

**Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay**

<b>Versión</b> 2	<b>Elaborado por</b> M <sup>a</sup> Angela Munné	<b>Revisado por</b> Juan Pablo Peregalli	<b>Aprobado por</b> Silvia Aguinaga
<b>Cargo</b>	Química farmacéutica	Jefe de DEA	Director de DCDA
<b>Firma</b>			
<b>Fecha</b>	27/05/2011	13/06/2011	

## TABLA DE CONTENIDOS

1. OBJETIVO .....	3
2. ALCANCE .....	3
3. RESPONSABILIDADES .....	3
4. DOCUMENTOS ASOCIADOS .....	3
5. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.....	4
6. INSTRUMENTAL Y MATERIALES.....	4
7 PROCEDIMIENTO.....	4
7.1 Cadena de custodia .....	4
7.2 Lavado y acondicionamiento de recipientes para la extracción de las muestras .....	7
7.3 Tipos de muestras y puntos de muestreo .....	7
7.4 Mediciones de campo .....	8
7.5 Toma de Muestras.....	8
7.6 Composición de la muestra .....	10
7.7 Acondicionamiento de las muestras.....	11
7.8 Transporte de las muestras .....	14
ANEXO 1 Documentos asociados vigentes.....	15
ANEXO 2 Lista de instrumentos y materiales .....	16
ANEXO 3 Formulario para el registro de ingreso de muestra con cadena de custodia .....	19
ANEXO 4 Formulario para el registro de datos resultantes de inspección.....	20
ANEXO 5 Procedimiento del Laboratorio Ambiental de DINAMA de limpieza y acondicionamiento de recipientes previo a su uso.....	22
ANEXO 6 Formato de carta para enviar muestras del efluente final al exterior.....	30
ANEXO 7 Formato del Formulario/Acta del Comité Científico .....	31

## 1. OBJETIVO

Este procedimiento define una metodología de muestreo, por parte de DINAMA, del efluente vertido al río Uruguay por la empresa UPM S.A. en el marco del monitoreo conjunto con el Comité Científico de la Comisión Administradora del Río Uruguay (de ahora en más CARU) y una metodología de monitoreo de las piletas de pluviales existentes en el predio de la planta.

## 2. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable al muestreo del efluente final vertido por UPM S.A. en condiciones hidráulicas de régimen en lo que refiere a la composición de la muestra y al monitoreo de las piletas de pluviales existentes en el predio de la planta. Incluye la cadena de custodia, preparación de los recipientes, las mediciones de campo, toma de muestras, composición de las muestras, la preservación y acondicionamiento de las muestras desde su toma hasta su ingreso al Departamento Laboratorio Ambiental para las muestras correspondientes a DINAMA y hasta su entrega al comité científico de CARU para las muestras correspondientes a CARU.

## 3. RESPONSABILIDADES

Es responsabilidad del personal del Laboratorio Ambiental de DINAMA el cumplimiento del procedimiento en lo respectivo a la preparación de los recipientes previo a su entrega al personal de la División Control y Desempeño Ambiental (de ahora en más DCDA) que realiza el muestreo y en lo respectivo a la recepción de las muestras. .

Es responsabilidad de los técnicos de la DCDA que realicen el muestreo, el cumplimiento de este procedimiento desde la recepción de los recipientes hasta su entrega al Departamento Laboratorio Ambiental para las muestras correspondientes a DINAMA y hasta su entrega al comité científico de CARU para las muestras correspondientes a CARU.

El comité científico de CARU podrá acompañar en todo momento a los técnicos de DINAMA en el desarrollo de las actividades planteadas en este procedimiento, verificando que las mismas se ajustan a lo planteado. Asimismo, es responsabilidad del comité científico de CARU el mantenimiento de las condiciones adecuadas de conservación de las muestras desde su entrega por parte de DINAMA hasta la llegada al laboratorio de análisis que CARU defina.

## 4. DOCUMENTOS ASOCIADOS

- 1) Compendio de Metodologías Analíticas de Referencia y Preservación de Parámetros Ambientales. Departamento Laboratorio Ambiental, versión vigente (de ahora en más documento de Metodologías Analíticas de Referencia) En el Anexo 1 se detalla la versión vigente.
- 2) Manual del equipo de campo de CARU utilizado para medición de pH,

conductividad y temperatura. En el Anexo 1 se detalla el equipo utilizado actualmente.

- 3) Formulario para el registro de ingreso de muestra con cadena de custodia. Se adjunta formato en el Anexo 3.
- 4) Formulario Fo 001: Formulario para el registro de datos resultantes de inspección. Se adjunta formato en el Anexo 4.
- 5) Procedimiento del Laboratorio Ambiental de DINAMA de limpieza y acondicionamiento de recipientes previo a su uso. Se adjunta en el Anexo 5.
- 6) Formato de carta para enviar muestras del efluente final al exterior. Se adjunta formato en el Anexo 6.
- 7) Formulario/Acta del Comité Científico. Se adjunta formato en el Anexo 7

## **5. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD**

Usar lentes y guantes de seguridad apropiados. Al realizar la toma de muestra y la preservación de las mismas, utilizar mascarillas apropiadas. Respetar las normas de seguridad de la empresa.

## **6. INSTRUMENTAL Y MATERIALES**

En el anexo 2 se adjunta una lista con los materiales e instrumentos necesarios.

## **7 PROCEDIMIENTO**

### **7.1 Cadena de custodia**

La cadena de custodia asegura que los recipientes proporcionados por el Laboratorio Ambiental de DINAMA para las muestras a ser tomadas en UPM S.A. no sufran alteraciones no deseadas, desde que el laboratorio prepara y entrega los recipientes debidamente acondicionados, hasta que son entregados con las muestras al Departamento Laboratorio Ambiental y hasta su entrega al comité científico de CARU para las muestras correspondientes a CARU.

En todo momento en que los recipientes, con o sin muestra, permanezcan sin custodia por personal de DINAMA, asegurar el mantenimiento de la cadena de custodia para lo cual se cuenta con conservadoras con dispositivo para candado o bolsas con precintos numerado. Al momento de manipular los recipientes, verificar cierre del candado y/o que el precinto corresponde con el que se había colocado originalmente.

El cumplimiento de la cadena de custodia se testifica completando los siguientes formularios:

- Formulario de registro de ingreso de muestra con cadena de custodia que se adjunta en el Anexo 3
- Formulario para el registro de datos resultantes de inspección (de ahora en más Formulario Fo 001) que se adjunta en el Anexo 4
- Formulario/Acta del Comité científico que se adjunta en el Anexo 7.

<b>Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay</b>	
---	--

Formulario de registro de ingreso de muestra con cadena de custodia

Es entregado por personal de laboratorio cuando se retiran los recipientes para muestreo; se entrega uno para la muestra simple, uno para la compuesta y 6 para las piletas de pluviales. Completar los cuadros del formulario de acuerdo a la responsabilidad y localización de cada etapa como se detalla en la tabla 1.

<b>Tabla 1: Formulario para el registro de ingreso de muestra con cadena de custodia</b>		
<b>Cuadro</b>	<b>Responsable</b>	<b>Localización</b>
Preparación y acondicionamiento de recipientes para la extracción de muestras	Laboratorio Ambiental de DINAMA	Laboratorio Ambiental de DINAMA
Retiro de conservadoras/bolsas	DCDA	Laboratorio Ambiental de DINAMA
Verificación de los recipientes por el solicitante	DCDA	Laboratorio Ambiental de DINAMA y/o en campo
Datos generales	DCDA	En campo
Parámetros solicitados	DCDA	En campo
Traslado	DCDA	En campo
Temperatura de la muestra	Laboratorio Ambiental de DINAMA	Laboratorio Ambiental de DINAMA

En el cuadro “Parámetros solicitados”, indicar según el tipo de muestra, los parámetros que se indican en la tabla 2.

