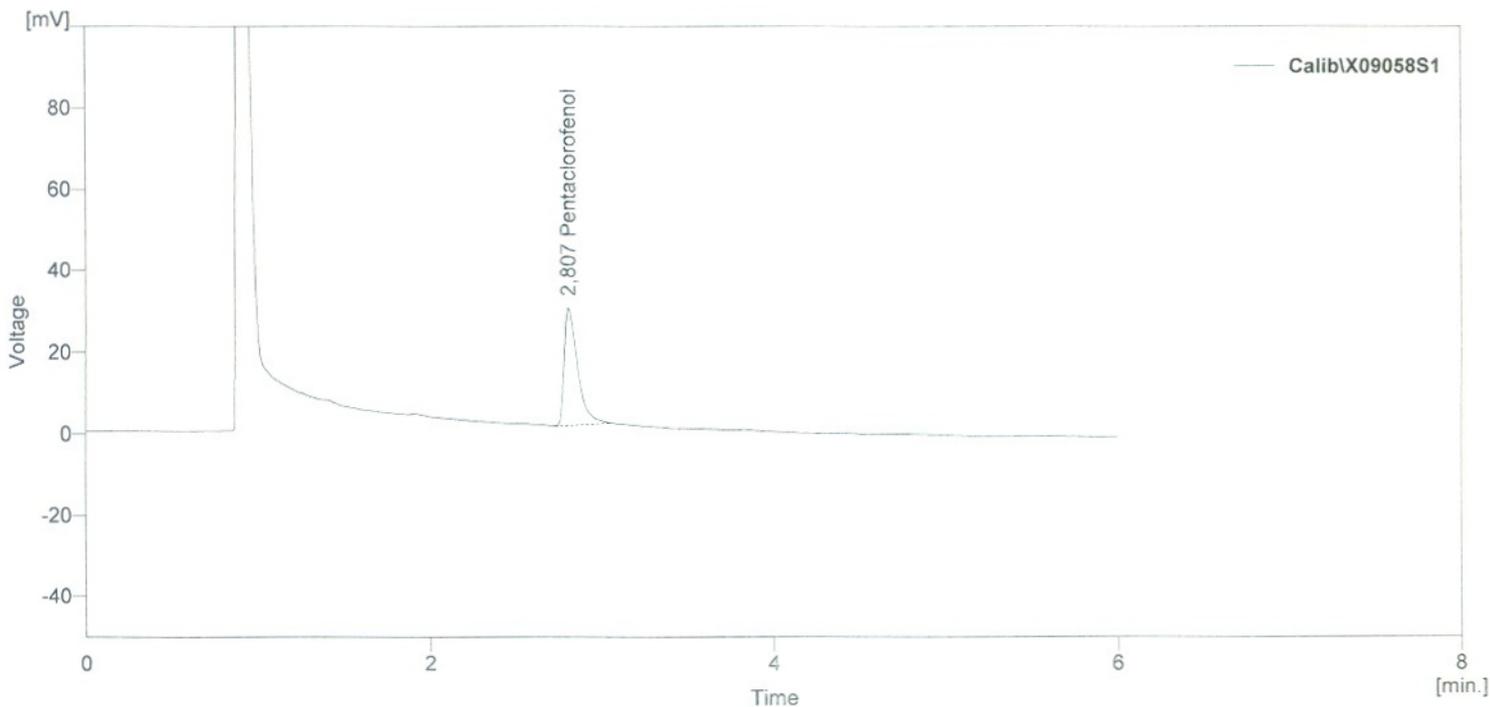
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\CalibX09058S1.PRM File Created : 01-10-2013 11:24:31
 Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 10:24:30
 Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09058S1 Amount [ug/L] : 0
 Sample : St. PCP 1 ISTD Amount : 0
 Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
 Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
 Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 12:09



Result Table (ESTD - CalibX09058S1)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
1	2,807	157,930	100,0	20,245	Pentaclorofenol
	Total	157,930	100,0	20,245	



MR LAB
Laboratorio Cromatografía

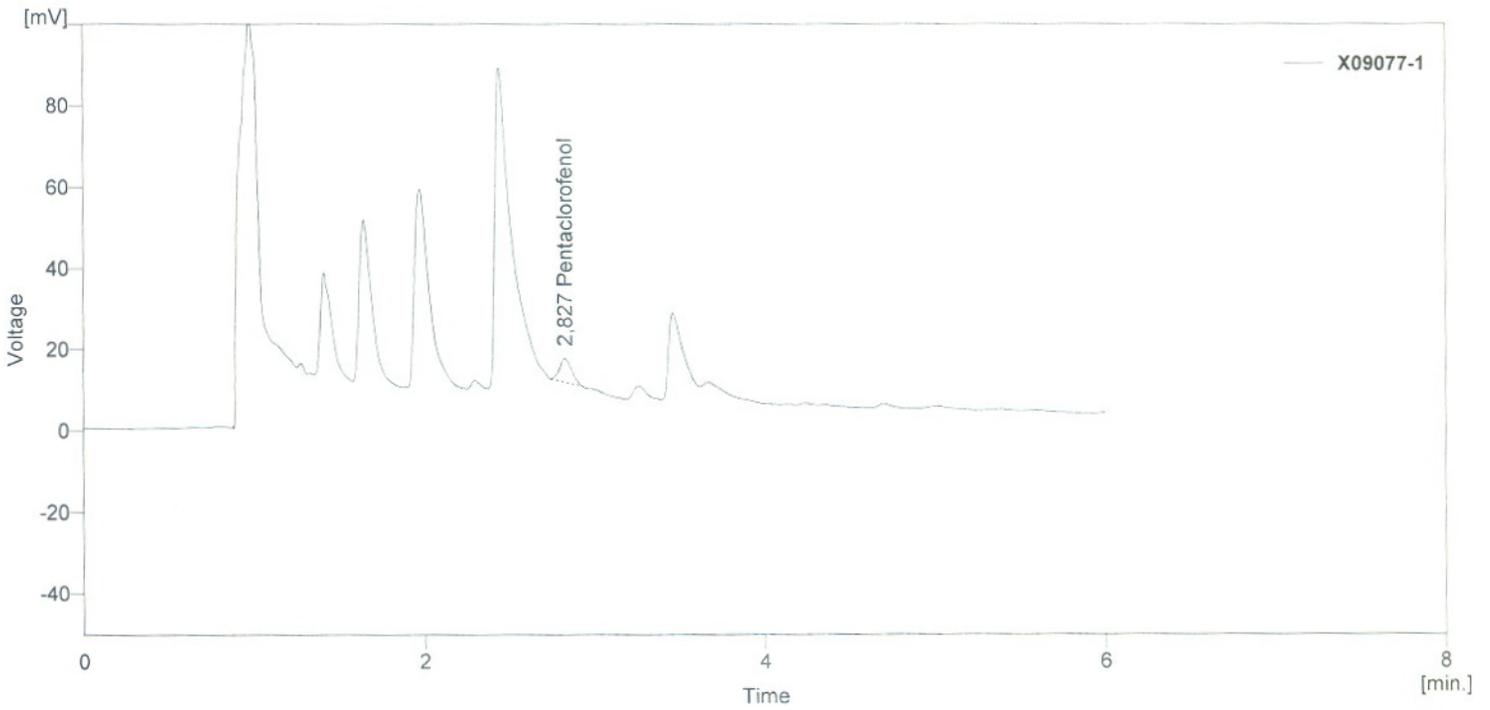
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Data\X09077-1.PRM File Created : 01-10-2013 15:08:09
 Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 14:08:09
 Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09077-1 Amount [ug/L] : 0
 Sample : 147.445 ISTD Amount : 0
 Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
 Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
 Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 15:09



Result Table (ESTD - X09077-1)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
1	2.827	29,737	100,0	3,716	Pentaclorofenol
	Total	29,737	100,0	3,716	



MR LAB

Laboratorio Cromatografía

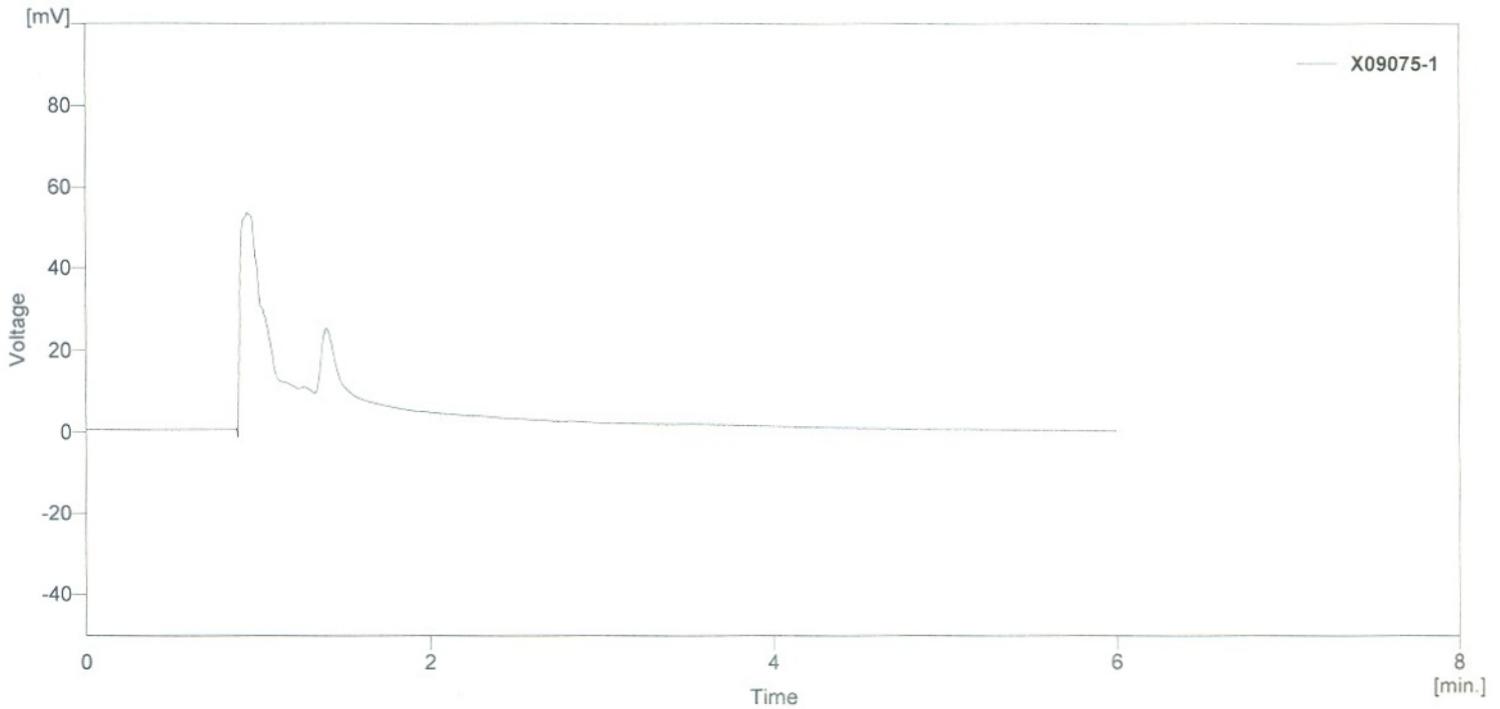
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Data\X09075-1.PRM File Created : 01-10-2013 13:51:47
Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 12:51:46
Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09075-1 Amount [ug/L] : 0
Sample : 147.092 ISTD Amount : 0
Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 14:01



!!! Result Table (Uncal - X09075-1) No identified peak(s) !!!

Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
No peak to report				



MR LAB

Laboratorio Cromatografía

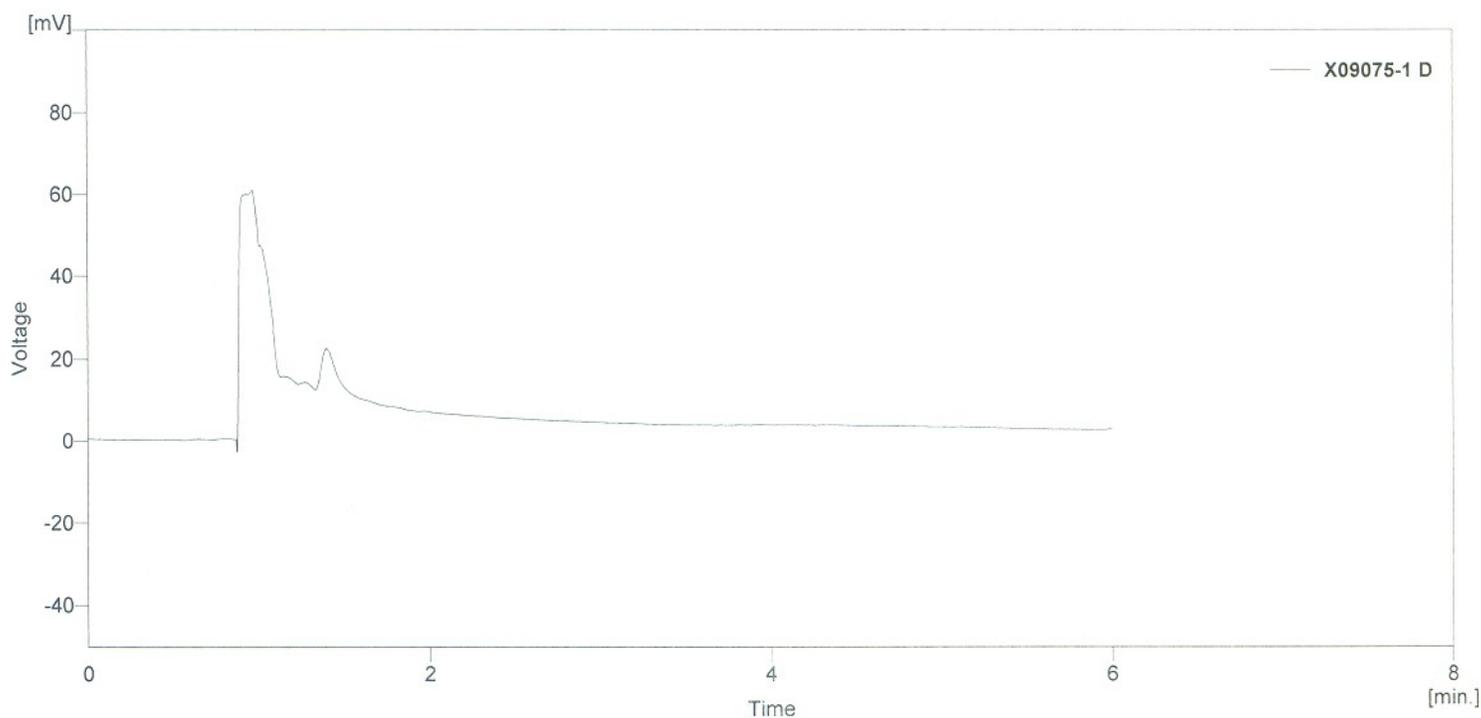
Chromatogram Info:

File Name	: C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Data\X09075-1 D.PRM	File Created	: 01-10-2013 14:03:41
Origin	: Acquired	Acquired Date	: 01-10-2013 13:03:40
Project	: c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ	By	: Administrator

Sample Info:

Sample ID	: X09075-1 D	Amount [ug/L]	: 0
Sample	: 147.092 D	ISTD Amount	: 0
Inj. Volume [ml]	: 0	Dilution	: 1

Method	: PCP 2013	By	: Administrator
Description	: Determinación de Pentaclorofenol en aguas	Modified	: 01-10-2013 14:16
Created	: 03-01-2013 15:06		



!!! Result Table (Uncal - X09075-1 D) No identified peak(s) !!!

Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
No peak to report				



MR LAB
Laboratorio Cromatografía

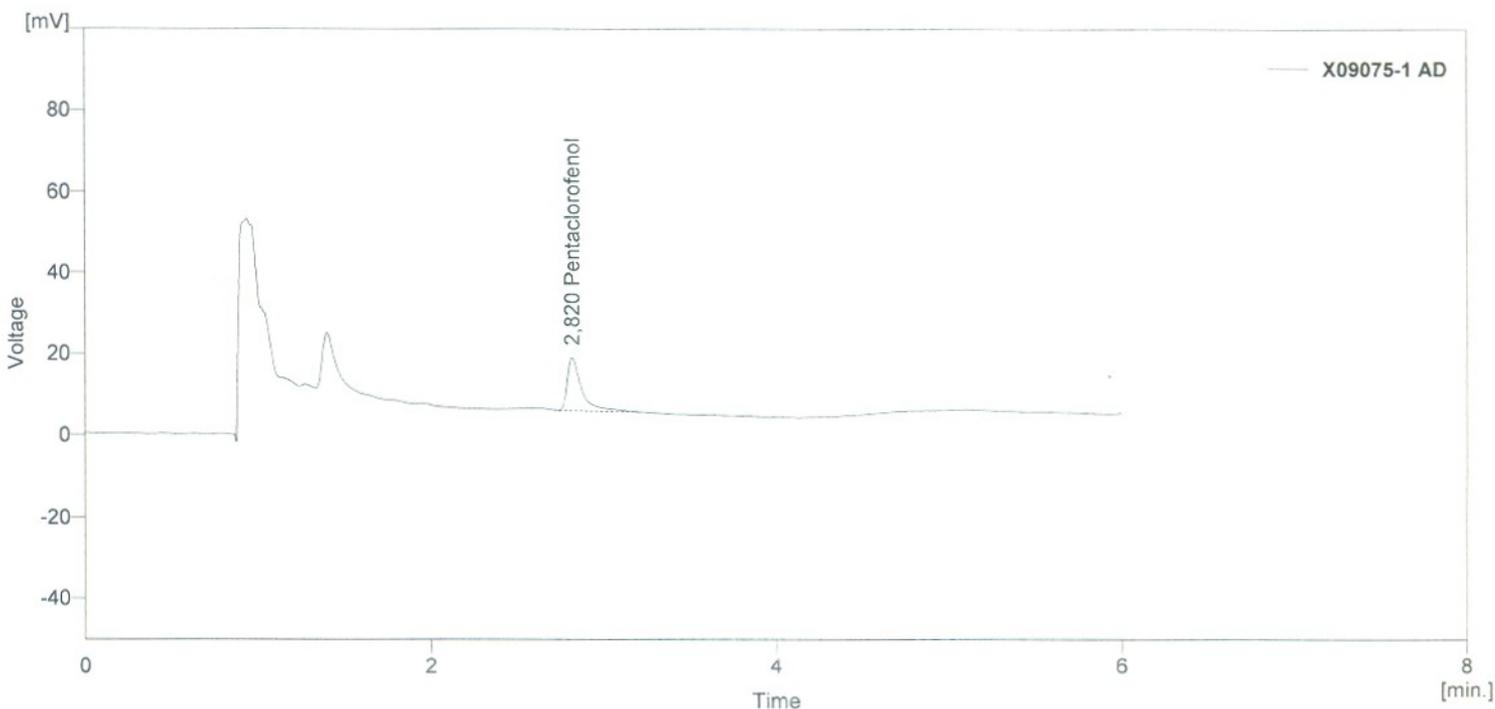
Chromatogram Info:

File Name : C:\Clarity\Pentaclorofenol 2013\Data\X09075-1 AD.PRM File Created : 01-10-2013 14:13:47
 Origin : Acquired Acquired Date : 01-10-2013 13:13:47
 Project : c:\Clarity\Projects\Pentaclorofenol 2013.PRJ By : Administrator

Sample Info:

Sample ID : X09075-1 AD Amount [ug/L] : 0
 Sample : 147.092 AD ISTD Amount : 0
 Inj. Volume [ml] : 0 Dilution : 1

Method : PCP 2013 By : Administrator
 Description : Determinación de Pentaclorofenol en aguas
 Created : 03-01-2013 15:06 Modified : 01-10-2013 15:08



Result Table (ESTD - X09075-1 AD)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [%]	Amount [ug/L]	Compound Name
1	2,820	76,292	100,0	9,718	Pentaclorofenol
	Total	76,292	100,0	9,718	



Clarity - Chromatography SW

DataApex 2005
www.dataapex.com

Calibration : 01-10-13 By : sd
Description :
Created : 06-10-2000 14:41:57 Modified : 13-12-2016 8:56:26

Calculation : ESTD Mode : Calibrate
Calibrate : Automatic Recalibration Type : Average
Change Response : Enable Weight : 0.25
Update Reten. Time : Enable Search Criteria : 0.00%
Default Injected Volume : Not Used

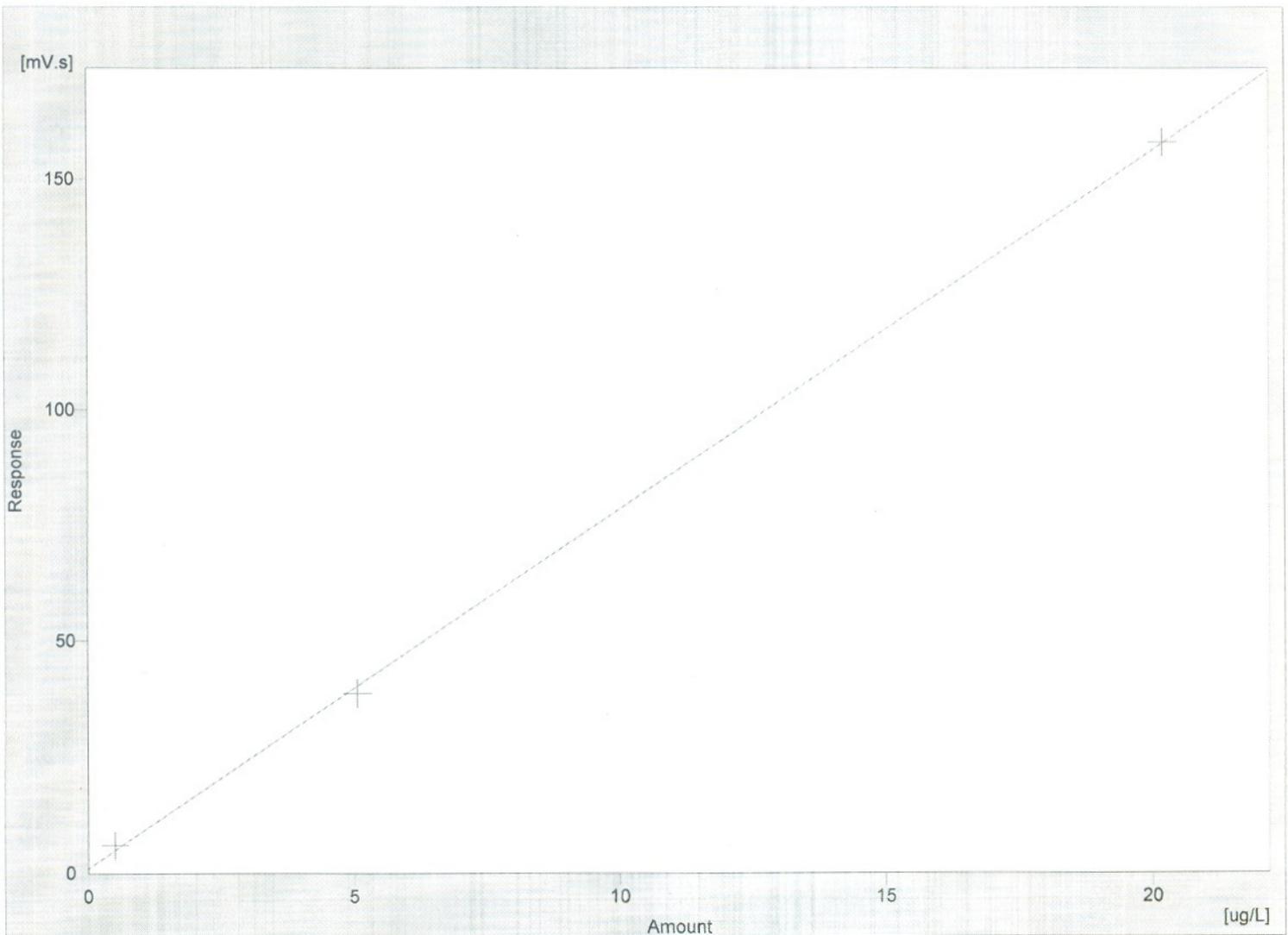
Calibration Summary Table (ESTD - 01-10-13 - Signal 1)

Used	Compound Name	Reten. Time	Left Window	Right Window	Peak Type	LOD	LOQ	R B	Resp. Factor
<input checked="" type="checkbox"/>	Pentachlorofenol	2.860	0.200	0.200	Ordnr	0.000	0.000	A	0.0000

Pentachlorofenol - Signal 1 - 2,86 min.

Peak Type : Ordnr
 Left Window : 0,2 min
 Right Window : 0,2 min
 Response Base : Area
 Curve Fit Type : Linear
 Zero Type : Zero not used
 Weighting Method : None
 Subst. Equation : $Y = 7,75546 \cdot X + 0,92055$
 Correlation Coef. : 0,9998524
 Residuum : 1,12215 [mV.s]

	Response	Amount	Resp. Factor	Rec No.	Used	Deviation [%]
1	157,9304	20,200	0,1279	1	<input checked="" type="checkbox"/>	-0,2227
2	0,0000	10,100	0,0000	0	<input type="checkbox"/>	-
3	38,5702	5,050	0,1309	1	<input checked="" type="checkbox"/>	4,0250
4	6,0028	0,505	0,0841	1	<input checked="" type="checkbox"/>	-22,9369
5	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
6	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
7	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
8	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
9	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
10	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
11	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
12	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
13	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
14	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
15	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
16	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
17	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
18	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
19	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-
20	0,0000	0,000	0,0000	0	<input checked="" type="checkbox"/>	-





Clarity - Chromatography SW

DataApex 2005

www.dataapex.com

Sequence : 01-10-13
 Description :
 Created : 30-09-2013 17:32:40

By : Administrator
 Modified : 13-12-2016 8:49:54

Sequence Type : Pasive

	Sts.	SV	EV	I/V	Sample ID	Sample	Sample Amount	ISTD Amount	Sample Dilut.	Inj. Vol. [µl]	File Name
1	Not Measured	1	1	1	X09058S1	St. PCP 1	0,000	0,000	1,000	0,000	X09058S1
2	Not Measured	1	1	1	X09058S2	St. PCP 2	0,000	0,000	1,000	0,000	X09058S2
3	Not Measured	1	1	1	X09058S3	St. PCP 3	0,000	0,000	1,000	0,000	X09058S3
4	Not Measured	1	1	1	X09058S4	St. PCP 4	0,000	0,000	1,000	0,000	X09058S4
5	Not Measured	1	1	1	X09058B1	BLANCO	0,000	0,000	1,000	0,000	X09058B1
6	Not Measured	2	2	1	X09058-1	146.306	0,000	0,000	1,000	0,000	X09058-1
7	Not Measured	3	3	1	X09060-1	1001	0,000	0,000	1,000	0,000	X09060-1
8	Not Measured	4	4	1	X09068-1	2958	0,000	0,000	1,000	0,000	X09068-1
9	Not Measured	5	5	1	X09068-2	1974	0,000	0,000	1,000	0,000	X09068-2
10	Not Measured	7	7	1	X09075-1	147.092	0,000	0,000	1,000	0,000	X09075-1
11	Not Measured	8	8	1	X09075-1 D	147.092 D	0,000	0,000	1,000	0,000	X09075-1 D
12	Not Measured	9	9	1	X09075-1 AD	147.092 AD	0,000	0,000	1,000	0,000	X09075-1 AD
13	Not Measured	10	10	1	X09077-1	147.445	0,000	0,000	1,000	0,000	X09077-1
14	Not Measured	11	11	1	X10001-1	148.024	0,000	0,000	1,000	0,000	X10001-1
15	Not Measured	12	12	1	X10001-2	148.025	0,000	0,000	1,000	0,000	X10001-2

00/05/2012

OBSOLETO

INSTRUCTIVO PARA MUESTREO QUÍMICO DE AGUAS RESIDUALES

1.- Objetivos

Establecer las directrices a seguir para la recolección de aguas residuales para su posterior análisis químico.

2.- Alcance y Campo de Aplicación

Es aplicable a las aguas residuales industriales crudas y tratadas.

3.- Responsabilidades

3.1 Jefe de muestreo:

3.1.1 Verificar el cumplimiento de este instructivo.

3.2 Muestreadores:

3.2.1 Realizar el muestreo de acuerdo a las especificaciones requeridas en la solicitud del cliente

3.2.2 Mantener las condiciones Físico-Químicas de la muestra, hasta su ingreso al laboratorio.

3.2.3 Completar el registro de muestreo y firmarlo (anexo 9.8).

4.- Definiciones

4.1 **Afluente:** Entrada de agua a un proceso industrial o de aguas residuales a una planta de tratamiento.

4.2 **Aguas residuales:** Aguas que se descargan después de haber sido usadas en un proceso, o producidas por este, y que no tienen ningún valor inmediato para este proceso.

4.3 **Efluente:** Salida de agua o de aguas residuales desde el lugar que las contiene tal como una planta de tratamiento o un proceso industrial.

4.4 **Muestras compuestas:** dos o más muestras mezcladas en proporciones conocidas adecuadas, de donde pueda obtenerse el valor medio de la característica deseada. Las proporciones usualmente se basan en mediciones de tiempo y/o de flujo.

4.5 **Muestra puntual; muestras instantánea:** Muestra discreta tomada de una masa de agua de forma aleatoria.

4.6 **Punto de muestreo:** posición física dentro de un área de muestreo desde la que fue tomada la muestra.

4.7 **Red de alcantarillado:** Sistemas de alcantarillados que recolectan y conducen las aguas servidas y/o otros tipos de aguas, hacia una planta de tratamiento o hacia cuerpo receptor.

Revisado por: Jefe de Muestreo
Fecha: 2012/05/08
Firma:

Aprobado por: Jefe de Sede Concepcion
Fecha: 2012/05/08
Firma:

Fecha Vigencia: 2012/05/08

01/05/2012

- 4.8 **Residuo Industrial Líquido (RIL):** Efluente residual evacuado de las instalaciones de un establecimiento industrial, con destino directo a los sistemas de recolección de aguas servidas o a cuerpos receptores.
- 4.9 **Fuente Emisora:** Establecimiento que descarga sus residuos líquidos por medio de obras de infiltración tales como zanjas, drenes, lagunas, pozos de infiltración, u otra obra destinada a infiltrar dichos residuos a través de la zona no saturada del acuífero, como resultado de su proceso, actividad o servicio.