<b>Tabla 2: Parámetros a solicitar según el tipo de muestra</b>		
<b>Muestra simple efluente final</b>	<b>Muestra compuesta efluente final</b>	<b>Muestras simples Piletas de Pluviales (en caso de tomar muestras de las mismas)</b>
Colif. Termotolerantes (Coliformes fecales)	DQO	Hidrocarburos *
Sulfuro	DBO5	Sólidos Sedimentables en 2 horas*
Hidrocarburos *	Sol. Susp (Sólidos suspendidos)	Arsénico
Sólidos Sedimentables en 2 horas*	Sol.Totales (Sólidos totales)	Cadmio
	Arsénico	Cobre
	Mercurio	Cromo
	Cadmio	Niquel
	Cobre	Plomo
	Cromo	Cinc
	Niquel	Grasas (Grasas y aceites)
	Plomo	
	Cinc	
	Aluminio	
	Hierro*	
	Sodio*	
	AOX	
	Fenoles	
	Nitrato	
	Nitrito	

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay	
--	--

	Amonio	
	Nitrógeno T (Nitrógeno total)	
	Nitrógeno TK (Nitrógeno total Kjeldahl)	
	Fósforo Total	
	Color	
	Grasas (Grasas y aceites)	
	Cloratos*	
	Microtox (Toxicidad aguda (Microtox) IC <sub>50</sub> 15 min)	
	Daphnia magna* (Toxicidad aguda ( <i>Daphnia magna</i> ) LC <sub>50</sub> 48 hs.)	
	Conductividad	
	Dioxinas y Furanos (semestralmente)	

**Notas de la tabla 2:**

\* Los siguientes parámetros se deben indicar en el espacio designado como "Otros" ya que no están predeterminados en la planilla: hidrocarburos, sólidos sedimentables en 2 horas, hierro, sodio, cloratos y *Daphnia magna* (toxicidad aguda).

De ahora en más se utilizarán las siguientes nomenclaturas para los grupos de parámetros correspondientes:

- Materia orgánica corresponde a DQO y DBO5
- Sólidos corresponde a sólidos suspendidos y sólidos totales
- Metales corresponde a arsénico, mercurio, cadmio, cobre, cromo, níquel, plomo, cinc, aluminio, hierro y sodio
- Compuestos nitrogenados corresponde a nitrato, nitrito, amonio, nitrógeno total y nitrógeno total Kjeldahl
- Ecotoxicidad corresponde a toxicidad aguda (Microtox) IC<sub>50</sub> 15 min y toxicidad aguda (*Daphnia magna*) LC<sub>50</sub> 48 hs.

Formulario Fo 001

Para la cadena de custodia, completar las columnas correspondientes a los precintos numerados utilizados y a la verificación de los mismos.

Formulario/Acta del Comité Científico

Este formulario es completado por el comité científico. Para la cadena de custodia corresponde completar las columnas correspondientes a los precintos numerados utilizados.

Al finalizar el trabajo de campo, entregar copia al comité científico de la CARU del registro de ingreso de muestra con cadena de custodia de la muestra simple y de la muestra compuesta y de las muestras de pluviales que se hubieran extraído completados hasta el cuadro "Datos generales" incluido y copia del Formulario Fo 001. Asimismo, recibir copia del formulario/Acta del Comité Científico completado por el comité científico.

## 7.2 Lavado y acondicionamiento de recipientes para la extracción de las muestras

Los recipientes son lavados y acondicionados por personal del Laboratorio Ambiental de DINAMA de acuerdo al Procedimiento interno que se adjunta en el Anexo 5.

## 7.3 Tipos de muestras y puntos de muestreo

### Muestra del efluente final

Se recolectan dos tipos de muestras según los parámetros a determinar: muestra simple y muestra compuesta del efluente final. La toma de muestra se realiza a la altura del Parshall que se encuentra a la salida de la planta de tratamiento de efluentes, previo al vertido del efluente al río Uruguay. Las coordenadas geográficas son aproximadamente las siguientes:

WGS 84:

Latitud: S33°06'40.57600"

Longitud: O58°15'40.91123"

ROU USAM

X:270274.9 m

Y:6334445.6 m

Para la muestra compuesta, extraer cuatro alícuotas manuales del efluente, espaciadas una hora entre si y luego componer las muestras horarias de acuerdo al caudal del efluente vertido en el momento de los muestreos.

Para los parámetros que se realizan de muestra simple del efluente final, recolectar una muestra puntual del efluente final vertido al momento de realizar la toma de la cuarta alícuota del muestreo compuesto.

### Monitoreo de las piletas de pluviales

Se realizará inspección ocular de las piletas de pluviales y en caso de detectar anomalías se tomarán muestras puntuales y se medirán pH y conductividad in situ.

Las piletas de pluviales poseen la siguiente identificación:

Nº 1 en estación de bombeo (151A6999)

Nº 2 en subestación (075A6999)

Nº 3 en patio de madera (110A6999)

Nº 4 en planta de tratamiento de efluentes (155A6999)

Nº 5 en puerto (076A6999)

Nº 6 en Relleno Industrial

## 7.4 Mediciones de campo

Todas las calibraciones y mediciones de campo las efectuará personal de DINAMA.

Para las mediciones de pH, conductividad y temperatura se utilizará la sonda multi-paramétrica proporcionada por la CARU.

El personal de DINAMA completará los datos en el Formulario Fo 001 y el Comité científico completará los datos en el Formulario/Acta del Comité Científico.

1. Previo a la medición de los parámetros, calibrar las sondas de pH y conductividad siguiendo las indicaciones del manual correspondiente. Luego de la calibración, verificar el pH del buffer de 7,00; en caso que la medida se aparte más de  $\pm 0.25$  unidades de pH, volver a calibrar.
2. En el canal Parshall registrar la hora en que se efectúan las mediciones y los valores de pH, conductividad y turbidez medidos por los instrumentos en línea de UPM.
3. Sumergir cuidadosamente la sonda multiparamétrica con la carcasa de protección en el efluente a la altura del canal Parshall y realizar las mediciones de pH, conductividad compensada a 25°C y temperatura in situ.
4. Corroborar la calibración de la sonda de pH con el estándar de 7,00. Si dicha medida se aparta más de  $\pm 0.25$  unidades de pH, repetir todo el procedimiento.
5. Corroborar la calibración de la sonda de conductividad con el estándar de conductividad utilizado. Si dicha medida se aparta más de 8%, repetir todo el procedimiento.

Solicitar a la empresa que proporcione los datos de pH, conductividad, temperatura en el Parshall y temperatura del efluente vertido, que se corresponden con los enviados on line, del periodo en que se tomaron muestras de efluente final vertido en el Parshall.

## 7.5 Toma de Muestras

### Toma de muestras del efluente final

Registrar la hora a la que se efectúan las tomas de las muestras horarias del efluente vertido. Solicitar a UPM que proporcione los datos de caudal vertido al río a dichas horas para poder componer la muestra.

Enjuagar el recipiente muestreador 3 veces con efluente. Tomar la muestra horaria con el recipiente muestreador y llenar los recipientes correspondientes según los parámetros a analizar de acuerdo a lo indicado en la tabla 4:

<b>TABLA 4: Tipos de frascos para las muestras del efluente final e indicaciones para su llenado</b>				
<b>Tipo de muestra</b>	<b>Parámetros</b>	<b>Recipiente</b>	<b>Enjuague con efluente</b>	<b>Llenado</b>

**Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay**

<b>Compuesta</b>	Fósforo total y color	1 de vidrio transparente boca ancha, de 800 mL de capacidad identificado con la letra "P"	1	Dejar cámara de aire pero llenar más de $\frac{3}{4}$ del volumen total
	Materia orgánica, compuestos nitrogenados, metales, sólidos, ecotoxicidad, aceites y grasas, cloratos, contramuestra	1 de plástico, de 5 L de capacidad	1	Sin cámara de aire, eliminando las burbujas que puede contener <sup>(1)</sup>
	Fenoles y AOX Dioxinas y furanos <sup>(2)</sup>	1 de vidrio, de 2.5 L color ámbar, contratapa de teflón o aluminio, identificado "fenoles y AOX"	NO	Dejar cámara de aire pero llenar más de $\frac{3}{4}$ del volumen total
<b>Simple</b> <sup>(5)</sup> (se toma la muestra al momento de realizar la cuarta toma del muestreo del día)	Coliformes termotolerantes <sup>(3)</sup>	1 recipiente de plástico de 500 mL, identificados con un papel azul en la tapa del recipiente	NO	Dejar cámara de aire
	Sulfuros <sup>(4)</sup>	2 recipientes de plástico de 250 mL	1	Llenarlo sin desbordar ya que posee preservante de volumen conocido
	Hidrocarburos y Sólidos sedimentables en dos horas	1 de plástico, de 5 L de capacidad	1	Llenar mínimo con 4 L de efluente

**Notas de la tabla 4:**

<sup>(1)</sup> Llenar el envase para materia orgánica sin dejar cámara de aire, evitando en lo posible la acumulación de aire en su interior; si fuera necesario se debe golpear suavemente las paredes del recipiente para eliminar burbujas que puedan quedar contenidas en él.

<sup>(2)</sup> El muestreo de dioxinas y furanos se realiza semestralmente.

<sup>(3)</sup> Se tomará muestra para análisis de coliformes termotolerantes únicamente para DINAMA ya que la CARU no enviará a analizar dicho parámetro por el momento.

<sup>(4)</sup> Luego del enjuague, previo al llenado con muestra, volcar en el recipiente el contenido completo (125 ml) de un frasco que contiene buffer preparado por el Laboratorio Ambiental de DINAMA para ese fin. (Buffer: para 1 L de agua desaireada: 80 g de NaOH, 35 g de ácido ascórbico y 67 g de EDTA).

<sup>(5)</sup> Para asegurar la repetibilidad de la muestra simple y considerando las características de los análisis, realizar el muestro simple de la siguiente manera:

- Sólidos sedimentables e hidrocarburos: tomar un mínimo de 4L de muestra simple y verter en un recipiente de plástico capacidad 5 litros. Posteriormente, en el laboratorio de UPM, realizar la repartición de la muestra en los recipientes correspondientes.
- Sulfuros, enjuagar los recipientes, colocar el buffer correspondiente y repartir el efluente tomado de una única muestra en los dos recipientes correspondientes.

Cada vez que se realiza una toma horaria, llevar las muestras al laboratorio de UPM. En todos los casos el transporte al laboratorio se debe hacer en conservadorean plásticas refrigeradas. Identificar las muestras con el número de toma al que corresponda (1, 2, 3 o

4), colocarlas en bolsas plásticas y precintado cada bolsa registrando los números de precintos utilizados en el Formulario Fo 001. Colocar las bolsas precintadas en la cámara frigorífica del laboratorio de UPM. La muestra n° 4, al ser la última en tomarse, no siempre precisa ser guardada en la cámara frigorífica del laboratorio de UPM, ni ser precintada ya que la composición se realiza inmediatamente de su toma.

#### Toma de muestras de las piletas de pluviales

En caso de encontrar anomalías en alguna pileta de pluviales, se realizan las mediciones in situ de pH y conductividad y se realiza toma de muestra puntual llenando un recipiente de plástico de capacidad mínimo 8 L lavado con detergente y enjuagado con HNO<sub>3</sub>. Posteriormente, en el laboratorio de UPM, realizar la repartición de la muestra en los recipientes correspondientes.

### **7.6 Composición de la muestra**

Una vez obtenidas las cuatro muestras horarias del efluente final, realizar los cálculos para determinar qué volumen tomar de cada alícuota. Se pueden realizar los cálculos de dos maneras considerando la capacidad de los recipientes para realizar la composición que se detallan en la tabla 5 y los volúmenes finales mínimos requeridos que se detallan a continuación:

- 16,5 litros para realizar los ensayos de materia orgánica, compuestos nitrogenados, metales, sólidos, ecotoxicidad, aceites y grasas y clorato.
- 1,8 litros para realizar los ensayos de fósforo y color.
- 4 litros para determinar AOX y fenoles
- 2,5 litros para dioxinas y furanos (semestralmente)

#### Opción 1:

Realizar los cálculos en función de los volúmenes mínimos finales requeridos  
Para obtener **X** litros:

$$\text{volumen } i = (\text{caudal } i * X) / \text{caudal tot}$$

Siendo:

**X:** volumen final requerido

**i:** 1, 2, 3 o 4 según la alícuota que corresponda.

**volumen i:** volumen a tomar de la toma i.

**caudal i:** caudal vertido al momento de realizar la toma i.

**caudal tot:** suma de todos los caudales vertidos al momento de realizadas las alícuotas

#### Opción 2:

Realizar los cálculos considerando que se utilizará el volumen total de la alícuota que se corresponde con el mayor caudal vertido en las cuatro tomas horarias.

$$\text{volumen } i = \text{caudal } i * \text{volumen total alícuota } Q / \text{caudal mayor } Q$$

Siendo:

**i:** 1, 2, 3 o 4 según la alícuota que corresponda.

**volumen i:** volumen a tomar de la toma i.

**caudal i:** caudal vertido al momento de realizar la toma i.

volumen total alícuota Q: volumen total de la alícuota que se corresponde con el mayor caudal vertido en las cuatro tomas horarias

caudal mayor Q: mayor caudal medido en las cuatro tomas horarias

Registrar los volúmenes a tomar en el Formulario Fo 001. Para realizar la composición se considera que el efluente tiene una densidad de 1 g/ml y las medidas de volumen pertinente se hacen por gravimetría, en balanza del laboratorio de UPM.

Homogeneizar las alícuotas antes de proceder a la composición, invirtiendo cuidadosamente, cada uno de los recipientes, al menos tres veces. Realizar las composiciones en los frascos correspondientes que se indican en la siguiente tabla:

<b>TABLA 5: Recipientes para las composiciones según los parámetros</b>	
<b>Parámetros</b>	<b>Recipientes para componer</b>
Materia orgánica, compuestos nitrogenados, metales, sólidos, ecotoxicidad, aceites y grasas, cloratos y contramuestra	bidón de plástico de 20 litros de capacidad con canilla
Fósforo y color	recipiente de vidrio de 2 L
AOX y fenoles*	recipiente de vidrio color ámbar de 5 L
Dioxinas y furanos*	recipiente de vidrio color ámbar de 5 L

**Nota de la tabla 5:**

\* La toma de las alícuotas horarias para la determinación de AOX, fenoles y dioxinas y furanos se realiza en un mismo recipiente pero dado los volúmenes necesarios finales y el material de vidrio a manipular, la composición se realiza por separado.

**7.7 Acondicionamiento de las muestras**

Muestra simple del efluente final:

Homogeneizar la muestra contenida en el recipiente de 5 L y llenar los recipientes correspondientes a sólidos sedimentables en 2 horas e hidrocarburos.