5.- Aparatos y Equipos

- 5.1 Caja Isotérmica.
- 5.2 Botellas plásticas y de vidrio de 1 l, proporcionadas por el laboratorio químico.
- 5.3 Balde plástico con mango y cordel.
- 5.4 Embudo.
- 5.5 Bidón de 5 l, 10 l, 15 l o 20 l. **Codificados**
- 5.6 Probeta graduada, **100mL, 500mL y 1000 mL.**
- 5.7 Jarro graduado.
- 5.8 Guantes de proceso.
- 5.9 Mascarillas desechables.
- 5.10 Gorro o toca.
- 5.11 Buzo
- 5.12 Delantal.
- 5.13 Muestreador Automático de aguas residuales
- 5.14 Sonda multiparametro: temperatura y pH
- 5.15 Modulo de medición de caudal: Area-velocidad y/o Ultrasonico
- 5.16 Huincha de Medir
- 5.17 Cinta Adhesiva aisladora
- 5.18 Cadenas y candado
- 5.19 Camara fotográfica
- 5.20 Equipo GPS
- 5.21 Celular de trabajo
- 5.22 Registros de muestreo
- 5.23 Computador portátil
- 5.24 **Tester medidor de carga de baterias**

6.- Reactivos

- 6.1 Soluciones para preservar la muestra (Anexo 9.7)
- 6.2 Soluciones Buffer de 4.0, 7.0 y 10.0 unidades de pH

7.- Procedimiento o Descripción de la Actividad

7.1 Preparación y verificación de equipos de muestreo:

01/05/2012

7.1.1 Muestreo manual:

7.1.1.1 Para realizar un muestreo manual se debe disponer del recipiente de recolección en forma limpia y seca, antes de tomar la muestra se debe ambientar este con la misma muestra a recolectar.

7.1.1.2 Previamente a la recolección verificar el peachimetro y termómetro como se indica en INSEMu-05.

7.1.2 Muestreo Automático:

Previamente a la instalación del muestreador automatico de aguas residuales se debe verificar los siguientes equipos:

7.1.2.1 **Verificacion de Baterias:** Verificar carga de baterías de muestreador automatico con tester medidor de amperes, según se indica en INSEMu-09, Registrar en REMu-11.

7.1.2.2 **Determinacion de longitud de línea de succion:** dependiendo de las condiciones físicas del punto de muestreo, la longitud de la línea de succion debe ser lo mas corta posible, para ello dejar el equipo muestreador lo mas cerca del punto de recolección, ya que mientras mas corta sea esta, menos recorrido hace la muestra, por consiguiente hay menos adherencia de solidos y grasas, lo que hace que la muestra sea representativa.

7.1.2.3 **Verificación de Volumen:** Verificar el volumen a recolectar en cada muestra puntual, dosificando el volumen deseado en el equipo muestreador automatico, recolectar este volumen en una probeta graduada y anotar en registro de muestreo.

7.1.2.4 **Verificacion de pH y T:** Proceder a verificar el funcionamiento de las sondas multiparametro de acuerdo a la instrucción de trabajo INSEMu-02 e INSEMu-03.

7.1.2.5 Rellenar la cavidad del muestrador automatico con hielo escamas para su refrigeración.

7.2 Localización del punto de muestreo

7.2.1 Presentarse con el cliente quien solicita el muestreo e indicar el trabajo a realizar.

7.2.2 Verificar las condiciones de homogeneidad y detectar los posibles contaminantes que se pueden producir por acumulación de sedimentos en las paredes del lugar, ducto o cámara por donde fluya el ril.

7.2.3 Si existe una aparente contaminación, el muestreador debe recomendar la limpieza del sitio escogido.

7.2.4 Verificar que en el punto a muestrear no existan otras descargas no consideradas que puedan inducir a alteración de la muestra a recolectar (como por ejemplo aguas servidas).

01/05/2012 P

7.2.5 Cuando se elijan los lugares de muestreo para las plantas de tratamiento de aguas residuales, es importante tener en cuenta el objetivo del muestreo, el cual puede ser por ejemplo:

7.2.5.1 Controlar la eficiencia de la planta de tratamiento:

Las muestras se deben extraer en la entrada principal y en el punto de salidas principales.

7.2.4.2 En el caso de realizar controles de fiscalización (controles directos) o muestreos de autocontrol, en el punto de muestreo debe ser siempre en la descarga final del cuerpo receptor.

7.3 Métodos de muestreo

7.3.1.1 Muestreo puntual

7.3.1.2 Muestreo compuesto

7.3.1.1 Muestra puntual:

- 7.3.1.1.1 Definir el punto de muestreo y volumen a recolectar dependiendo de los análisis a realizar.
- 7.3.1.1.2 Tomar la temperatura y pH de la muestra en un envase distinto al de la muestra como indica en 7.1.1.1 estos valores en el registro de muestreo puntual. (anexo)
- 7.3.1.1.3 Extraer el volumen total de muestra de una sola vez, en un lapso no superior a 15 minutos.
- 7.3.1.1.4 Para recolección utilizar un balde, jarro o directamente botellas para tomar la muestra, en contracorriente del flujo y con la precaución de no recolectar sólidos gruesos (>a 1 cm).
- 7.3.1.1.5 Cuando se requiera determinar un solo parámetro recolectar una muestra directamente en el envase, preservar según corresponda (anexo 9.5)
- 7.3.1.1.6 Cuando en la muestra se requiera determinar más de un parámetro, recolectar la muestra en un bidón, realizar una agitación vigorosa de la muestra (homogenización) entre cada trasvasije a los envases individuales, preservar según corresponda (anexo 9.5)
- 7.3.1.1.7 Rotular en envase con N° folio registro de muestreo, fecha y hora de muestreo, naturaleza de efluente y parámetro a analizar.
- 7.3.1.1.8 Guardar en caja isotérmica con hielo escamas, mantener una temperatura no superior a los 12°C durante en transporte de la muestra.
- 7.3.1.1.9 Completar el registro de muestreo puntual con los datos obtenidos en terreno (anexo 9.7).

7.3.1.2 Muestras compuesto:

Existen dos tipos de muestreo compuesto

Fecha Vigencia: 2012/05/08

08/05/2012 P.

7.3.1.2.1 Muestreo en proporción al tiempo:

- 7.3.1.2.1.1 Preparar equipo de muestreo, ya sea manual o automático, según se indica en 7.1.1 y 7.1.2 respectivamente
- 7.3.1.2.1.2 Calcular el volumen de cada muestra puntual a considerar para el volumen total de la muestra compuesta, para ello calcular de la siguiente forma:

$$\text{Volumen de cada muestra puntual (ml)} = \frac{\text{volumen total requerido por muestra compuesta (ml)}}{\text{N° de muestras puntuales}}$$

- 7.3.1.2.1.3 Recolectar muestras puntuales de igual volumen, extraídos a intervalos de tiempo constante durante el periodo de muestreo (8, 12 o 24 hrs.), programando en el equipo muestreador automático según se indica en INSEMu-03
- 7.3.1.2.1.4 Medir pH, temperatura y tiempo in situ a cada muestra puntual, mediciones en línea de acuerdo a INSEMU-03
- 7.3.1.2.1.5 Una vez finalizado el muestreo se disponen 3 horas para preparar la muestra compuesta.
- 7.3.1.2.1.6 Rescatar los datos de mediciones in situ (pH.T) mediante la conexión del notebook y el equipo muestreador automático, como se indica en ISEMu-09. Anotar de registro de muestreo
- 7.3.1.2.1.7 Tapar botellas de muestreador automático con sus respectivas tapas.
- 7.3.1.2.1.8 Utilizar un bidón con un volumen suficiente para contener el volumen total de muestra compuesta a preparar
- 7.3.1.2.1.9 Homogenizar con agitación rotatoria cada botella antes de trasvasiar las muestras puntuales al bidón que contendrá la muestra compuesta.
- 7.3.1.2.1.10 Trasvasiar al bidón
- 7.3.1.2.1.11 Medir pH y temperatura de la muestra compuesta.
- 7.3.1.2.1.12 Trasvasiar a cada envase según analito a determinar, con agitación del bidón que contiene la muestra compuesta, entre cada trasvasije, preservar según corresponda (anexo 9.5)
Rotular cada envase con N° Folio registro de muestreo, fecha y hora de muestreo, naturaleza del efluente y parámetro a realizar.
- 7.3.1.2.1.11 Guardar en caja isotérmica con hielo escamas, mantener una temperatura no superior a los 12°C durante el transporte de a muestra.
- 7.3.2.12. Guardar en caja isotérmica con refrigerantes o gelpacks.
- 7.3.1.2.1.12 Completar el Registro de Muestreo con los datos obtenidos del muestreo (Punto de muestreo, temperatura, tipo de agua, hora de muestreo, análisis). (Anexo 9.8)

Fecha Vigencia: 2012/05/08

0010/2012 Y

7.3.1.2.2 Muestras dependiendo del Flujo (caudal): Consiste en muestras puntuales extraídas y mezcladas de manera tal que el volumen de la muestra sea proporcional al caudal.

7.3.1.2.2.12 Extraer muestras puntuales al tiempo definido.

7.3.1.2.2.13 Considerar un volumen de 1L a 2L en un envase sin preservar por cada muestra puntual.

7.3.1.2.2.14 Medir pH, temperatura, caudal y tiempo in situ a cada muestra puntual.

7.3.1.2.2.15 Refrigerar cada muestra puntual recolectada.

7.3.1.2.2.16 Una vez recolectadas las muestras puntuales, el muestreador debe preparar la muestra compuesta de la siguiente manera:

7.3.1.2.2.16.1 Calcular el volumen de cada muestra puntual a considerar para el volumen total de la muestra compuesta, de la siguiente forma:

$$\text{Volumen de cada muestra puntual (ml)} = \frac{\text{Caudal puntual}}{\text{sumatoria caudal}} \times \text{volumen total requerido por muestra compuesta (ml)}$$

7.3.1.2.2.16.2 Obtenido el volumen de cada muestra puntual el muestreador debe proceder a utilizar un bidón limpio de un volumen suficiente para contener el volumen total de la muestra compuesta a preparar.

7.3.1.2.2.16.3 Antes de cada medición realizar una agitación vigorosa (homogenización) a la muestra puntual.

7.3.1.2.2.16.4 Utilizando una probeta o jarro graduado el muestreador debe medir el volumen de cada muestra puntual.

7.3.1.2.2.16.5 Trasvasijar al bidón que contendrá la muestra compuesta.

7.3.1.2.2.16.6 Medir pH y temperatura de la muestra compuesta.

7.3.1.2.2.16.7 Registrar los datos obtenidos (Temperatura y pH) en el Registro de muestreo.

7.3.1.2.2.16.8 De analizar varios parámetros, se debe traspasar o trasvasijar la muestra del bidón, a los distintos tipos de envases que cuentan con los preservantes necesarios. (anexo 9.7)

7.3.1.2.2.16.9 Rotular la botella con el tipo de agua, punto de muestreo, temperatura, fecha y hora del muestreo.

7.3.1.2.2.16.10 Guardar en caja isotérmica con refrigerantes o gelpacks.

7.3.1.2.2.16.11 Completar el Registro de Muestreo con los datos obtenidos del muestreo (Punto de

00/05/20

muestreo, caudal, temperatura, tipo de agua,
hora de muestreo, análisis). (Anexo 9.8)

7.4 Transporte de la muestra

- 7.4.1 Este debe ser lo más rápido posible y debe extremar medidas tales como:
 - 7.4.1.2 Proteger los envases de cualquier contaminación potencial externa.
 - 7.4.1.3 Sellar el envase de tal manera que no se pierda su contenido durante el transporte.
 - 7.4.1.4 Mantener las muestras refrigeradas y protegidas de la luz y calor.

8.- Interferencias

- 8.1 La muestra puede contener o considerar aguas servidas domesticas proveniente de la empresa, si es necesario el punto de muestreo debe ser elegido de manera que se excluyan tales desechos.
- 8.2 Las paredes con incrustaciones, barro o película bacteriana, en el punto de muestreo, deben ser limpiadas antes de efectuar el muestreo.

9.- Anexos

- 9.1 **Referencia:** Norma Chilena Oficial NCh 411/10.Of2005, Calidad del Agua – Muestreo – Parte10: Guía para el Muestreo de Aguas Residuales.
- 9.2 **Referencia:** D.S. SEGPRES N°90/00 “Norma de Emisión para la Regulación de Contaminantes Asociados a la Descarga de Residuos Líquidos a Aguas Marina y Continentales Superficiales”.
- 9.3 **Referencia:** D.S. MOP N°609/98 “Norma de Emisión para la Regulación de Contaminantes Asociados a la Descarga de Residuos Líquidos a Sistemas de Alcantarillados”.
- 9.4 **Referencia:** D.S. N°46/2002 “Establece Normas de Emisión de Residuos Líquidos a Aguas Subterráneas”.
- 9.5 Tabla “Preservación de Muestras”
- 9.6 Registro Planilla Muestreo Compuesto de Riles
- 9.7 9.7 Registro Planilla Muestreo Puntual de Riles
- 9.7 Registro Planilla Muestreo Puntual de Riles
- 9.8 Registro Planilla Retiro Puntual de Riles
- 9.9 Registro Verificación Cargas de Baterías

00 10/1/2008

Anexo 9.5 Tabla Preservacion de las Muestras

NCh411/10

Anexo A
(Normativo)

Tabla A.1 - Requisitos de envases y preservantes

Análisis	Tipo de envase	Volumen mínimo de muestra ¹⁾	Tipo de preservante (pa)
Bacteriológicos			
Coliformes fecales	P o V estéril	120 ml	0,1 ml de tiosulfato de sodio al 10% ²⁾ , por cada 120 ml de muestra para aguas residuales que han pasado un proceso de desinfección con cloro, o bien, 0,3 ml de solución EDTA al 15%, por cada 120 ml de muestra en el caso de aguas residuales altas en metales pesados.
Físico-químicos			
Aceites y grasas	V boca ancha (B)	1 L ³⁾	HCl o H ₂ SO ₄ , pH < 2
Aluminio	P o V	½ L	HNO ₃ , pH < 2
Arsénico	P o V	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Boro	P	100 ml	HNO ₃ , pH < 2
Cadmio	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Cianuro	P o V	1 L	NaOH, pH > 12
Cinc	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Cobre	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Cromo hexavalente	P o VB (A)	1 L	No requiere
Cromo total	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
DBO 5	P o V	1 L	No requiere
DOO	P o V	100 ml	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Fósforo	P o V (C)	1 L	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Hidrocarburos totales	Ver Fijos y Volátiles		
Hidrocarburos fijos	V boca ancha (B)	1 L ³⁾	HCl pH < 2
Hidrocarburos volátiles	V con tapa TFE (B)	300 ml	Según método análisis
Manganeso	P o V (A)	½ L	HNO ₃ , pH < 2
Mercurio	P o V (A)	300 ml	H ₂ SO ₄ exento de Hg, pH < 2
Níquel	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Nitrógeno amoniacal	P o V	1 L	H ₂ SO ₄ , pH < 2
pH y temperatura	P o V	50 ml	En terreno
Plomo	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Poder espumógeno	P o V	2 L	Botella hermética
Sól. sedimentables	P o V	1 L	En terreno de preferencia
Sól. suspendidos	P o V	200 ml	No requiere
Sulfatos	P o V	200 ml	No requiere
Sulfuros	P o V	½ L	NaOH, pH > 9, ZnAc 2 N, lleno sin aire

(continúa)