Muestra compuesta del efluente final:

Luego de realizadas las composiciones, homogeneizar cada una de las muestras resultantes de las composiciones previo a llenar los recipientes correspondientes a los análisis que se realicen en dicho muestreo.

Para el acondicionamiento de las muestras se presenta a continuación un resumen del documento Metodologías Analíticas de Referencia adecuado a las condiciones particulares.

<b>TABLA 6: Acondicionamiento de las muestras del efluente final</b>			
<b>Parámetros</b>	<b>Recipientes utilizados</b>	<b>Medidas a tomar al llenar los recipientes y preservación de las muestras</b>	<b>Tiempo máximo de almacenamiento recomendado considerando las preservaciones indicadas</b>
Bioensayo de toxicidad por Microtox	120 ml plástico	No dejar cámara de aire.	72 horas

**Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay**

Nitrato+Nitrito	1L plástico	Llenar. Agregar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> concentrado 2mL/L de muestra (pH < 2).	28 días
Amonio			7 días
DQO			7 días
Nitrógeno total			1 mes
Nitrógeno total Kjeldhal			1 mes
Nitrito	2 recipientes de 1L plástico	No dejar cámara de aire. Llenar el recipiente evitando aireación de la muestra.	48 horas
Sólidos suspendidos			7 días
Sólidos totales			7 días
DBO5*			24 horas
Conductividad			7 días
Cloratos	250mL plástico	Llenar. Agregar 1ml NaOH 0.2 M/ cada 100mL de muestra (pH >8)	28 días
Grasas y Aceites	750 ml vidrio	Llenar mínimo 500 mL. Agregar HCl concentrado diluido a la mitad (1+1) 2mL por recipiente (pH <2)	28 días
Metales (excepto mercurio)	500mL plástico, enjuagado con HNO <sub>3</sub> o bolsa de 300 mL	Dejar cámara de aire mínimo 20 mL si se utiliza bolsa. Agregar HNO <sub>3</sub> cc., 2mL/L de muestra (pH<2)	6 meses
Mercurio	250mL plástico, sin previo uso, enjuagado con HNO <sub>3</sub> o bolsa de 300 ml	Dejar cámara de aire mínimo 20 mL si se utiliza bolsa. Agregar 3ml de una solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> 0.5% p/v preparada en HNO <sub>3</sub> concentrado diluido a la mitad (1+1) (pH <1)	28 días
Bioensayo de toxicidad con <i>Daphnia sp</i> ( <i>Daphnia magna</i> )	2 recipientes de 1L plástico	Llenar	5 días
Contramuestra	1L plástico	Llenar	
Fósforo total	750 mL vidrio	Llenar. Agregar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc. 2mL por recipiente (pH<2)	28 días
Color*	250 ml vidrio ámbar	Llenar con la muestra compuesta en el recipiente de fósforo y color	24 horas
Fenoles	1L vidrio ámbar enjuagado con hexano; contratapa de teflón o papel aluminio, con preservante (8 mg de tiosulfato por litro)	No enjuagar el recipiente con la muestra. Dejar cámara de aire. Agregar H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> concentrado 1mL/L de muestra (pH<4)	3 semanas
AOX	500 mL vidrio ámbar enjuagado con hexano y acetona; contratapa de teflón o papel aluminio	Llenar. Agregar HNO <sub>3</sub> concentrado 1mL/500 mL de muestra (pH<2)	21 días

<b>Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay</b>	
---	--

Dioxinas y furanos	1L vidrio ambar enjuagado con hexano y acetona; contratapa de teflón o papel aluminio	Llenar	1 mes
Coliformes termotolerantes*	500 mL plástico autoclavable	Dejar cámara de aire. Mantener el recipiente tapado hasta el momento del uso. No apoyar la tapa en ningún lugar que se pueda contaminar	8 horas
Sulfuros	250 mL plástico	Previo al llenado del recipiente, agregar el contenido completo del recipiente conteniendo el buffer correspondiente	7 días
Hidrocarburos	750 mL vidrio	Llenar mínimo 500 mL. Agregar HCl concentrado diluido a la mitad. (1+ 1). 2mL por recipiente. (pH <2)	28 días
Sólidos sedimentables*	1 L plástico	Llenar	24 horas

**Notas de la tabla 6:**

\* Para los ensayos de coliformes termotolerantes, color y sólidos sedimentables no se harán muestras por duplicado dado que la CARU no enviará a analizar dichos parámetros por el momento. El parámetro DBO5 tampoco lo enviará a analizar pero dado que se realiza de un recipiente de donde se realizarán otras determinaciones, la precaución a tener es no escribir dicho parámetro en la etiqueta del recipiente.

Muestras de las piletas de pluviales:

Homogeneizar las muestras contenidas en el recipiente de 8 L y llenar los recipientes correspondientes.

Para el acondicionamiento de las muestras se presenta a continuación un resumen del documento Metodologías Analíticas de Referencia adecuado a las condiciones particulares.

**TABLA 7: Acondicionamiento de las muestras de las piletas de pluviales**

Parámetros	Recipientes utilizados	Medidas a tomar al llenar los recipientes y preservación de las muestras	Tiempo máximo de almacenamiento recomendado considerando las preservaciones indicadas
Hidrocarburos	750 mL vidrio	Agregar HCl concentrado diluido a la mitad. (1+ 1). 2mL por recipiente. (pH <2)	28 días
Grasas y Aceites	750 ml vidrio	Agregar HCl concentrado diluido a la mitad (1+1) 2mL por recipiente. (pH <2)	28 días
Sólidos sedimentables*	1 L plástico	Llenar	24 horas

<b>Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay</b>	
---	--

Metales (excepto mercurio)	1 L plástico, enjuagado con HNO <sub>3</sub>	Dejar cámara de aire mínimo 20 mL. Agregar HNO <sub>3</sub> cc. 2mL/L de muestra (pH<2)	6 meses
----------------------------	--	---	---------

\* Para el ensayo de sólidos sedimentables no se harán muestras por duplicado dado que la CARU no enviará a analizar dicho parámetro por el momento.

Para todas las muestras:

Identificar las etiquetas que posee cada recipiente de muestra con los siguientes datos:

- nombre de la empresa,
- fecha del muestreo
- punto de muestreo
- parámetro/s a analizar
- Los recipientes de plástico son de polietileno o equivalente.
- Tener la precaución de que los agregados de los preservantes, deben ser las cantidades mínimas necesarias, con el fin de diluir lo menos posible las muestras. Utilizar los guantes de nitrilo y las máscaras correspondientes para la manipulación de ácidos y bases.
- Se debe verificar el pH de las muestras con tiras de papel pH una vez realizadas las preservaciones, utilizando pipetas limpias para tomar las muestras de los recipientes.
- Los ácidos, bases y soluciones de preservación para los distintos parámetros, son provistas por el Departamento Laboratorio Ambiental, así como los insumos necesarios para tal manipulación.

Todas las muestras se deben refrigerar a 4°C, por lo que una vez llenos todos los recipientes, se colocan dentro de las conservadoras correspondientes. Colocar hielo suficiente para que todas las muestras queden en contacto con él, de manera de asegurar la cadena de frío hasta que las reciban los laboratorios correspondientes. Para las muestras correspondientes a CARU previamente a colocarlas en las conservadoras con hielo, guardar cada recipiente en una bolsa transparente y precintarla individualmente.

**7.8 Transporte de las muestras**

Enviar las muestras correspondientes a DINAMA a los siguientes laboratorios según los parámetros a analizar:

- coliformes fecales y color al Laboratorio Regional Ambiental de OSE en Fray Bentos, quien emite un remito de recepción de las mismas.
- las demás muestras al Laboratorio Ambiental de DINAMA.

Transportar las conservadoras cerradas con candado en vehículo con un técnico que la deja en el laboratorio al final de la jornada de muestreo junto con los formularios de la cadena de custodia. De ser necesario, las conservadoras pueden ser transportadas mediante encomienda, por transporte privado. En este último caso, un técnico designado debe recoger el envío en el transportista contratado, y llevarlo al laboratorio de DINAMA, conjuntamente con los formularios de la cadena de custodia.

En caso que la muestra deba ser enviada al exterior, actualmente siempre que se realice análisis de AOX, cloratos y dioxinas y furanos, dejar en el Laboratorio de DINAMA, al momento de entregar las muestras, una carta cuyo formato se adjunta como ANEXO 6. Entregar las muestras correspondientes a la CARU, al comité científico en el Laboratorio de UPM.

#### **ANEXO 1 Documentos asociados vigentes**

- 1) -Hanna Instruments Medidor Multiparamétrico HI 9828
- 2) Compendio de Metodologías Analíticas de Referencia y Preservación de Parámetros Ambientales. Departamento Laboratorio Ambiental, versión 1 julio 2010. Disponible en el siguiente link:  
[http://www.dinama.gub.uy/index.php?option=com\\_docman&task=cat\\_view&gid=88&Itemid=367](http://www.dinama.gub.uy/index.php?option=com_docman&task=cat_view&gid=88&Itemid=367)

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay

## ANEXO 2 Lista de instrumentos y materiales

Instrumentos y materiales	Observación
<b>Para seguridad</b>	
Guantes de nitrilo	
Lentes de protección para preservación de las muestras	
2 mascarillas de carbón activado de media cara	
<b>Para cadena de custodia</b>	
8 formularios de cadena de custodia (1 para muestra simple y 1 para muestra compuesta y 6 para las piletas de pluviales)	
Formulario Fo 001	
Formulario/Acta del Comité Científico	
Precintos numerados (mínimo 90)	
Bolsas plásticas grandes negras (mínimo 16)	
Bolsas plásticas transparentes medianas (mínimo 60)	
Bolsas plásticas transparentes chicas (mínimo 30)	
Conservadoras con dispositivo para candado (mínimo 3)	
llaves de candados	
Llaves del Laboratorio de DINAMA	
Dinero para comprar hielo	
<b>Para medidas de campo</b>	Se utiliza la sonda multiparamétrica proporcionada por la CARU
Piseta con agua destilada.	
Papel absorbente.	
<b>Para tomas horarias para muestra compuesta de efluente final</b>	
1 recipiente para muestreo de acero inoxidable cap. 1 L	
4 recipientes de vidrio transparente boca ancha de 800 mL para color y fósforo	
4 recipientes de vidrio capacidad 2.5 L color ámbar para AOX, fenoles y dioxinas y furanos, contratapa de teflón o papel aluminio	
4 recipientes de 5 L de plástico boca ancha con manija	
<b>Para toma de muestra simple de efluente final</b>	
2 recipientes de plástico para sulfuro capacidad 250 mL boca ancha	
2 recipientes con 125 ml de buffer cada uno para muestra de sulfuro (buffer: para 1 L de agua desaireada: 80 g de NaOH, 35 g de ácido ascórbico y 67 g de EDTA).	
1 recipiente de plástico boca ancha autoclavado capacidad 500 mL para coliformes termotolerantes	

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay	
--	--

1 recipiente de plástico de 5 L con manija	
<b>Para toma de muestra simple de piletas de pluviales (para cada pileta de pluvial)</b>	
1 recipiente de plástico enjuagado con HNO <sub>3</sub> de capacidad mínima 8L	
<b>Para composición de la muestra de efluente final</b>	
calculadora	
1 recipiente de plástico de 20 L con canilla	
1 botellón de 5 L color ámbar para AOX y fenoles y para dioxinas y furanos	Se utilizará el mismo recipiente para la composición de AOX y fenoles por un lado y dioxinas y furanos por otro
1 recipiente de vidrio transparente cap. 2L para fósforo y color	
1 embudo de plástico	
1 embudo de vidrio para composición de fósforo	
1 embudo de vidrio para composición de AOX y fenoles y dioxinas y furanos	
<b>Para repartición de la muestra compuesta de efluente final</b>	
12 frascos de 1L de plástico para: nitrato+nitrito, amonio, DQO, NT, NTK, nitrito, sólidos suspendidos, sólidos totales, DBO5, conductividad, Daphnia magna y contramuestra	
2 frascos de plástico de 500 mL enjuagados con HNO <sub>3</sub> para metales excepto mercurio	
2 frascos de plástico de 250 mL, sin previo uso, enjuagados con HNO <sub>3</sub> para mercurio	
2 frascos plástico para toxicidad boca ancha 120 mL	
2 frascos plástico 250 mL para clorato	
2 frascos de vidrio capacidad 800 mL para grasas y aceites	
2 frascos de vidrio capacidad 800 mL para fósforo	
2 frascos vidrio ámbar capacidad 250 mL para color	
2 frascos vidrio 1L color ámbar con preservante, contratapa de teflón o papel aluminio para fenoles	
2 frascos vidrio 500 mL color ámbar contratapa de teflón o papel aluminio para AOX	
2 frascos vidrio 1L color ámbar contratapa de teflón o papel aluminio para dioxinas y furanos (semestralmente)	
<b>Para repartición de la muestra simple de efluente final</b>	
2 frascos de vidrio capacidad 800 mL para hidrocarburos	
1 frascos de plástico 1L para sólidos Sedimentables en 2 hs	
<b>Para repartición de la muestra simple de piletas de pluviales (para cada pileta de pluvial)</b>	
2 frascos de vidrio capacidad 800 mL para hidrocarburos	
2 frascos de vidrio capacidad 800 mL para grasas y aceites	
2 frascos de plástico de 1L de capacidad para metales excepto mercurio	

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay	
--	--

1 frasco de plástico 1L para sólidos Sedimentables en 2 hs	
<b>Para preservación de las muestras en laboratorio de la empresa</b>	
Caja de tiras de papel pH en una bolsa hermética	
HCl concentrado diluído a la mitad (HCl 1+1)	
HNO <sub>3</sub> concentrado	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> concentrado	
NaOH 0.2M	
Solución de K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> 0.5% p/v preparada en HNO <sub>3</sub> concentrado diluído a la mitad	
Pipetas para agregado de preservantes	
Pipetas para verificación de pH	
Compendio de Metodologías Analíticas de Referencia y Preservación de Parámetros Ambientales. Departamento Laboratorio Ambiental	
<b>Otros</b>	
Carta para envío de muestras al exterior	
Cámara de fotos	

**Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay**

### ANEXO 3 Formulario para el registro de ingreso de muestra con cadena de custodia



DIRECCIÓN NACIONAL DE MEDIO AMBIENTE- DEPARTAMENTO LABORATORIO AMBIENTAL

#### RIG 04 Registro de ingreso de muestra con cadena de custodia

USO DEL LABORATORIO:


N°	
<b>PREPARACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE RECIPIENTES PARA LA EXTRACCIÓN DE MUESTRAS</b>	
Preparado por: <input type="text"/>	Firma: <input type="text"/>
	Fecha: <input type="text"/>
Cierre de seguridad realizado por: <input type="text"/>	Firma: <input type="text"/>
Precinto n°: <input type="text"/>	Fecha: <input type="text"/>
<b>RETIRO DE CONSERVADORAS / BOLSAS</b>	
Retirada Por: <input type="text"/>	Fecha: <input type="text"/> Hora: <input type="text"/> Firma: <input type="text"/>
Condiciones del /los Precintos: <input type="text"/>	Precinto N° <input type="text"/>
<b>VERIFICACIÓN DE LOS RECIPIENTES POR EL SOLICITANTE</b>	
Verificada Por: <input type="text"/>	En Condiciones: <input type="checkbox"/> SI <input type="checkbox"/> NO Firma: <input type="text"/>
Observaciones: <input type="text"/>	
Fecha: <input type="text"/>	Chequeo Precinto: <input type="text"/> Precinto N°: <input type="text"/>
<b>DATOS GENERALES</b>	
Solicitud: <input type="checkbox"/> DEA Otro: <input type="text"/>	Tel: <input type="text"/> Fax: <input type="text"/> Referencia: <input type="text"/>
Enlace: <input type="text"/>	Ramo Industria: <input type="text"/> Punto Muestreo: <input type="checkbox"/> EF <input type="checkbox"/> 1 <input type="checkbox"/> 2 <input type="checkbox"/> 3 Otro: <input type="text"/>
Muestra <input type="checkbox"/> SIMPLE <input type="checkbox"/> COMPUESTA	Muestra Clorada: <input type="checkbox"/> Lluvia 24 Hs: <input type="checkbox"/> SI <input type="checkbox"/> NO
Muestreador: <input type="text"/>	Fecha: <input type="text"/> Franja Horaria: Desde <input type="text"/> : <input type="text"/> Hasta <input type="text"/>
<b>OBSERVACIONES</b>	
	FIRMA: <input type="text"/>

**Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay**

PARAMETROS SOLICITADOS (marcar con X lo que corresponde)						OBSERVACIONES	
Sol. Totales		Amonio		Cadmio		Niquel	
Sol. Susp.		Fósforo Total		Cianuro Libre		Plomo	
Sol. Sedim.		Detergentes		Cianuro Total		Colif. Totales	
DBO 5		pH		Cinc		Colif. Termotolerantes	
DBO 5 filtr.		Conductividad		Cobre		Fenoles	
DQO		Sulfuro		Cromo		Microtox	
DQO filtr.		Arsénico		Mercurio		Nitrato	
Aluminio		Nitrógeno T		Nitrógeno TK		Color	
Grasas		AOX		Dioxinas y Furanos		Nitrito	
Otros:							
RESULTADO URGENTE		dias.		FIRMA DEL CLIENTE:			
TRASLADO		Nombre	Firma	Lugar / Empresa Transp.	Fecha	Hora	Condiciones de Cierre de Seguridad - Nº Precinto
Resp. Revisa y Entrega							
Resp. Revisa, recibe y Transporta.							
		Vehículo de :		Matricula:			
Documentación		Existencia de carta para muestras al exterior via LATU					
Temp. de la Muestras:		Condiciones de seguridad:		Recibido por:			
Fecha		Hora:		Firma:		Precinto contramuestra Nº:	

Aprobado Lic Sandra Castro Scarone  
Jefe de Laboratorio Mayo 2010

**ANEXO 4 Formulario para el registro de datos resultantes de inspección**

 <p><b>DINAMA</b> Dirección Nacional de Medio Ambiente</p>	<p><b>Formulario para el registro de datos resultantes de inspección</b></p>	<p><b>Fo 001</b></p>
---	--	----------------------

Fecha: \_\_\_\_\_

**1) CALIBRACION Y VERIFICACION DEL PEACHÍMETRO**

Equipo: \_\_\_\_\_

Soluciones de calibración: Marca: \_\_\_\_\_; pH: \_\_\_\_\_; pH: \_\_\_\_\_

Calibración	Verificación pH 7.00 antes de la medida de campo	Recalibración	Verificación pH 7.00 posterior a la medida de campo	Recalibración	Firma
OK/NO	pH:	Si/NO	pH:	Si/NO	

En caso de tener que recalibrar el equipo, completar el siguiente cuadro:

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay

Recalibración	Verificación pH 7.00 antes de la medida de campo	Recalibración	Verificación pH 7.00 posterior a la medida de campo	Recalibración	Firma
OK/NO	pH:	Si/NO	pH:	Si/NO	

## 2) CALIBRACION Y VERIFICACION DEL CONDUCTIMETRO

Equipo: \_\_\_\_\_

Solución de calibración: Marca: \_\_\_\_\_; conductividad: \_\_\_\_\_

Calibración	Verificación solución de calibración posterior a la medida de campo	Recalibración	Firma
OK/NO	Conductividad:	Si/NO	

En caso de tener que recalibrar el equipo, completar el siguiente cuadro:

Recalibración	Verificación solución de calibración posterior a la medida de campo	Recalibración	Firma
OK/NO	Conductividad:	Si/NO	

## 3) DATOS DE CAMPO EN PUNTO DE VERTIDO

Sitio de muestreo: \_\_\_\_\_

Hora	pH			Conductividad (mS/cm)			Temperatura (°C)	Turbidez (NTU)	Caudal (L/s)	Nº Precinto	Verificación precinto
	DINAMA	Empresa	¿diferencia <= +0.5?	DINAMA	Empresa	¿diferencia <= +15%?	DINAMA				

## 4) VOLUMENES A TOMAR PARA LA COMPOSICION DE LA MUESTRA

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay	
--	--

Muestra correspondiente a la hora	Volumen para materia orgánica, compuestos nitrogenados, metales, sólidos, ecotoxicidad, aceites y grasas y cloratos (*)	Volumen para Fósforo y color	Volumen para AOX y Fenoles	Volumen para dioxinas y furanos

(\*) Se utilizan las siguientes nomenclaturas para los grupos de parámetros correspondientes:

- Materia orgánica corresponde a DQO y DBO5
- Sólidos corresponde a sólidos suspendidos y sólidos totales
- Metales corresponde a arsénico, mercurio, cadmio, cobre, cromo, níquel, plomo, cinc, aluminio, hierro y sodio
- Compuestos nitrogenados corresponde a nitrato, nitrito, amonio, nitrógeno total y nitrógeno total Kjeldahl
- Ecotoxicidad corresponde a toxicidad aguda (Microtox) IC<sub>50</sub> 15 min y toxicidad aguda (*Daphnia magna*) LC<sub>50</sub> 48 hs.

## ANEXO 5 Procedimiento del Laboratorio Ambiental de DINAMA de limpieza y acondicionamiento de recipientes previo a su uso.

### LIMPIEZA DE MATERIALES

**1. OBJETIVO**

El objetivo de este procedimiento es minimizar las posibles fuentes de contaminación y optimizar la preparación (limpieza y acondicionamiento) del material para los análisis.

**2. ALCANCE**

Es aplicable a todo el material tanto de muestreo como el empleado para las determinaciones analíticas del Departamento.

**3. INVOLUCRADOS**

Todos los integrantes del Departamento. Es utilizado por el preparador de material del Laboratorio y los técnicos analistas del Laboratorio, para la limpieza del material de trabajo empleados en el laboratorio.

**4. DESARROLLO**

Relevar el material a ser preparado, enjuagar con agua previo al lavado que aplica para cada caso particular. A continuación se detallan los requerimientos en cuanto a acondicionamiento del material de los parámetros que se analiza con más frecuencia en el laboratorio, no obstante en el documento Metodologías Ambientales de Referencia se detallan las especificaciones particulares para la totalidad de los parámetros analíticos.