Fecha Vigencia: 2012/05/08

00/05/2012

Anexo 9.6 Registro Planilla Muestreo Compuesto de Riles



RMMu 01

REGISTRO DE MUESTREO COMPUESTO DE AGUAS RESIDUALES
ITMuM-05 / ITMuQ-05

1. DATOS DE MUESTREO:

EMPRESA:					
DIRECCIÓN:					
LUGAR DE MUESTREO:					
DIRECCIÓN Y COMUNA DE LUGAR DE MUESTREO:					
SOLICITADO POR:					
FECHA DE INICIO MUESTREO:				Hora de Inicio:	
FECHA DE TERMINO MUESTREO:				Hora de Término:	
DURACION DEL MUESTREO:					
NORMA UTILIZADA:					
NORMA A CUMPLIR:					
TIPO DE MUESTREO: Marque con una X	Compuesto Manual	Compuesto Automático	Puntual Manual	Puntual Automático	
EQUIPOS UTILIZADOS: (Códigos internos)					
NATURALEZA DEL EFLUENTE:					
ASPECTO:					
TIPO DE DESCARGA:					
TIPO Y DIMENSIONES DEL CONDUCTO:					
RESOLUCION PARA MONITOREO (RPM):					

2. VERIFICACION DE EQUIPOS EN TERRENO:

EQUIPO	Código Interno	Hora	PARAMETRO	Valor standar	Valor medido	Código trazabilidad del standar
			Temperatura (+/- 0.5°C)			
			pH (4-7-10) (+/- 0.5 u. de pH)			
			Volumen			

3. IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA:

CONFORMACION DE LA MUESTRA COMPUESTA

N° Puntual	Hora	pH	T° C°	Caudal L/s	Alicuota (Litros)
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					

N° Puntual	Hora	pH	T° C°	Caudal L/s	Alicuota (Litros)
13					
14					
15					
16					
17					
18					
19					
20					
21					
22					
23					
24					

VOLUMEN TOTAL DE LA MUESTRA VDD, m³/día

Temperatura de primera muestra puntual, al inicio del muestreo: _____

Temperatura de primera muestra puntual al término del muestreo: _____

FECHA Y HORARIO DE PREPARACION DE MUESTRA COMPUESTA: _____

4. OBSERVACIONES:

00/05/2012

Anexo 9.7 Registro Planilla Muestreo Puntual de Riles



RMMu 02

REGISTRO DE MUESTRAS PUNTALES DE AGUAS RESIDUALES
ITMuM-05 / ITMuQ-05

EMPRESA _____
 DIRECCIÓN _____
 LUGAR DE MUESTREO _____
 SOLICITADO POR _____
 FECHA INICIO MUESTREO _____ HORA INICIO : _____
 FECHA TÉRMINO MUESTREO _____ HORA TERM: _____
 MUESTREADO POR _____
 NORMA UTILIZADA _____
 EQUIPOS UTILIZADOS _____

IDENTIFICACION DE MUESTRAS PUNTALES

	FECHA	HORA	IDENTIFICACION
P1			
P2			
P3			
P4			
P5			
P6			
P7			
P8			
P9			
P10			

ANÁLISIS DE MUESTRAS PUNTALES

	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10
pH										
TEMPERATURA										
CAUDAL										
CONDUCTIVIDAD										
COLIFORMES FECALES										
OXIGENO DISUELTO										
COLORO										
SULFUROS										
COMP. ORGANICOS										
SOLIDOS SEDIMENTABLES										
OTROS										

Schlegel Impresos F: (51) 241 39 45 - R.U.T.: 19.247.206-8 Av. Colon 620 - Valparaiso

IDENTIFICACIÓN DE ENVASES UTILIZADOS PARA ANÁLISIS MICROBIOLÓGICOS _____
 IDENTIFICACION DE ENVASES UTILIZADOS PARA ANÁLISIS FÍSICO QUÍMICO _____
 FECHA Y HORA DE LLEGADA AL LABORATORIO _____
 OBSERVACIONES: N/A = NO APLICABLE _____

08/05/2012

Anexo 9.8 Registro Planilla Retiro Puntual de Riles



RMMu 03

REGISTRO RETIRO DE MUESTRAS DE AGUAS RESIDUALES
ITMuM-05 / ITMuQ-05

EMPRESA _____
 DIRECCIÓN _____
 LUGAR DE RETIRO _____
 SOLICITADO POR _____
 MUESTREADO POR _____
 NATURALEZA DEL RIL _____ N° DE MUESTRAS _____
 EQUIPOS UTILIZADOS (CODIGO INTERNO): _____

N°	IDENTIFICACION DE MUESTRA	FECHA / HORA INICIO MUESTREO	FECHA / HORA TERMINO MUESTREO	PRESERVACION (Si / No)

ANÁLISIS SOLICITADOS:

ANALISIS	CODIGO ENVASE	Preservación	ANALISIS	CODIGO ENVASE	Preservación
Aceites y grasas		HCl pH<2	Sulfuros		NaOH y Acetato de Zinc
Nitrógeno amoniacal		H ₂ SO ₄ pH<2	Temperatura	N/A	N/A
Nitrógeno total kjeldahl		H ₂ SO ₄ pH<2	Fósforo total		H ₂ SO ₄ pH<2
PH	N/A	N/A	DBOS		Refrigeración (< 12 °C)
Poder espumígeno		Refrigeración (< 12 °C)	Indice de fenol		H ₂ SO ₄ pH<2
SAAM		Refrigeración (< 12 °C)	DOO		H ₂ SO ₄ pH<2
Sólidos sedimentables		Refrigeración (< 12 °C)	Sulfato		Refrigeración (< 12 °C)
Sólidos suspendidos total		Refrigeración (< 12 °C)	Otros		
Cloruros		Refrigeración (< 12 °C)			

FECHA Y HORARIO DE LLEGADA EN LABORATORIO: _____

OBSEVACIONES: N/A = No Aplicable



16/09/2014

INSTRUCTIVO PARA MUESTREO QUÍMICO DE AGUAS RESIDUALES

1.- Objetivos

Establecer las directrices a seguir para la recolección de aguas residuales para su posterior análisis químico.

2.- Alcance y Campo de Aplicación

Es aplicable a las aguas residuales industriales crudas y tratadas.

3.- Responsabilidades

3.1 Jefe de muestreo:

3.1.1 Verificar el cumplimiento de este instructivo.

3.2 Muestreadores:

3.2.1 Realizar el muestreo de acuerdo a las especificaciones requeridas en la solicitud del cliente

3.2.2 Mantener las condiciones Físico-Químicas de la muestra, hasta su ingreso al laboratorio.

3.2.3 Completar el registro de muestreo y firmarlo (anexo 9.8).

4.- Definiciones

4.1 **Afluente:** Entrada de agua a un proceso industrial o de aguas residuales a una planta de tratamiento.

4.2 **Aguas residuales:** Aguas que se descargan después de haber sido usadas en un proceso, o producidas por este, y que no tienen ningún valor inmediato para este proceso.

4.3 **Efluente:** Salida de agua o de aguas residuales desde el lugar que las contiene tal como una planta de tratamiento o un proceso industrial.

4.4 **Muestras compuestas:** dos o más muestras mezcladas en proporciones conocidas adecuadas, de donde pueda obtenerse el valor medio de la característica deseada. Las proporciones usualmente se basan en mediciones de tiempo y/o de flujo.

4.5 **Muestra puntual; muestras instantánea:** Muestra discreta tomada de una masa de agua de forma aleatoria.

4.6 **Punto de muestreo:** posición física dentro de un área de muestreo desde la que fue tomada la muestra.

4.7 **Red de alcantarillado:** Sistemas de alcantarillados que recolectan y conducen las aguas servidas y/o otros tipos de aguas, hacia una planta de tratamiento o hacia cuerpo receptor.

Revisado por: Jefe de Muestreo
Fecha: 15-09-2014
Firma:

Aprobado por: Jefe de Sede Concepcion
Fecha: 16-09-2014
Firma:

Fecha Vigencia: 16-09-2014

00
10/09/2014

- 4.8 Residuo Industrial Líquido (RIL):** Efluente residual evacuado de las instalaciones de un establecimiento industrial, con destino directo a los sistemas de recolección de aguas servidas o a cuerpos receptores.
- 4.9 Fuente Emisora:** Establecimiento que descarga sus residuos líquidos por medio de obras de infiltración tales como zanjas, drenes, lagunas, pozos de infiltración, u otra obra destinada a infiltrar dichos residuos a través de la zona no saturada del acuífero, como resultado de su proceso, actividad o servicio.

5.- Aparatos y Equipos

- 5.1 Caja Isotérmica.
- 5.2 Botellas plásticas y de vidrio de 1 l, proporcionadas por el laboratorio químico.
- 5.3 Balde plástico con mango y cordel.
- 5.4 Embudo.
- 5.5 Bidón de 5 l, 10 l, 15 l o 20 l. Codificados
- 5.6 Probeta graduada, 100mL, 500mL y 1000 mL.
- 5.7 Jarro graduado.
- 5.8 Guantes de proceso.
- 5.9 Mascarillas desechables.
- 5.10 Gorro o toca.
- 5.11 Buzo
- 5.12 Delantal.
- 5.13 Muestreador Automático de aguas residuales
- 5.14 Sonda multiparametro: temperatura y pH
- 5.15 Modulo de medición de caudal: Area-velocidad y/o Ultrasonico
- 5.16 Huincha de Medir
- 5.17 Cinta Adhesiva aisladora
- 5.18 Cadenas y candado
- 5.19 Camara fotográfica
- 5.20 Equipo GPS
- 5.21 Celular de trabajo
- 5.22 Registros de muestreo
- 5.23 Computador portátil
- 5.24 Tester medidor de carga de baterias

6.- Reactivos

- 6.1 Soluciones para preservar la muestra (Anexo 9.7)
- 6.2 Soluciones Buffer de 4.0, 7.0 y 10.0 unidades de pH

7.- Procedimiento o Descripción de la Actividad

7.1 Preparación y verificación de equipos de muestreo:

16/09/2014

7.1.1 Muestreo manual:

7.1.1.1 Para realizar un muestreo manual se debe disponer del recipiente de recolección en forma limpia y seca, antes de tomar la muestra se debe ambientar este con la misma muestra a recolectar.

7.1.1.2 Previamente a la recolección verificar el peachimetro y termómetro como se indica en INSEMu-05.

7.1.2 Muestreo Automático:

Previamente a la instalación del muestreador automatico de aguas residuales se debe verificar los siguientes equipos:

7.1.2.1 **Verificación de Baterías:** Verificar carga de baterías de muestreador automatico con tester medidor de amperes, según se indica en INSEMu-09, Registrar en **RITMuQ 05-1**

7.1.2.2 **Determinación de longitud de línea de succión:** dependiendo de las condiciones físicas del punto de muestreo, la longitud de la línea de succión debe ser lo mas corta posible, para ello dejar el equipo muestreador lo mas cerca del punto de recolección, ya que mientras mas corta sea esta, menos recorrido hace la muestra, por consiguiente hay menos adherencia de solidos y grasas, lo que hace que la muestra sea representativa.

7.1.2.3 **Verificación de Volumen:** Verificar el volumen a recolectar en cada muestra puntual, dosificando el volumen deseado en el equipo muestreador automatico, recolectar este volumen en una probeta graduada y anotar en registro de muestreo. **La precisión y exactitud en los volúmenes extraídos no debe exceder en más de un 5% del volumen especificado, por ejemplo:**
Si se dosifican 1000 mL a recolectar, mi rango de aceptación debe estar entre 950 y 1050 mL.

7.1.2.4 **Verificación de pH y T°:** Proceder a verificar el funcionamiento de las sondas multiparametro de acuerdo a la instrucción de trabajo INSEMu-02 e INSEMu-03.

7.1.2.5 Rellenar la cavidad del muestreador automatico con hielo escamas para su refrigeración.

7.2 Localización del punto de muestreo

7.2.1 Presentarse con el cliente quien solicita el muestreo e indicar el trabajo a realizar.

7.2.2 Verificar las condiciones de homogeneidad y detectar los posibles contaminantes que se pueden producir por acumulación de sedimentos en las paredes del lugar, ducto o cámara por donde fluya el ril.

Fecha Vigencia: 16-09-2014

Y.
16/01/2014

- 7.2.4 Verificar que en el punto a muestrear no existan otras descargas no consideradas que puedan inducir a alteración de la muestra a recolectar (como por ejemplo aguas servidas).
- 7.2.5 Cuando se elijan los lugares de muestreo para las plantas de tratamiento de aguas residuales, es importante tener en cuenta el objetivo del muestreo, el cual puede ser por ejemplo:
- 7.2.5.1 Controlar la eficiencia de la planta de tratamiento:
Las muestras se deben extraer en la entrada principal y en el punto de salidas principales.
- 7.2.4.2 En el caso de realizar controles de fiscalización (controles directos) o muestreos de autocontrol, en el punto de muestreo debe ser siempre en la descarga final del cuerpo receptor.

7.3 Métodos de muestreo

7.3.1.1 Muestreo puntual

7.3.1.2 Muestreo compuesto

7.3.1.1 Muestra puntual:

- 7.3.1.1.1 Definir el punto de muestreo y volumen a recolectar dependiendo de los análisis a realizar.
- 7.3.1.1.2 Tomar la temperatura y pH de la muestra en un envase distinto al de la muestra como indica en 7.1.1.1 estos valores en el registro de muestreo puntual. (anexo)
- 7.3.1.1.3 Extraer el volumen total de muestra de una sola vez, en un lapso no superior a 15 minutos.
- 7.3.1.1.4 Para recolección utilizar un balde, jarro o directamente botellas para tomar la muestra, en contracorriente del flujo y con la precaución de no recolectar sólidos gruesos (>a 1 cm).
- 7.3.1.1.5 Cuando se requiera determinar un solo parámetro recolectar una muestra directamente en el envase, preservar según corresponda (anexo 9.5)
- 7.3.1.1.6 Cuando en la muestra se requiera determinar más de un parámetro, recolectar la muestra en un bidón, realizar una agitación vigorosa de la muestra (homogenización) entre cada trasvasije a los envases individuales, preservar según corresponda (anexo 9.5)
- 7.3.1.1.7 Rotular en envase con N° folio registro de muestreo, fecha y hora de muestreo, naturaleza de efluente y parámetro a analizar.
- 7.3.1.1.8 Guardar en caja isotérmica con hielo escamas, mantener una temperatura no superior a los 12°C durante en transporte de la muestra.
- 7.3.1.1.9 Completar el registro de muestreo puntual con los datos obtenidos en terreno (anexo 9.7).

0 Y.
16/09/2014

7.3.1.2 Muestras compuesto:

Existen dos tipos de muestreo compuesto

7.3.1.2.1 Muestreo en proporción al tiempo:

7.3.1.2.1.1 Preparar equipo de muestreo, ya sea manual o automático, según se indica en 7.1.1 y 7.1.2 respectivamente

7.3.1.2.1.2 Calcular el volumen de cada muestra puntual a considerar para el volumen total de la muestra compuesta, para ello calcular de la siguiente forma:

$$\text{Volumen de cada muestra puntual (ml)} = \frac{\text{volumen total requerido por muestra compuesta (ml)}}{\text{N° de muestras puntuales}}$$

7.3.1.2.1.3 Recolectar muestras puntuales de igual volumen, extraídos a intervalos de tiempo constante durante el periodo de muestreo (8, 12 o 24 hrs.), programando en el equipo muestreador automático según se indica en INSEMu-03

7.3.1.2.1.4 Medir pH, temperatura y tiempo in situ a cada muestra puntual, mediciones en línea de acuerdo a INSEMU-03

7.3.1.2.1.5 Una vez finalizado el muestreo se disponen 3 horas para preparar la muestra compuesta.

7.3.1.2.1.6 Rescatar los datos de mediciones in situ (pH.T) mediante la conexión del notebook y el equipo muestreador automático, como se indica en ISEMu-09. Anotar de registro de muestreo

7.3.1.2.1.7 Tapar botellas de muestreador automático con sus respectivas tapas.

7.3.1.2.1.8 Utilizar un bidón con un volumen suficiente para contener el volumen total de muestra compuesta a preparar

7.3.1.2.1.9 Homogenizar con agitación rotatoria cada botella antes de trasvasiar las muestras puntuales al bidón que contendrá la muestra compuesta.

7.3.1.2.1.10 Trasvasiar al bidón

7.3.1.2.1.11 Medir pH y temperatura de la muestra compuesta.

7.3.1.2.1.12 Trasvasiar a cada envase según analito a determinar, con agitación del bidón que contiene la muestra compuesta, entre cada trasvasije, preservar según corresponda (anexo 9.5)

Rotular cada envase con N° Folio registro de muestreo, fecha y hora de muestreo, naturaleza del efluente y parámetro a realizar.

7.3.1.2.1.11 Guardar en caja isotérmica con hielo escamas, mantener una temperatura no superior a los 12°C durante el transporte de la muestra.

7.3.2.12. Guardar en caja isotérmica con refrigerantes o gelpacks.

Fecha Vigencia: 16-09-2014

7.3.1.2.1.12 Completar el Registro de Muestreo con los datos obtenidos del muestreo (Punto de muestreo, temperatura, tipo de agua, hora de muestreo, análisis). (Anexo 9.8)

7.3.1.2.2 Muestras dependiendo del Flujo (caudal): Consiste en muestras puntuales extraídas y mezcladas de manera tal que el volumen de la muestra sea proporcional al caudal.

7.3.1.2.2.12 Extraer muestras puntuales al tiempo definido.

7.3.1.2.2.13 Considerar un volumen de 1L a 2L en un envase sin preservar por cada muestra puntual.

7.3.1.2.2.14 Medir pH, temperatura, caudal y tiempo in situ a cada muestra puntual.

7.3.1.2.2.15 Refrigerar cada muestra puntual recolectada.

7.3.1.2.2.16 Una vez recolectadas las muestras puntuales, el muestreador debe preparar la muestra compuesta de la siguiente manera:

7.3.1.2.2.16.1 Calcular el volumen de cada muestra puntual a considerar para el volumen total de la muestra compuesta, de la siguiente forma:

$$\text{Volumen de cada muestra puntual (ml)} = \frac{\text{Caudal puntual}}{\text{sumatoria caudal}} \times \text{volumen total requerido por muestra compuesta (ml)}$$

7.3.1.2.2.16.2 Obtenido el volumen de cada muestra puntual el muestreador debe proceder a utilizar un bidón limpio de un volumen suficiente para contener el volumen total de la muestra compuesta a preparar.

7.3.1.2.2.16.3 Antes de cada medición realizar una agitación vigorosa (homogenización) a la muestra puntual.

7.3.1.2.2.16.4 Utilizando una probeta o jarro graduado el muestreador debe medir el volumen de cada muestra puntual.

7.3.1.2.2.16.5 Trasvasijar al bidón que contendrá la muestra compuesta.

7.3.1.2.2.16.6 Medir pH y temperatura de la muestra compuesta.

7.3.1.2.2.16.7 Registrar los datos obtenidos (Temperatura y pH) en el Registro de muestreo.

7.3.1.2.2.16.8 De analizar varios parámetros, se debe traspasar o trasvasijar la muestra del bidón, a los distintos tipos de envases que cuentan con los preservantes necesarios. (anexo 9.7)

7.3.1.2.2.16.9 Rotular la botella con el tipo de agua, punto de muestreo, temperatura, fecha y hora del muestreo.

16/09/2014

7.3.1.2.2.16.10 Guardar en caja isotérmica con refrigerantes o gelpacks.

7.3.1.2.2.16.11 Completar el Registro de Muestreo con los datos obtenidos del muestreo (Punto de muestreo, caudal, temperatura, tipo de agua, hora de muestreo, análisis). (Anexo 9.8)

7.4 Transporte de la muestra

7.4.1 Este debe ser lo más rápido posible y debe extremar medidas tales como:

7.4.1.2 Proteger los envases de cualquier contaminación potencial externa.

7.4.1.3 Sellar el envase de tal manera que no se pierda su contenido durante el transporte.

7.4.1.4 Mantener las muestras refrigeradas y protegidas de la luz y calor.

8.- Interferencias

8.1 La muestra puede contener o considerar aguas servidas domesticas proveniente de la empresa, si es necesario el punto de muestreo debe ser elegido de manera que se excluyan tales desechos.

8.2 Las paredes con incrustaciones, barro o película bacteriana, en el punto de muestreo, deben ser limpiadas antes de efectuar el muestreo.

9.- Anexos

9.1 **Referencia:** Norma Chilena Oficial NCh 411/10.Of2005, Calidad del Agua – Muestreo – Parte10: Guía para el Muestreo de Aguas Residuales.

9.2 **Referencia:** D.S. SEGPRES N°90/00 “Norma de Emisión para la Regulación de Contaminantes Asociados a la Descarga de Residuos Líquidos a Aguas Marina y Continentales Superficiales”.

9.3 **Referencia:** D.S. MOP N°609/98 “Norma de Emisión para la Regulación de Contaminantes Asociados a la Descarga de Residuos Líquidos a Sistemas de Alcantarillados”.

9.4 **Referencia:** D.S. N°46/2002 “Establece Normas de Emisión de Residuos Líquidos a Aguas Subterráneas”.

9.5 Tabla “Preservación de Muestras”

9.6 Registro Planilla Muestreo Compuesto de Riles

9.7 Registro Planilla Muestreo Puntual de Riles

9.8 Registro Planilla Retiro de Riles

16/09/2014

Anexo 9.5 Tabla Preservación de las Muestras

NCh411/10

Anexo A
(Normativo)

Tabla A.1 - Requisitos de envases y preservantes

Análisis	Tipo de envase	Volumen mínimo de muestra ¹⁾	Tipo de preservante (pal)
Bacteriológicos			
Coliformos fecales	P o V, estéril	120 ml	0,1 ml de tiosulfato de sodio al 10% ²⁾ , por cada 120 ml de muestra para aguas residuales que han pasado un proceso de desinfección con cloro, o bien, 0,3 ml de solución LUIA al 1%, por cada 120 ml de muestra en el caso de aguas residuales altas en metales pesados.
Físico-químicos			
Aceites y grasas	V boca ancha (B)	1 L ³⁾	HCl o H ₂ SO ₄ , pH < 2
Aluminio	P o V	3/5 L	HNO ₃ , pH < 2
Arsénico	P o V	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Boro	P	100 ml	HNO ₃ , pH < 2
Cadmio	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Cianuro	P o V	1 L	NaOH, pH > 12
Cinc	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Cobre	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Cromo hexavalente	P o VB (A)	1 L	No requiere
Cromo total	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
DBO 5	P o V	1 L	No requiere
DOO	P o V	100 ml	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Fósforo	P o V (C)	1 L	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Hidrocarburos totales	Ver Fijos y Volátiles		
Hidrocarburos fijos	V boca ancha (B)	1 L ³⁾	HCl, pH < 2
Hidrocarburos volátiles	V con tapa TFE (B)	300 ml	Según método análisis
Manganeso	P o V (A)	3/5 L	HNO ₃ , pH < 2
Mercurio	P o V (A)	300 ml	H ₂ SO ₄ exento de Hg, pH < 2
Níquel	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Nitrógeno amoniacal	P o V	1 L	H ₂ SO ₄ , pH < 2
pH y temperatura	P o V	50 ml	En terrazo
Plomo	P o VB (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Poder espumígeno	P o V	2 L	Botella hermética
Sól. sedimentables	P o V	1 L	En terrazo de preferencia
Sól. suspendidos	P o V	200 ml	No requiere
Sulfatos	P o V	200 ml	No requiere
Sulfuros	P o V	3/5 L	NaOH, pH > 9, ZnAc 2 N, lleno sin aire

(continúa)

NCh411/10

Tabla A.1 - Requisitos de envases y preservantes (conclusión)

Análisis	Tipo de envase	Volumen mínimo de muestra	Tipo de preservante
Cloruros	P o V	50 ml	No requiere
Índice fenol	V	1 L	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Fluoruro	P	100 ml	No requiere
Hierro disuelto	P (A)	1 L	Filtrar inmediato preferentemente en tartrato y luego agregar HNO ₃ , pH < 2
Molibdeno	P o V (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Nitrógeno total Kjeldahl	P o V	500 ml	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Selenio	P o V (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Nitratos + nitritos	P o V	200 ml	H ₂ SO ₄ , pH < 2
Hierro total	P o V (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Estaño	P o V (A)	1 L	HNO ₃ , pH < 2
Saam	P o V	250 ml	No requiere
Compuestos orgánicos			
Tetracloroetano	V/TFE	2 muestras de 40 ml	HCl, pH < 2
Tolueno - Xileno	V/TFE	2 muestras de 40 ml	HCl, pH < 2
Benceno	V/TFE	2 muestras de 40 ml	HCl, pH < 2
Triclorometano	V/TFE	2 muestras de 40 ml	HCl, pH < 2
Pentaclorofenol	V con tapa rosca, con recubrimiento interno de PTFE	300 ml	En caso de muestras que contengan cloro residual, neutralizar con gotas de tiosulfato de sodio, en solución concentrada, evitando alterar el volumen inicial de la muestra.

1) En algunos casos, como para metales, en el volumen de 1 L se pueden determinar los elementos que requieren un mismo preservante.

2) Este volumen de solución neutraliza 15 mg/L de cloro residual.

3) Sobre la misma porción de muestra se puede realizar el análisis de aceites y grasas y el de hidrocarburos fijos.

P : Polietileno de alta densidad.

PTFE : Politetrafluoroetileno.

V : Vidrio neutro.

VB : Vidrio al borosilicato.

V/TFE : Vidrio revestido de teflón.

pa : Para análisis.

(A) : Enjuagado con ácido nítrico 1 + 1.

(B) : Lavado con el mismo solvente utilizado para el ensayo.

(C) : Lavado con HCl diluido tibio; sin embargo, las entidades que emplean para el lavado, detergentes sin fosfato, no requieren el lavado con ácido clorhídrico diluido tibio.

NOTA: Si el método de ensayo establece alguna condición adicional o alternativa, la misma debe ser considerada.

Y.
10/10/2014

Anexo 9.6 Registro Planilla Muestreo Compuesto de Riles



ITMuQ 05-1
FOLIO N°

PLANILLA DE MUESTREO COMPUESTO DE AGUAS RESIDUALES
ITMuQ 05 / ITMuQ 05

1. IDENTIFICACION DE LA EMPRESA Y PUNTO DE DESCARGA

EMPRESA:					
DIRECCIÓN:					
LUGAR DE MUESTREO:					
DIRECCIÓN Y COMUNA DE LUGAR DE MUESTREO:					
SOLICITADO POR:					
FECHA DE INICIO MUESTREO:				Hora de Inicio:	
FECHA DE TERMINO MUESTREO:				Hora de Termino:	
DURACION DEL MUESTREO:					
NORMA UTILIZADA:					
NORMA A CUMPLIR:					
TIPO Y DIMENSIONES DEL CONDUCTO:					
RESOLUCION PARA MONITOREO (RPM):					
TIPO DE MUESTREO: <small>Marque con una X</small>	Compuesto Manual	Compuesto Automático	Puntual Manual	Puntual Automático	
Tipo de descarga	Canalleta de descarga Continúa	Cámara de monitoreo Discontinua	Otro:	Duración de la descarga:	
NATURALEZA DEL EFLUENTE:	RIL	RIL y Aguas servidas	Aguas servidas	Otro:	
ACCESO AL PUNTO DE MUESTREO:			Expedito	Difícil Acceso	
COORDENADAS DE PUNTO DE MUESTREO:					
Norte: (NORTE) m					
Este: (ESTE) m					
Datum (DATUM): (NOTACION: HUSO y ZONA)					
MEDICION DE CAUDAL					
Área velocidad	Dispositivo primario (modulo ultrasónico)			Método volumétrico	
CONDICIONES ADECUADAS DEL PUNTO DE MONITOREO: SI NO					

2. VERIFICACION DE EQUIPOS EN TERRENO:

2.1 Sonda multiparametro

Codigo Interno	Hora	Parámetro	Mediciones		Codigo (estabilidad del estándar (días))
			Soluciones Buffer	Valor medido	
		pH (Unidades de pH)	pH 4.0 pH 7.0 pH 10.0		pH 4.0 pH 7.0 pH 10.0

2.2 Muestreador automático

Operación	Si	No	Especificación
Sistema controlador			
Calibración de volumen <small>Rango de operación: +/- 5%</small>			Volumen Calibrado: Volumen entregado por equipo:
Refrigeración de las muestras			Tipo de refrigerante:
Sistema de bombeo			
Recicla la primera muestra			Cantidad programada:
Cierre hermético del equipo			Tipo de seguro:
Sistema distribuidor			
Terminal Línea de succión			Tipo (plástico o acero):
Limpiador exterior			
Batería			Código Interno: Estado de carga:
N° de Lote Baterías de recolección			Lote N°:

CONTROLADO

REVISIÓN N° 9

ITMuQ 05
Página 11 de 16
COPIA N° 0

16/09/2014



ITMuQ 05-1
FOLIO N° _____

3. IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA: _____

MEDICIONES DE TERRENO Y CONFORMACION DE LA MUESTRA COMPUESTA

N° Puntual	hora	dir	T° C	Caudal/Ls	Alzura (Uros)	N° Puntual	hora	dir	T° C	Caudal/Ls	Alzura (Uros)
1						13					
2						14					
3						15					
4						16					
5						17					
6						18					
7						19					
8						20					
9						21					
10						22					
11						23					
12						24					

VOLUMEN DE DESCARGA DIARIA (VDD), m³/día: _____

T° DE LA PRIMERA MUESTRA PUNTUAL AL INICIO DEL MONITOREO : _____

T° DE LA PRIMERA MUESTRA PUNTUAL AL TERMINO DEL MONITOREO : _____

FECHA Y HORA DE LA PREPARACION DE LA MUESTRA COMPUESTA: _____

T° DE LA MUESTRA COMPUESTA INMEDIATAMENTE DESPUES DE FORMADA: _____

VOLUMEN TOTAL DE LA MUESTRA COMPUESTA FORMADA: _____

4. OBSERVACIONES RELEVANTES DEL MONITOREO

5. CADENA DE CUSTODIA; ENVASES, PRESERVACION Y TRANSPORTE DE LAS MUESTRAS

5.1 ANALISIS SOLICITADOS

5.1.1 PARAMETROS PUNTUALES:

ANALISIS	Fecha	Hora	Código de muestra	T° (C)	pH	Cloro (mg/L)

16/09/2014



RTMuQ 05-2

FOLIO N° _____

REGISTRO DE MUESTRAS PUNTUALES DE AGUAS RESIDUALES

ITMUM-05/ ITMuQ-05

EMPRESA _____
 DIRECCION _____
 LUGAR DE MUESTREO _____
 SOLICITADO POR _____
 FECHA INICIO MUESTREO _____ HORA INICIO _____
 FECHA TERMINO MUESTREO _____ HORA TERM _____
 MUESTREADO POR _____
 NORMA UTILIZADA _____
 EQUIPOS UTILIZADOS _____

IDENTIFICACION DE MUESTRAS PUNTUALES

	FECHA	HORA	IDENTIFICACION
P1			
P2			
P3			
P4			
P5			
P6			
P7			
P8			
P9			
P10			

ANÁLISIS DE MUESTRAS PUNTUALES

	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10
pH										
TEMPERATURA										
CAUDAL										
CONDUCTIVIDAD										
COLIFORMES FECALES										
OXIGENO DISUELT										
COLOR										
SULFUROS										
COMP. ORGANICOS										
SOLIDOS SEDIMENTABLES										
OTROS										

IDENTIFICACIÓN DE ENVASES UTILIZADOS PARA ANÁLISIS MICROBIOLÓGICOS _____

IDENTIFICACIÓN DE ENVASES UTILIZADOS PARA ANÁLISIS FÍSICO QUÍMICOS _____

FECHA Y HORA DE LLEGADA AL LABORATORIO _____

OBSERVACIONES: N/A = NO APLICABLE _____

Nombre y Firma
Cliente

Nombre y Firma
Muestreador

Nombre y Firma
Ingreso S.I.A.