Sector Físicoquímico

Procedimiento operativo	Material	Programa/Lavado	Enjuague	Secado
DBO5	Botellas de incubación	B – con jabón, y luego dos veces B- sin jabón.	Agua desionizada	Propio equipo
DQO	Tubos y tapas con contratapa de teflon	D – sin jabón	Enjuague con HCl 1+1, y luego varios enjuagues con agua desionizada	En estufa a 75°C aprox
ACEITES Y GRASAS	Frascos de muestreo	Enjuague con hexano y luego B – con jabón	Agua desionizada	Propio equipo
	Balones y equipo Soxhlet	Enjuague con hexano y luego B – con jabón	Agua desionizada	Propio equipo
	Perlas de ebullición	Enjuague con hexano y luego agua caliente con jabón	Agua destilada	Estufa a 105°C

Procedimiento operativo	Material	Programa/Lavado	Enjuague	Secado
	Tapas de frascos de muestreo	limpieza manual con agua y jabón	Agua destilada	Secado en estufa a 105°C
SOLIDOS TOTALES	Cápsulas	limpieza con esponja y jabón	Agua destilada	A temperatura ambiente. Mufflar a 550 °C por 2 hs. sin superponer
FOSFORO	Fascos de muestreo, fascos de digestión, tubos desarrollo de color, erlenmeyers.	D – sin jabón	Acido Clorhídrico 1+1 en caliente Enjuague posterior con agua destilada	En secador de materiales
DETERGENTES	Bolas de decantación y material accesorio, y fascos de muestreo	D – sin jabón	Enjuague con agua desionizada	Secado en el propio equipo
COLOR	Tubos	limpieza manual con agua	Agua destilada. Acido Clorhídrico 1+1 en caliente Enjuague posterior con agua destilada	En secador de materiales

Material	Lavado	Enjuague	Secado
Material de vidrio en general	D – con jabón	Agua desionizada	Propio equipo
Botellas de plástico de muestreo (*)	D - con jabón	Agua desionizada	Propio equipo

(\*) Las botellas de plástico de muestreo llevan un prelavado en forma manual con agua de la canilla a presión. Se debe registrar asimismo el chequeo de la limpieza.

Programa B: 93 °C

Programa D: 60 °C

**Sector Instrumental**

Utilizar los programas de lavado C o D a las temperaturas de 60°C tanto de lavado como de enjuague. Estas temperaturas indicadas como T1 y T2 en la máquina no alteraran la calibración del material aforado.

A) Material de vidrio y plástico:

Se utiliza el programa de lavado D incluyendo el paso de secado.

B) Metales

Se utiliza el programa de lavado C sin el paso de secado.

Se sumerge totalmente en la tarrina de plástico de enjuague con HNO<sub>3</sub>(10%) calidad ppa, durante 12 hs como mínimo. Luego se enjuaga 3 veces con agua desionizada.

Se seca a menos de 60°C en estufa.

Se guarda el material seco en el estante correspondiente a material de metales.

C) Aniones por HPLC:

El material de aniones para lavar se ubica en los sectores de lavado, en sector fisicoquimico.

Se utiliza el programa de lavado D incluyendo el paso de secado.

Se guarda el material en el estante correspondiente a material de aniones.

D) Sulfuro y Cianuro:

Se procede igual que en el punto C)

E) Mercurio

Una vez terminado los análisis de mercurio, se disponen los materiales a lavar. Se lavan manualmente, con agua y jabón y se enjuagan con agua de grifo.

Se dejan con HNO<sub>3</sub> al 15% por al menos 12 horas. Este ácido es exclusivo para el enjuague de material utilizado para el análisis de mercurio.

Un vez transcurrido las 12 horas, se realizan al menos 3 enjuagues con agua desionizada.

**Sector Microbiología**

Antes de proceder al lavado, o a su desecho, todo material contaminado debe ser autoclavado, con el fin de evitar posibles riesgos para la salud:

- Medios de cultivo sólidos con o sin filtros, con crecimiento de microorganismos: retirar el filtro y el medio de cultivo con una pinza. Acondicionar el residuo en una bolsa autoclavable: Esterilizar por 30 min. A 121°C en autoclave de material contaminado. Posterior disposición para la recolección de residuos sólidos urbanos.
- Tubos de ensayo, viales, y demás material conteniendo medios de cultivo líquidos inoculados: Esterilizar por 30 min. A 121°C en autoclave de material contaminado. Posterior descarte como residuo líquido en el desagüe que va a colector.
- Muestras líquidas de análisis: descarte como residuo líquido en el desagüe que va a colector. No necesita ser autoclavado previamente
- Bandejas de análisis de sustrato definido (colilert y enterolert): Esterilizar por 30 min. A 121°C. Posterior disposición para la recolección de residuos sólidos urbanos.
- Ansa, tirillas de pruebas bioquímicas: desinfección por hipoclorito durante 2 hs previo a su descarte como residuo sólido.

	Placas de petri de plástico	Tips	Placas de petri de vidrio, campanas de Durham	Embudos de filtración	Frascos de muestreo, frascos schott, tubos de ensayo, probetas, erlenmeyers
<b>LAVADO</b>	Sumergir en detergente 3% por 12-24 hs. Con esponja tratar de quitar restos sólidos que pudieran quedar adheridos. Enjuagar con abundante agua corriente y destilada				Termodesinfestadora Programa B-con Jabón Enjuague y secado en el propio equipo
<b>DESINFECCIÓN</b>	Sumergir en hipoclorito de sodio por 2 hs. Enjuagar con abundante agua corriente y destilada. Sumergir en solución de etanol 70% por 1-2 hs. Secar en estufa a no mas de 50°C.			-----	-----
<b>ESTERILIZACIÓN*</b>	Por radiación electromagnética uv*	Autoclave 15 min. a 121°C	Horno a 170°C, 2 hs.	Horno a 170°C, 2 hs.	Autoclave 15 min a 121°C

\* Esterilización por radiación electromagnética uv

Esta técnica es utilizada como un método de esterilización de placas de Petri de plástico que no pueden ser autoclavables.

La luz ultravioleta es una radiación electromagnética cuya longitud de onda está comprendida entre 150-4000 Å. Su efecto sobre las células es a nivel del ADN ocasionando graves daños (mutaciones) en dicha molécula, lo que lleva a la muerte celular. El mayor efecto sobre los microorganismos se da a una longitud de onda de 2600 Å. Las lámparas germicidas emiten luz ultravioleta de aproximadamente 2537 Å, esto hace que tengan un 85% de la capacidad germicida de la radiación de 2600Å.

Procedimiento: exponer las paredes internas del fondo y de la tapa, las cuales deben estar secas, limpias y desinfectadas, a la acción directa de las radiaciones UV por un tiempo mínimo de 30 minutos. Luego de expuestas cerrarlas rápidamente evitando tocar su interior. Guardar las placas envueltas y en la oscuridad para evitar la fotoreparación por no más de 2 semanas después de esterilizadas.

Periódicamente limpiar la lámpara germicida ya que la acumulación de por ej. del polvo del ambiente puede interferir con la emisión de la luz UV reduciendo su poder germicida.

\*\*Preparación del material para su esterilización, luego de su lavado y desinfección:

Probetas y erlenmeyer: cubrir la boca con papel de aluminio y autoclavar 15 minutos a 121°C o esterilizar en horno a 170 ± 10 °C 2hs. Guardar en lugar libre de polvo.

Tips de 1ml: colocar los tips en la caja correspondiente, envolver con papel de embalaje. Autoclavar a 121 °C durante 15 minutos. Secar en estufa a 50 °C.

Tips para pipetas de 1-10ml: envolver en papel de embalaje un número adecuado de tips. Autoclavar a 121°C durante 15 minutos. Secar en estufa a 50°C.