INFORME LAB. N°: _____

RECEPCIÓN DE MUESTRAS- AGUAS Y RILES

Fecha 26-09-13 Hora 16:30

Cliente Siss (CHPU TISSUE S.A)

TIPO DE MUESTRA (marcar con x): AGUA RIL

DOCUMENTO DE RESPALDO DE LA MUESTRA (marcar con x):

- Carta Cliente N° _____ Orden Servicio/Compra N° _____ Solicitud de Ingreso N° _____
 Registro Muestreo N° 26092013 Sernapesca PAC N° _____
 Otros N/I

Cantidad de botellas 16

Termómetro usado código TERI 06

N° Botella	Tipo botella (marcar con x)					Código	Descripción del envase (análisis, otros)/Observa	USO EXCLUSIVO LABORATORIO	
	V	P	Volumen (mL/L)	pH	Temp. °C			Preservante	Análisis
1		X	1L		03	C-100	Niquel - Plomo - Zinc		
2		X	✓		✓	C-099	Boro - Cadmio - Cobre		
3		X	✓		✓	A-514	S.S.T.		
4		X	✓		✓	A-528	Mercurio		
5		X	✓		✓	A-521	NTH		
6		X	✓		✓	A-336	Cianuro		
7		X	✓		✓	A-530	Sulfuro		
8		X	✓		✓	A-486	Sulfuros		
9		X	✓		✓	A-448	Cromo VI		
10		X	✓		✓	B-151	Fosforo		
11		X	✓		✓	A-194	DBOF		
12	X		✓		✓	D-054	Pentaclorofenol		
13	X		✓		✓	D-076	AYG		
14	X		✓		✓	D-0008	TICLOROMETANO TETRACLOROETENO		
15	X		✓		✓	D-077	Hidro. fijos		
16	X		0,25	NA	✓	MUE2309	COL. FECALES TOT.		
17									
18									
19									
20									

V: vidrio P: Plástico

VoBo (Lab.)

En caso de recepcionar la muestra, fuera de normativa, se debe rechazar la muestra y dar aviso a quienes corresponda.

Responsable de la Recepción de la Muestra
José Sepúlveda A.
eurofins | Ingreso de Muestras
Fono: (2) 2 240 0561

Responsable del Ingreso a SISI AWEB
Carolina Fuentes C.
eurofins | Analista de Ingresos
Fono: (2) 2 240 0561

√ Igual al anterior N/A: No aplica S/O: Sin Observaciones N/I: No indica pH: Medición realizada con tira indicadora de pH.

Fecha de Vigencia: 20/06/2013

PLANILLA DE MUESTREO COMPUESTO DE AGUAS RESIDUALES
ITMuM 05 / ITMuQ 05

1. IDENTIFICACION DE LA EMPRESA Y PUNTO DE DESCARGA

EMPRESA: <i>Superintendencia de Servicios Sanitarios</i>					
DIRECCIÓN: <i>H. Amparo 14/30. Pina 60 - Santiago</i>					
LUGAR DE MUESTREO: <i>CMPC Tissue S.A. (Planta)</i>					
DIRECCION Y COMUNA DE LUGAR DE MUESTREO: <i>Paradise 5 km 4, comuna Talagante - Val. / Vign. Talagante</i>					
SOLICITADO POR: <i>Rita Carmen Silva</i>					
FECHA DE INICIO MUESTREO: <i>25.09.2013</i>			Hora de Inicio: <i>12:40</i>		
FECHA DE TERMINO MUESTREO: <i>26.09.2013</i>			Hora de Termino: <i>11:40</i>		
DURACION DEL MUESTREO: <i>24 Hrs</i>					
NORMA UTILIZADA: <i>NCH4111/2005</i>					
NORMA A CUMPLIR: <i>DS90</i>					
TIPO Y DIMENSIONES DEL CONDUCTO: <i>canaleta Parachiff 12 mm x 9 pulgadas ancho</i>					
RESOLUCION PARA MONITOREO (RPM):					
TIPO DE MUESTREO:	Compuesto Manual	Compuesto Automático	<input checked="" type="checkbox"/>	Puntual Manual	Puntual Automático
Marque con una X					
Tipo de descarga	Canaleta de descarga	Cámara de monitoreo	<input checked="" type="checkbox"/>	Otro:	
	Continúa	Discontinúa	<input checked="" type="checkbox"/>	Duración de la descarga:	
NATURALEZA DEL EFLUENTE:	RIL	RIL+Aguas servidas	<input checked="" type="checkbox"/>	Aguas servidas	Otro:
ACCESO AL PUNTO DE MUESTREO: <i>Expedito</i>			<input checked="" type="checkbox"/>	Difícil Acceso	
COORDENADAS DE PUNTO DE MUESTREO:					
Norte: <i>62 68 406</i>		(NORTE) m			
Este: <i>32 04 500</i>		(ESTE) m			
Datum (DATUM): <i>194</i>		(NOTACION: HUSO y ZONA)			
MEDICION DE CAUDAL					
Area velocidad	<input checked="" type="checkbox"/>	Dispositivo primario (modulo ultrasónico)		Método volumétrico	
CONDICIONES ADECUADAS DEL PUNTO DE MONITOREO: <i>SI</i> NO					

2. VERIFICACION DE EQUIPOS EN TERRENO:

2.1 Sonda multiparametro

Código interno	Hora	Parámetro	Mediciones		Código trazabilidad del estándar (lote)	
		pH (Unidades de pH)	Soluciones Buffer	Valor medido	pH 4.0 100001 pH 7.0 100002 pH 10.0 100003	
<i>MUEM-013</i>	<i>12:30</i>		pH 4.0	<i>9.0</i>		
			pH 7.0	<i>8.0</i>		
			pH 10.0	<i>10.0</i>		

2.2 Muestreador automático

Operación	Si	No	Especificación
Sistema controlador	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<i>OK</i>
Calibración de volumen	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Cantidad Calibrada: <i>1000 ml.</i>
Refrigeración de las muestras	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Tipo de refrigerante: <i>fluido refrigerante</i>
Sistema de bombeo	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<i>Bomba: 1,24 Purga: 1,24</i>
Recolecta la primera muestra	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Cantidad programada: <i>1000 ml.</i>
Cierre Hermético del equipo	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Tipo de seguro: <i>cadena</i>
Sistema distribuidor	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<i>Plástico Broyer: 16</i>
Terminal Línea de succión	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Tipo (plástico o acero): <i>Termi mult. tipo Plástico</i>
Limpieza exterior	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<i>OK</i>
Batería	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Código interno: <i>Bateria: 002</i> Estado de carga: <i>13,36</i>
N° de Lote Botellas de recolección	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Lote N°: <i>4</i>

3. IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA: Punto n° 2 (R2 - Kauri)

MEDICIONES DE TERRENO Y CONFORMACION DE LA MUESTRA COMPUESTA

N° Puntual	Hora	pH	T° °C	Caudal L/s	Alicuota (Litros)	N° Puntual	Hora	pH	T° °C	Caudal L/s	Alicuota (Litros)
1	12:40	7,9	26,5	53,526	0,451	13	24:40	7,9	25,9	58,129	0,490
2	13:40	7,9	26,9	55,919	0,472	14	01:40	7,9	25,6	42,898	0,366
3	14:40	8,0	27,0	49,917	0,421	15	02:40	7,9	25,7	56,768	0,478
4	15:40	8,0	27,1	56,279	0,479	16	03:40	7,9	25,7	60,730	0,512
5	16:40	8,0	26,9	51,264	0,433	17	04:40	7,9	25,7	50,494	0,426
6	17:40	8,0	26,8	50,025	0,422	18	05:40	7,9	25,9	66,486	0,560
7	18:40	8,0	26,5	51,146	0,431	19	06:40	7,9	25,9	43,855	0,363
8	19:40	8,0	26,3	42,344	0,357	20	07:40	7,9	25,7	37,195	0,313
9	20:40	8,0	26,3	54,649	0,459	21	08:40	8,0	25,1	20,564	0,173
10	21:40	8,0	26,2	66,406	0,560	22	09:40	8,0	25,3	27,925	0,235
11	22:40	7,9	25,9	55,083	0,464	23	10:40	8,2	25,3	29,052	0,245
12	23:40	7,9	25,7	49,414	0,416	24	11:40	8,0	25,2	26,351	0,222

VOLUMEN DE DESCARGA DIARIA (VDD), m3/día: 4041,303 m³

T° DE LA PRIMERA MUESTRA PUNTUAL AL INICIO DEL MONITOREO: 26,5 °C

T° DE LA PRIMERA MUESTRA PUNTUAL AL TERMINO DEL MONITOREO: 7,6 °C

FECHA Y HORA DE LA PREPARACION DE LA MUESTRA COMPUESTA: 21 09 2013 / 12:40 13:40 14:40

T° DE LA MUESTRA COMPUESTA INMEDIATAMENTE DESPUES DE FORMADA: 15,7 °C

VOLUMEN TOTAL DE LA MUESTRA COMPUESTA FORMADA: 16,10

4. OBSERVACIONES RELEVANTES DEL MONITOREO

* Demuestra ser buena la sal de
 * análisis para determinar Puntos críticos de
 Tetracarotenos > D. de tetr.

5. CADENA DE CUSTODIA; ENVASES, PRESERVACION Y TRANSPORTE DE LAS MUESTRAS

5.1 ANALISIS SOLICITADOS
 5.1.1 PARAMETROS PUNTUALES:

ANALISIS	Fecha	Hora	Código de envases	T° (°C)	pH	Cloro (mg/L)
Camuro	26.09.2013	11:30	A-536	25,2	8,0	N/A
Coliformos Fecales	26.09.2013	11:30	R-2309	25,2	8,0	N/A
Camuro II	26.09.2013	11:30	A-448	25,2	8,0	N/A
Punto clorofenol.	26.09.2013	11:30	B-054	25,2	8,0	N/A
Sulfuros	26.09.2013	11:30	A-480	25,2	8,0	N/A
Tetracarotenos Tetracarotenos	26.09.2013	11:30	D-003	25,2	8,0	N/A

5.1.2 PARAMETROS COMPUESTOS (marcar con una X)

ANALISIS	CODIGO ENVASE	T° y pH recepción	Preservación	ANALISIS	CODIGO ENVASE	T° y pH recepción	Preservación
Aceites y grasas	X D-021		HCl pH<2	Molibdeno			HNO ₃ pH<2
Aluminio			HNO ₃ pH<2	Níquel	X C-600		HNO ₃ pH<2
Arsénico			HNO ₃ pH<2	Nitrato mas nitrato			H ₂ SO ₄ pH<2
Benceno			HCl pH<2	Nitrógeno amoniacal			H ₂ SO ₄ pH<2
Boro	X C-099		HNO ₃ pH<2	Nitrógeno total Kjeldahl	X A-521		H ₂ SO ₄ pH<2
Cadmio	X C-099		HNO ₃ pH<2	Pentaclorofenol	X B-1234		Refrigeración
Cianuro	X A-536		NaOH pH>12	PH	X N/A		Puntual
Cloruro			Refrigeración	Plomo	X C-600		Refrigeración
Cobre			HNO ₃ pH<2	Poder espumógeno			Refrigeración
Cobre total	X C-099		HNO ₃ pH<2	SAAM			Refrigeración
Coliformes Fecales T.	X R-2309		Refrigeración	Selenio			HNO ₃ pH<2
Cromo Hexavalente	X A-448		Refrigeración	Sólidos sedimentables			Refrigeración
Cromo total			HNO ₃ pH<2	Sólidos suspendidos total	X A-514		Refrigeración
DBO5	X A-194		Refrigeración	Sulfato	X A-530		Refrigeración
Estaño			HNO ₃ pH<2	Sulfuros	X A-486		NaOH pH>9 Zn Ac 2 N/A
Fluoruro			Refrigeración	Temperatura	X N/A		Puntual
Fósforo total	X B-151		H ₂ SO ₄ pH<2	Triclorometano	X B-003		HCl pH<2
Hidrocarburos fijos	X D-072		HCl pH<2	Tetracloroaleno	X B-003		HCl pH<2
Hidrocarburos totales			HCl pH<2	Tolueno			HCl pH<2
Hidrocarburos volátiles			Refrigeración	Xileno			HCl pH<2
Hierro			HNO ₃ pH<2	Zinc	X C-600		HNO ₃ pH<2
Hierro disuelto			HNO ₃ pH<2	DOO			H ₂ SO ₄ pH<2
Índice de fenol			H ₂ SO ₄ pH<2	Otros			
Manganeso			HNO ₃ pH<2				
Mercurio	X A-528		H ₂ SO ₄ pH<2				

5.2 TRANSPORTE DE LAS MUESTRAS

FECHA Y HORA DE INICIO DE TRANSPORTE	20.08.2013 / 14:00
FECHA Y HORA DE RECEPCION EN EL LABORATORIO	
VIA DE ENVIO (Ejemplo: Chilexpress, Avión, Vehículo de la empresa)	FLY 40
NOMBRE Y FIRMA RESPONSABLE	Kayumbe A. Soto

5.3 CONTROL DE CADENA DE FRIO

SISTEMA DE REFRIGERACION	Hielo seco
TEMPERATURA MUESTRA TESTIGO (°C) AL INICIO DEL TRANSPORTE	4,0°C
TEMPERATURA MUESTRA TESTIGO (°C) EN LA RECEPCION DEL LABORATORIO	
CANTIDAD DE ENVASES POR MUESTRA	15 + 1 c. muestra
RESPONSABLE DE RECEPCION EN LABORATORIO	

Corina Silva
Nombre y Firma
Cliente

Kayumbe Soto A
Nombre y Firma
Técnico de Terreno

Nombre y Firma
Ingreso S.I.A.

NFORME LAB. N° : _____
SOLICITUD DE INGRESO EXTERNA N° _____

MR LAB	FORMULARIO DE REGISTRO	FI-OP-EQ-OP-47
CONTRO DE FUNCIONAMIENTO DEL SISTEMA CROMATOGRAFO DE GASES E		

FRECUENCIA DE CONTROL: En cada uso
 AÑO: 2013

FECHA	Presión gas carrier (mL/min)	Temperatura ECD	Frecuencia ECD (mV)	Atenuación	Rango ECD (*)	Rango FID (*)	Observaciones
25/09/13	1,5	300	11,41	4	1	-	Post OK PC
27/09/13	1,5	300	11,24	4	1	-	Hang OK PC
01/10/13	1,5	300	11,45	4	1	-	Post OK PC
30/09/13	1,5	300	11,34	4	1	-	Hang OK PC
02/10/13	1,5	300	11,54	4	1	-	Post OK PC
03/10/13	1,5	300	11,61	4	1	-	Hang OK PC
04/10/13	1,5	300	11,35	4	1	-	Post OK PC
07/10/13	1,5	300	11,44	4	1	-	Hang OK PC
10/10/13	1,5	300	11,65	4	1	-	Post OK PC
11/10/13	1,5	300	11,75	4	1	-	Hang OK PC
14/10/13	1,5	300	11,21	4	1	-	Post OK PC
17/10/13	1,5	300	10,95	4	1	-	Post OK PC
18/10/13	1,5	300	11,01	4	1	-	Hang OK PC
23/10/13	1,5	300	11,24	4	1	-	Post OK PC
24/10/13	1,5	300	11,15	4	1	-	Hang OK PC
29/10/13	1,5	300	11,41	4	1	-	Post OK PC
30/10/13	1,5	300	11,35	4	1	-	Hang OK PC
11/10/13	1,5	500	11,89	4	1	-	Post OK PC
08/10/13	1,5	300	11,74	4	1	-	Hang OK PC
12/10/13	1,5	300	12,01	4	1	-	Post OK PC
13/10/13	1,5	300	12,20	4	1	-	Hang OK PC

NOTA: (*) Llenar en el caso que corresponda.

COMENTARIOS DE REVISIÓN


 FIRMA Y TIMBRE DE REVISOR

MR LAB	FORMULARIO REGISTRO	FLOP-EQ-OP-01
"CONTROL CHEQUEO BALANZA ANALITICA"		

Identificación Balanza: EQ-OP-01

CERTIFICADO VIGENTE: SMA-64144			
IDENTIFICACIÓN (g)	VALOR NOMINAL (mg)	VALOR REAL (mg)	INCERTIDUMBRE + mg
0.02	20	19,9	0,3
0.20	200	200,0	0,6
1.00	1000	1000,0	1
10.0	10000	10000,2	2

COEFICIENTE "t" CON ERROR 95% DE CONFIANZA: K =		ERROR MÁX
2	4,3	N/A
3	3,18	+ 2.0 mg
4	2,78	+ 3.0 mg
5	2,57	+ 6.0 mg

MES: Septiembre 2013

Fecha de Control:		23-09-2013						Hora:		11:35						Temperatura ambiente:		21 °C	
Identificación	Valor 1 mg	Valor 2 mg	Valor 3 mg	Valor 4 mg	Valor 5 mg	Valor 6 mg	Promedio mg	Desviación Standard	Error Pesada mg	Intervalo de Confianza	Cumple Si/No								
0.02	20.0	19.5	19.9	20.0	19.9	19.9	19.9	0.186	-0.03	0.195	Si								
0.2	200.0	200.1	200.1	200.0	200.0	200.1	200.1	0.055	0.05	0.057	Si								
1	1000.2	1000.1	1000.2	1000.1	1000.1	1000.1	1000.1	0.052	0.13	0.054	Si								
10	10000.4	10000.3	10000.4	10000.1	10000.2	10000.3	10000.3	0.117	0.08	0.123	Si								

MES: Octubre 2013

Fecha de Control:		30-09-2013						Hora:		16:02						Temperatura ambiente:		20 °C	
Identificación	Valor 1 mg	Valor 2 mg	Valor 3 mg	Valor 4 mg	Valor 5 mg	Valor 6 mg	Promedio mg	Desviación Standard	Error Pesada mg	Intervalo de Confianza	Cumple Si/No								
0.02	20.1	20.0	20.1	19.9	20.0	19.9	20.0	0.089	0.10	0.094	Si								
0.2	199.9	200.1	200.2	199.8	200.0	199.8	200.0	0.163	-0.03	0.171	Si								
1	1000	1000.1	1000.0	1000.3	1000.2	1000.1	1000.1	0.117	0.12	0.123	Si								
10	10000.3	10000.3	10000.3	10000.2	10000.1	9999.9	10000.2	0.160	-0.02	0.168	Si								

MES: Octubre 2013

Fecha de Control:		16-10-2013						Hora:		15:11						Temperatura ambiente:		22 °C	
Identificación	Valor 1 mg	Valor 2 mg	Valor 3 mg	Valor 4 mg	Valor 5 mg	Valor 6 mg	Promedio mg	Desviación Standard	Error Pesada mg	Intervalo de Confianza	Cumple Si/No								
0.02	19.7	19.8	19.6	19.7	20.0	19.9	19.8	0.147	-0.12	0.154	Si								
0.2	199.8	200.1	200	200.2	199.9	200.0	200.0	0.141	0.00	0.148	Si								
1	1000.2	1000.0	1000.0	998.9	1000.2	1000.1	999.9	0.498	-0.10	0.522	Si								
10	10000.2	10000.2	10000.3	10000.4	10000.3	10000.1	10000.3	0.105	0.05	0.110	Si								

MES: Octubre 2013

Fecha de Control:		05-11-2013						Hora:		15:45						Temperatura ambiente:		20 °C	
Identificación	Valor 1 mg	Valor 2 mg	Valor 3 mg	Valor 4 mg	Valor 5 mg	Valor 6 mg	Promedio mg	Desviación Standard	Error Pesada mg	Intervalo de Confianza	Cumple Si/No								
0.02	20.0	19.9	20.1	19.9	20.0	20.2	20.0	0.117	0.12	0.123	Si								
0.2	198.9	200.1	200.2	200.1	200.1	200.0	199.9	0.494	-0.10	0.518	Si								
1	1000.2	1000.3	1000.2	1000.1	1000.3	1000.2	1000.2	0.075	0.22	0.079	Si								
10	10000.3	10000.2	10000.3	10000.2	10000.3	10000.4	10000.3	0.075	0.08	0.079	Si								



SEPTIEMBRE 2013

DÍA	Nº Ingreso	CLIENTE	
17	X09-53	Qc (Stgo) 2mb rel lot 146923, 146925 det: SIXIS, TCE (Canta N° 041/2013)	24/09/13
24	X09-54	LAB Carlos Letour 1mt APot lot 1000 det tellos 3,4,5 (SdN=102)	30/09/13
25	X09-55	Agua Autopagata 2mb. APot lot 2964, 2963 det tellos 3,4,5, CF, Hq, CW, NO3, NO2 (SdN=227/2013)	30/09/13
26	X09-56	Qc (Huepui) 1mt rel lot Piscina Educacion det AP, AS, Zo, Cd, CW, Cu, Cui, Ce, Mn, Hq, Hc, Ni, Pb, Zn (SdN=138/317)	02/10/13
26	X09-57	Qc (Stgo) 1mt rel lot 146789 det tellos, plenas (Canta N° 042/2013)	03/09/13
26	X09-58	Qc (Stgo) 1mt rel lot 146306 det: PCF, Ton, TCE (Canta N° 042/2013)	02/10/13
26	X09-59	Comite de Opce Potable la Palmera lot 110000 det NCH409 completa.	14/09/13
26	X09-60	LAB Carlos Letour 2mb. APot lot 1001, 1002 det tellos 3,4,5 (SdN=102)	02/10/13
26	X09-61	LAB Carlos Letour 1mt rel lot 2444 det: Hcl. (SdN=102)	02/10/13
26	X09-62	Cytec 11mts cebaz y velas lot 120, 870, 877, 878, 879, 880, 881, 882, 883, 884, 885 det Cu. (Canta N° 292)	02/10/13
26	X09-63	Onupol Leg de Sepos 11mb de tiempo lot Escot N° 1 (52); Escot N° 2 (11 cl 5); Escot N° 3 (1 cl 6); Escot N° 4 (1 cl 6); Escot N° 5 (7) det Hox rotario (M/N Atlantic)	27/09/13
26	X09-64	Agua potable Pio Noni 1mt APot lot 12280001 det tellos N° 1 y 2.	09/10/13
26	X09-65	Geohidrológica Consultores 4mb apoc lot N° 1 cl N° 4 det N° 1 y 2.	02/10/13
26	X09-66	Cuadros Tenso Fiscales 1mt rel lot det AP, Cui, Ce, NH3, DBO5, S04, S=Fe, Sd Supt, Sd Sema, PT.	02/10/13
26	X09-67	Qc (Stgo) 2mb rel lot 146705, 146723 det PCF, Ton, TCE, tellos, plenas (Canta 043)	30/09/13
26	X09-68	Agua Autopagata 2mb. APot lot 2958, 1974 det tellos 3,4,5 + CF, Hq, CW, NO3, NO2 (SdN=229/2013)	02/10/13
26	X09-69	Agua potable (Castro) 1mt Hido SAP. lot YABUAN det: Cd, Totolo, F Col, Anticoro, AP, Abt, Ba, Cd, Zn, Cu, Cui, Mn, Hq, Ni, Pb, Se.	02/10/13
26	X09-70	Agua potable (Castro) 1mt. Agua lot. YAMEN det: Cd, Totolo, F Col, Anticoro, AP, Abt, Ba, Cd, Zn, Cu, Cui, Mn, Hq, Ni, Pb, Se.	02/10/13
26	X09-71	LAB Carlos Letour 2mb rel lot 1006, 2485 det Hcl. (SdN=103)	02/10/13
26	X09-72	SEASA. 18mb de agua manic lot VEN-10, VEN-101, VEN-1F, VEN-2S, VEN-21, VEN-2F, VEN-3S, VEN-30, VEN-3F, VEN-4S, VEN-41, VEN-4F, VEN-5S, VEN-51, VEN-5F, VEN-6S, VEN-61, VEN-6F det NUR.	02/10/13
27	X09-73	Cuadros Tenso Fiscales 1mt rel lot det AP, Cui, Ce, NH3, DBO5, S04, S=Fe, S Supt, Sd Sema, PT.	02/10/13
27	X09-74	Qc (Huepui) 1mt helo oxima det Hido en Oxima det: NCH409 completa + CEE. (SdN=138/461)	02/10/13
27	X09-75	Qc (Stgo) 1mt A. Anal lot 147092 det tellos 3,4,5 + PCF/N14 (Canta N° 045/2013)	02/10/13
27	X09-76	Qc (Stgo) 1mt rel lot 147093 det TCE (Canta N° 045/2013)	02/10/13
27	X09-77	Qc (Stgo) 1mt rel lot 147495 det: PCF, Ton, TCE (Canta N° 046/2013)	02/10/13
27	X09-78	LAB Carlos Letour 1mt rel lot 2608 det Hcl. (SdN=104)	02/10/13
27	X09-79	LAB Carlos Letour 3mb A. nichin lot 2609, 2609, 2609 det Cloramin (SdN=104)	02/10/13
27	X09-80	SEASA. 7mb de Seda lot VEN-1 cl VEN-6, T3-Ven det: Cui.	02/10/13

Aguas residuales - Métodos de análisis - Parte 29: Determinación de pentaclorofenol y algunos herbicidas organoclorados - Método por cromatografía gaseosa con detector de captura electrónica (ECD)

Preámbulo

El Instituto Nacional de Normalización, INN, es el organismo que tiene a su cargo el estudio y preparación de las normas técnicas a nivel nacional. Es miembro de la INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO) y de la COMISION PANAMERICANA DE NORMAS TECNICAS (COPANT), representando a Chile ante esos organismos.

La norma NCh2313/29 ha sido preparada por la División de Normas del Instituto Nacional de Normalización, y en su estudio participaron los organismos y las personas naturales siguientes:

Aguas Cordillera S.A.
AQUA Calidad de Agua Ltda.
Centro de Estudios, Medición y Certificación
de Calidad, CESMEC Ltda.
Centro de Investigación Minero Metalúrgica, CIMM T.S.
CODELCO Chile
Comisión Nacional del Medio Ambiente, CONAMA
Compañía Minera Doña Inés de COLLAHUASI S.A.
Corthorn Quality Chile S.A.
DICTUC S.A., Pontificia Universidad Católica de Chile
Empresas de Obras Sanitarias de Valparaíso, ESVAL S.A.
HIDROLAB Ltda.
Instituto de Investigaciones Agropecuarias, INIA

Laura Martínez V.
Inge Moraga R.

Ximena Parra S.
Ruby Utrera C.
Magali Campos B.
Ramiro Trucco B.
Víctor Arenas C.
Ana María Iturrieta L.
Arturo Givovich H.
Augusto Palma C.
Ximena Cuadros M.
Regina Ite D.

NCh2313/29

Instituto Nacional de Normalización, INN
INTEC Chile
KIASA
Laboratorio SILOB
Lasin Ltda
MR Laboratorios Ltda.
Servicio Hidrográfico y Oceanográfico de la
Armada de Chile, SHOA
S.G.S. Eco Care
TECNOLAB S.A.
Universidad Tecnológica Metropolitana, UTEM
González S., Ada

Arturo Givovich H.
María Cecilia Silva M.
Ingrid Castro C.
Silvia Díaz A.
Héctor Asencio S.
Manuel Ruiz M.

Christian Bonert A.
Orquídea Rueda A.
Carlos Irarrázabal F.
Pedro A. Mladinic D.
Ada González S.

Esta norma se estudió para establecer el método oficial de análisis de pentaclorofenol en aguas residuales.

Esta norma ha sido aprobada por el Consejo del Instituto Nacional de Normalización, en sesión efectuada el 29 de Enero de 1999.

Esta norma ha sido declarada Norma Chilena Oficial de la República por Decreto N° 1159, de fecha 10 de Mayo de 1999, del Ministerio de Obras Públicas, publicado en el Diario Oficial N° 36.392 del 19 de junio de 1999.

Aguas residuales - Métodos de análisis - Parte 29: Determinación de pentaclorofenol y algunos herbicidas organoclorados - Método por cromatografía gaseosa con detector de captura electrónica (ECD)

1 Alcance y campo de aplicación

1.1 Método aplicado a la determinación de pentaclorofenol (PCF) y sus sales en aguas.

1.2 Este método es también aplicable a la determinación de los herbicidas organoclorados derivados de los ácidos diclorofenoxiacético (2,4-D) y (2,4,5-triclorofenoxi)-propiónico (2,4,5-TP, Silvex).

1.3 También es aplicable a la determinación de Dalapón, Dicamba, Piclorám.

2 Referencias

NCh410	Calidad del agua - Vocabulario.
NCh426/2	Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales.

3 Principios

Un volumen de 30 ml de muestra, en condiciones de pH que permiten la hidrólisis de ésteres, es extraído con metil ter-butil éter, el extracto es reducido en su volumen y el residuo es metilado con diazometano o alternativamente con trimetilsilil diazometano. Los metilésteres obtenidos son sometidos a separación por cromatografía de gases y cuantificados con la ayuda de un detector de captura electrónica (ECD).

4 Definiciones

4.1 aguas residuales: aguas que se descargan después de haber sido usadas en un proceso, o producidas por éste, y que no tienen ningún valor inmediato para este proceso.

5 Reactivos y soluciones

5.1 Reactivos

5.1.1 Agua para análisis grado 1 según NCh426/2

5.1.2 Hidróxido de sodio, $NaOH$, p.a.

5.1.3 Acido sulfúrico, 95-97% m/m, H_2SO_4 , p.a.

5.1.4 Sulfato de sodio anhidro. $Na_2 SO_4$, p.a.

NOTA - Si se ha adquirido en frasco plástico, purificar por calentamiento a 400°C por 4 h, enfriar y guardar en frasco de vidrio.