Placas de petri de vidrio: envolver un número adecuado de placas en papel de embalaje o similar. Esterilizar por calor seco en horno a 170 ± 10 °C durante 2 horas.

Embudos de filtración: envolver los embudos de filtración en papel de embalaje. Esterilizar por calor seco en horno a 170 ± 10 °C durante 2 horas.

Frascos de muestreo: Cubrir la boca con papel de embalaje. Aflojar las tapas con el fin de posibilitar la entrada de vapor y evitar la deformación en los frascos de polipropileno, durante el proceso de esterilización.

**5. REFERENCIAS**

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21 th. Edition, 2005.

**6. REGISTRO DE REVISIONES**

Versión	Fecha	Modificaciones
0	Marzo 2000	Primera impresión
1	Mayo 2003	Segunda impresión
2	Junio 2003	Tercera impresión
3	Agosto 2005	Cuarta impresión
4	Agosto 2009	Quinta impresión

Revisado	Fecha
Aprobado	Fecha

**ACONDICIONAMIENTO DE MATERIALES DE MUESTREO, LUEGO DE LAVADOS EN TERMODESINFECTADORA:**

**Fascos y tapas para el muestreo de aceites y grasas e hidrocarburos:**

- Enjuague con Hexano calidad ppa.

**Fascos y tapas para muestreo para fósforo y color:**

- Enjuague con ácido clorhídrico concentrado, diluido a la mitad (1+1)
- Enjuague con abundante agua destilada.
- Secado en el secador de material de laboratorio.

**Fascos y tapas para el muestreo de metales (excepto mercurio):**

**En caso de no usar bolsas descartables.**

- Enjuague sumergiéndolos en una tarrina con ácido nítrico 10%, calidad ppa, durante un mínimo de 12 hs.
- Se enjuagan con agua desionizada por lo menos tres veces
- Se secan en estufa a 60°C.

**Fascos de muestreo para parámetros microbiológicos:**

- Esterilización por autoclavado, 15 minutos a 121°C .Los fascos son esterilizados con las tapas puestas flojas y cubiertas con papel de embalaje
- Para efluentes clorados los recipientes deben contener 0.5 mL de NaS<sub>2</sub>O<sub>3</sub> previo a la toma de muestra.

**Tapas de fascos para muestreo de parámetros microbiológicos:**

- Lavado manual con agua y detergente.
- Enjuague con agua desionizada
- Secado en estufa a 105°C
- Se esterilizan junto con los fascos a 121°C por 15 minutos.

**Fascos y Tapas para el muestreo de compuestos orgánicos (incluye AOX, Dioxinas, Furanos, Fenoles, plaguicidas, PCB, PAH, etc.)**

- Enjuague con una porción de acetona ppa.
- Enjuague con una porción de hexano ppa.
- Todas las porciones de solvente utilizadas deben ser nuevas. No trasvasar de un frasco al otro. Descartar los solventes utilizados en fascos rotulados para tal fin.
- Para el caso de fascos utilizados para la muestra de efluentes para fenoles, colocar en el frasco 80mg de tiosulfato de sodio, por cada litro de muestra.

## ANEXO 6 Formato de carta para enviar muestras del efluente final al exterior



**DIVISIÓN CONTROL Y DESEMPEÑO AMBIENTAL**  
**DEPARTAMENTO DE EMISIONES AL AMBIENTE**

Montevideo, XX<sup>th</sup> XXXX, XXXX.

To whom it may concern,

The National Environmental Directorate of Uruguay: Dirección Nacional de Medio Ambiente (DINAMA), is sending an effluent sample (n° ), generated in a pulp mill, which is to be analysed in an international laboratory to determine some of the possible components that it may contain.

It consists of an effluent sample, residual water, generated in the production of a pulp mill of Uruguay. As part of the process, the effluent is discharged directly into a river.

Brief description of the process:

The aim of the pulping process is to separate the fibres from the lignin, so as to obtain the cellulose to make paper. Once obtained, the pulp stock is dried. The main stages of the pulp process are: cooking the chips, washing the crude pulp, and bleaching. The method of sulphate (or kraft) used in this particular plant, is the most applied production method in the world: cooking with a solution of sodium hydroxide and sodium sulphide, then some washing steps, and a bleaching process where elemental chlorine is not used. The bleaching stage is called ECF (Elemental Chlorine Free), and the bleaching agent is chlorine dioxide, substituting elemental chlorine. Some other chemicals are used too: oxygen, peroxide, sulphuric acid and sodium hydroxide, which alternate in acid and alkaline stages during bleaching.

The discharge water is originated in the washing steps, and it may contain in low concentration (at trace levels) some of the chemicals used in the process or generated as by-products, such as organic matter. It may contain in minimum levels: metals extracted from the wood, resin acids that may leach from bark, and nutrients (nitrogen and phosphorous); emissions of the bleaching washing steps may contain organically bound chlorine compounds in low concentration.

The sample is not classified as hazardous according to the current hazardous materials transport regulations, such as IATA and UN.

**ANEXO 7 Formato del Formulario/Acta del Comité Científico**

**ACTA DE VISITA PLANTA UPM (original y 2 copias)  
CARU**

**Fecha:**

**Equipo:** Hanna HI 9828

**Calibración:**

**pH 4=**      **pH 7=**      **pH 10=**      **Fecha:**      **Firma:**

**Solución marca:**      **Vencimiento:**

**Conductividad:** 100 uS/cm=      1000 uS/cm=      **Fecha:**      **Firma:**

**Solución marca:**      **Vencimiento:**

Lectura N°	Fecha	Hora	Temperatura (°C)		Conductividad (mS/cm)		pH		OD (mg/l)		ORP (mV)		Tirante Parshall (cm)	
			Obs	UPM	Obs	UPM	Obs	UPM	Obs	UPM	Obs	UPM	Obs	cauda IUPM
1									No aplica de momento	No aplica de momento				
2														
3														
4														
Observaciones														

Los datos en línea de UPM se solicitarán en base a la tabla del anexo 1

Verificación del funcionamiento de la sonda luego de la primera medida mediante las soluciones estadares pH 7=      Conductividad 1000 uS/cm=

Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay

**Elementos Acta**

**Operadores** (apellido y nombre)

**Lugar de toma de muestra:**

**Clima y condiciones de la toma de muestra:**

Cantidad y tipo de muestras entregadas con detalles de los frascos y correspondientes precintos

<b>Tipo de muestra</b>	<b>Tipo de frasco (Material, Volumen)</b>	<b>Número de precinto</b>	<b>Condiciones conservación (temperatura, integridad)</b>

<b>Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay</b>	
---	--

En la primera etapa, la CARU entregará las muestras en sus respectivas conservadoras a la unidad Tecnológica de Fray Bentos (LATU); Parque Industrial, Barrio Anglo, Fray Bentos; TE: 4562-0638/39

**Observaciones**

**Firma y aclaración:** Representante CARU

Representante DINAMA

<b>Procedimiento estandarizado para la extracción de muestra del efluente final vertido al Río Uruguay por UPM S.A. (ex Botnia) a emplear por DINAMA en el marco del Plan de Monitoreo de la Planta Orion (UPM ex Botnia) de la Comisión Administradora del Río Uruguay</b>	
---	--

**Anexo 1**

Tabla para requerimiento de datos en línea de la planta UPM

<b>Lectura N°</b>	<b>Fecha</b>	<b>Hora</b>	<b>Caudal (m3/s)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Conductividad (mS/cm)</b>	<b>pH</b>
1						
2						
3						
4						

**Firma:**