5.1.5 Eter dietílico, $C_4 H_{10}O$, p.a.

5.1.6 Sulfato de cobre pentahidrato, $CuSO_4 \times 5H_2O$; p.a.

5.1.7 Tiosulfato de sodio pentahidrato, $Na_2 S_2 O_3 \times 5H_2O$, p .a.

5.1.8 N-metil-N-nitroso p-toluen sulfonamida, $C_8 H_{10} N_2 O_3 S$, Diazald

5.1.9 Sílicagel, de malla 80 a 100.

5.1.10 Alcohol metílico, CH_3OH , para cromatografía.

5.1.11 Metil ter-butil éter, $C_5 H_{12}O$, (MTBE), para cromatografía.

5.1.12 2-(2-Etoxietoxi)etanol, $C_6 H_{14} O_3$, (Carbitol o dietilenglicol monoetiléter), para cromatografía.

5.1.13 Hidróxido de potasio, KOH , p.a.

5.2 Soluciones

5.2.1 Sulfato de sodio acidificado

En un matraz de fondo redondo de 250 ml se colocan 100 g $Na_2 SO_4$ (5.1.4), agregar suficiente $C_4 H_{10}O$ (5.1.5) como para cubrir la sal, agregando a continuación 0,1 ml de H_2SO_4 (5.1.3). Se tapa el matraz y se agita, cuidando de liberar la presión generada, hasta homogeneizar. El éter es removido mediante vacío o por arrastre con nitrógeno seco. La sal se mantiene en estufa a 130°C. La solución de 1 g del sólido disuelto en 5 ml de agua para análisis debe dar un pH igual a 4.

5.2.2 Solución de Diazald

Se disuelven 5 g de Diazald en 50 ml de una mezcla 1:1 de $C_4H_{10}O$ (5.1.5) y carbitol. La solución es estable por un mes mantenida a 4°C en frasco ámbar con tapa rosca y protección de politetrafluoretileno (PTFE).

5.2.3 Solución de hidróxido de sodio, 20% m/v

Disolver 20 g de $NaOH$ en agua para análisis y diluir a 100 ml.

5.2.4 Solución de hidróxido de potasio, aprox. 37% m/v

Disolver 37 g de KOH en agua para análisis y diluir a 100 ml.

5.2.5 Solución concentrada de analito

En la preparación de soluciones de estándares de referencia y calibración debe utilizarse una solución o un patrón de pureza certificada. La solución se prepara en concentración de 5 mg/ml (5 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$) en MTBE, en matraz aforado de 10 ml, trasvasijando la solución obtenida a un frasco de vidrio color ámbar provisto de tapa rosca con contratapa recubierta con PTFE. La solución debe ser mantenida en refrigeración, protegida de la luz y controlada periódicamente para verificar su estabilidad. Reemplazar cuando aparezcan signos de degradación o cada 6 meses.

5.2.6 Solución de trabajo

En un matraz aforado de 10 ml conteniendo aproximadamente 7 ml de CH_3OH se agrega con microjeringa, 200 μl de solución concentrada de analito, aforando con CH_3OH a 10 ml. Se homogeneiza bien por inversión repetida del matraz. Se traspasa a frasco de vidrio color ámbar con tapa de rosca recubierta interiormente con PTFE. Esta solución guardada en refrigerador tiene una vigencia de 3 meses. La concentración de la solución es 0,1 mg/ml (0,1 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$).

5.2.7 Estándares de calibración

A partir de la solución de trabajo se preparan tres soluciones estándares agregando 2 μl , 4 μl y 8 μl de dicha solución respectivamente a sendos viales conteniendo 1,7 ml de MTBE. Si en el análisis de las muestras se detecta la presencia de analito, se deberá preparar un estándar de concentración tal que la señal generada por la muestra esté comprendida entre dos estándares de calibración.

6 Aparatos

6.1 Cromatógrafo de gases dotado con las siguientes características operacionales y accesorios:

6.1.1 Horno, dotado con programación de temperatura.

6.1.2 Inyector que permita el uso de columnas capilares y/o wide-bore.

Alternativamente inyector para columna empacada.

6.1.3 Detector de captura electrónica (ECD).

6.1.4 Sistema de registro y tratamiento de áreas de señales.

6.1.5 Jeringas para cromatografía 1, 10, 50 y 100 μl .

6.1.6 Columna DB-1701, BP-5 o similar de 30 m x 0,25 mm ó 0,53 mm.

Alternativamente columna de vidrio empacada de 180 cm x 4 mm rellena con 1,5% SP-2250/1,95% SP-2401 sobre Supelcoport.

6.2 Material de uso corriente para laboratorio.

6.3 Equipo generador de diazometan, ver figura 1.

7 Procedimientos

7.1 Envases y preservantes

Los envases para las muestras deben ser de vidrio de 300 ml de capacidad. Los frascos deben estar provistos de tapa de rosca con recubrimiento interno de PTFE.

7.2 Estabilidad de la muestra

Proceder a la extracción de la muestra, que ha sido mantenida a 4°C, dentro del plazo de las 72 h.

7.3 Extracción

Transferir 30 ml de la muestra a un frasco de 40-50 ml provisto de tapa de rosca y septa recubierta con PTFE. Agregar a la muestra 9 g de Na_2SO_4 , tapar y agitar hasta disolución, agregar suficiente NaOH al 20% para obtener $\text{pH} \geq 12$ (aproximadamente 0,1 ml). Dejar reposar 1 h a temperatura ambiente, agitando de vez en cuando. Agregar 3 ml de MTBE agitando vigorosamente por 1 min, dejar reposar y retirar el solvente con pipeta Pasteur; descartar el solvente. Agregar 1,5 ml de H_2SO_4 concentrado, 3 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y 3 g de Na_2SO_4 , agitar hasta disolución de las sales. Agregar 3 ml de MTBE, cerrar el frasco y

proseguir con las otras muestras. Una vez procesadas todas las muestras, se agitan mecánica o manualmente por 3 min. Se deja reposar por lo menos 3 min hasta separación de las fases.

7.4 Preparación de diazometano ¹⁾

Toda la operación de preparación de diazometano se debe efectuar bajo campana extractora y el operador debe llevar guantes y anteojos protectores.

Armar un aparato consistente en tres tubos de ensayo de 12-15 ml como se indica en la figura 1, usando taponés de goma y uniones de goma para los tubos acodados. Todo el material de vidrio no debe presentar aristas y debe estar pulido a fuego. En el tubo N° 1 se coloca suficiente éter etílico como para cubrir el extremo del tubo interior, en el frasco receptor N° 3 (tapa de rosca y cubierta interior de PTFE) se colocan 5 ml de MTBE y se enfría exteriormente con hielo. Se hace pasar, por todo el sistema, una corriente de nitrógeno (5-10 ml/min). En el tubo N° 2 se colocan 2 ml de solución de Diazald. Se tapa el tubo N° 2 con el tapón de goma y se conecta al resto del sistema. Mediante una jeringa desechable se agregan, gota a gota, 1,5 ml de solución de *KOH* (5.2.4). El diazometano que se genera en el curso de unos 15-20 min es arrastrado por el nitrógeno al frasco receptor, donde es guardado para su uso. La solución de diazometano es estable por dos días.

Todos los restos de diazometano generados en esta preparación deben ser destruidos por adición de sílica gel fina (0,1 – 0,2 g) a cada tubo.

7.5 Separación de los extractos y derivatización

Las características ácidas de los compuestos analizados requieren que todo el material utilizado en esta fase del proceso haya sido enjuagado con H_2SO_4 diluido (0,1M). Se prepara una columna colocando, en el fondo de una pipeta Pasteur, una mota de lana de vidrio y sobre ésta 1 g de Na_2SO_4 acidificado (aproximadamente 2,5 cm). Con una pipeta volumétrica de 2 ml se retira exactamente este volumen de la fase orgánica sobrenadante de los tubos de extracción (7.3), y se hace pasar, a través de esta columna, recibiendo el líquido en un vial de vidrio de 5 ml, provistos de tapa de rosca con el interior recubierto con PTFE, al que previamente se ha aforado con una marca externa que indica el nivel que contiene 2 ml. Una vez que la solución deja de pasar, se lava cuidadosamente la columna con 0,25 ml de MTBE, repitiendo esta operación dos veces. Después se evapora el solvente mediante una suave corriente de nitrógeno hasta un volumen aproximado de 1,7 ml. Los viales con las muestras, junto a uno conteniendo sólo MTBE (blanco) y a los estándares son tapados y enfriados en el congelador (-15°C a -18°C) a lo menos por 20 min.

¹⁾ El diazometano es un compuesto altamente tóxico y explosivo. Rigurosas medidas de seguridad deben ser observadas: trabajar bajo campana de extracción, no usar material de vidrio con uniones esmeriladas ni saltaduras ya que se provocará una explosión.

NCh2313/29

Una vez transcurrido este tiempo los frascos son retirados del congelador, se destapan agregándoles, de preferencia con transpipeta, 0,25 ml de la solución enfriada de diazometano. Los viales son tapados y su contenido homogeneizado por suave inversión y se les deja reposar a temperatura ambiente, en campana extractora, por 20 min - 25 min. El color amarillo característico debe permanecer por lo menos por los 2 primeros min. Si este color desaparece antes agregar otro volumen de solución de diazometano.

Al cabo de este tiempo de reposo agregar cuidadosamente una punta de espátula (0,03g - 0,05g) de sílica gel con el fin de destruir el exceso de diazometano. Se deja reposar en campana de 20 min a 30 min, hasta que no se note desprendimiento de nitrógeno. Luego, aforar con MTBE a la marca de 2 ml.

7.6 Análisis

7.6.1 Análisis cromatográfico de los estándares y extractos derivatizados

Los parámetros de operación del sistema cromatográfico, temperaturas, flujos de gas portador, volúmenes de inyección, etc., están fijados por las características de la columna y por la adecuada resolución de las señales generadas por los estándares utilizados. Usar preferentemente condiciones isotérmicas ya que éstas aseguran estabilidad entre inyecciones y son mejor reproducidas que las programadas. Con el fin de asegurar reproducibilidad en la introducción de las muestras, los volúmenes inyectados no debieran ser inferiores a 1 μ l, salvo que otro volumen sea requerido por el sistema de inyección.

El análisis cromatográfico se inicia inyectando los estándares derivatizados, seguido del blanco y finalmente los extractos de las muestras. Esta secuencia asegura la no-contaminación de las muestras con los estándares. El análisis de los extractos de las muestras debe efectuarse por inyección en duplicado.

La señal cromatográfica atribuible al analito, debe ser confirmada por inyección del extracto derivatizado al que se ha agregado el estándar en una concentración análoga a la observada en la inyección original. Si el cromatograma obtenido muestra un incremento proporcional de la señal, se procede a analizar nuevamente el extracto utilizando la columna de confirmación u otra de diferente polaridad.

8 Expresión de resultados

8.1 El método de cuantificación está basado en el del estándar externo para lo cual se construye una curva de calibración con los valores de las áreas, o alturas o cuentas cromatográficas obtenidos para los estándares contra sus concentraciones. Si la razón entre áreas, alturas o cuentas y la concentración es constante (< 10%) se puede asumir linealidad a partir del origen, tomando como valor el promedio y proyectando dicho valor en los cálculos en lugar de usar la curva de calibración.

$$\text{ng/ml} = \frac{A \times B \times C \times D}{E \times F \times G}$$

en que:

A = ng de analito estándar inyectado;

B = área, o altura o cuentas, de la señal;

C = volumen del extracto, μl ;

D = factor de dilución, si lo hay;

E = área, o altura o cuentas, de la señal del estándar;

F = volumen del extracto inyectado, μl ; y

G = volumen de la muestra extraída, ml.

8.2 Informar el valor obtenido de la siguiente forma:

- a) N.D. (no detectado): si no hay señal atribuible al analito.
- b) <n: donde n es el valor de la menor concentración de estándar usada en la confección de la curva de calibración.
- c) Valor calculado de acuerdo a lo expresado en 8.1. Este valor no debe ser mayor al doble del máximo establecido por la normativa vigente, en cuyo caso se debe expresar >m, donde m es el doble del requisito de la norma.

9 Interferencias

Las principales interferencias que el método puede presentar están relacionadas con la sensibilidad del detector de captura electrónica (ECD) frente a la presencia de plastificantes de ftalatos utilizados en material plástico. Debe evitarse todo contacto de muestras, solventes y material de vidrio con PVC o polietileno de baja densidad. La presencia de estos plastificantes se manifiesta por la aparición de señales muy anchas que suelen aparecer en inyecciones posteriores y que reducen progresivamente la sensibilidad del detector, requiriendo limpiezas de alto costo.

10 Informe

10.1 El informe de análisis debe contener la información siguiente:

- a) identificación precisa de la muestra, incluyendo lugar, día y hora de muestreo y fecha de análisis;
- b) los resultados obtenidos según se indica en el capítulo 8, en especial en 8.2 de esta norma;
- c) la referencia a esta norma;
- d) cualquier desviación del procedimiento especificado en esta norma, o cualquiera otra circunstancia que pueda afectar los resultados.

11 Bibliografía

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 19th Edition, 1995.

AOAC Official Methods of Analysis, 16th Edition 1995-1996.

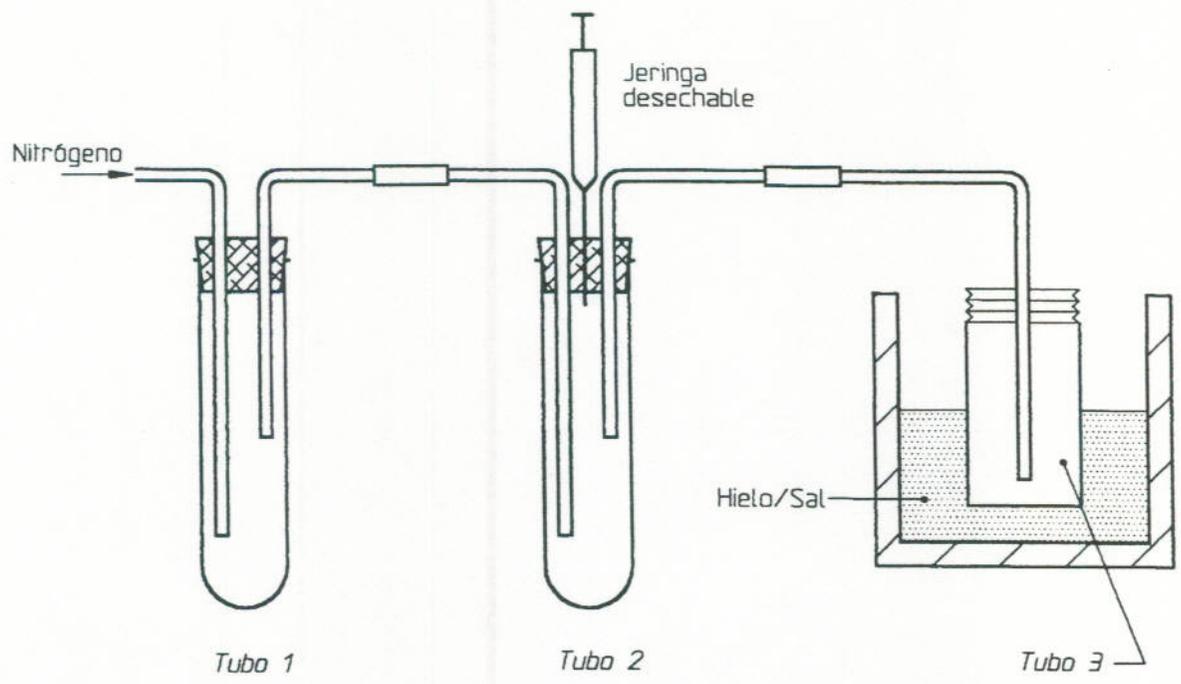


Figura 1 - Sistema generador de diazometano