

**DUODÉCIMO ENSAYO DE APTITUD POR COMPARACIÓN
INTERLABORATORIO DE AGUAS SUPERFICIALES
POTENCIALMENTE CONTAMINADAS - AÑO 2014**

1. OBJETIVOS:

- a) Evaluar el desempeño de los laboratorios cuando efectúan ensayos o mediciones ambientales y efectuar el seguimiento del desempeño de dichos laboratorios, proveyendo confianza adicional a sus clientes.
- b) Aportar a la comunidad información confiable sobre el estado de la contaminación costera de la Ciudad Autónoma de Buenos Aires, en un punto de la Costanera Norte.
- c) Realizar un Taller al finalizar el EACI, en que se discutan los resultados obtenidos, se obtengan conclusiones sobre éstos y se brinden herramientas para la mejora del desempeño de cada laboratorio en particular y del EACI en general.

2. DESARROLLO:

El desarrollo del EACI contempla mediciones in situ y en los laboratorios de los participantes, a saber:

Analitos a medir in situ

- Oxígeno disuelto
- pH
- Temperatura
- Cloro residual libre

Analitos a investigar en el laboratorio en la muestra extraída tal cual

- Sólidos sedimentables a 10 minutos en ml/l
- Sólidos sedimentables a 2 horas en ml/l
- Sulfuros en mg/l
- Sólidos solubles en éter etílico en mg/l
- DQO en mg/l
- DBO₅ en mg/l
- Coliformes totales en NMP/ 100 ml
- Coliformes fecales en NMP /100 ml
- Detergentes (SAAM) en mg/l
- Sustancias fenólicas en mg/l
- Arsénico en mg/l
- Cromo total en mg/l
- Cadmio en mg/l
- Plomo en mg/l
- Mercurio en mg/l
- Conductividad en $\mu\text{S}/\text{cm}$

- Hidrocarburos totales en mg/l
- Cianuros totales en mg/l

Analitos a investigar en el laboratorio en la muestra adicionada con metales pesados

- Arsénico en mg/l
- Cromo total en mg/l
- Cadmio en mg/l
- Plomo en mg/l
- Mercurio en mg/l

3. METODOLOGÍA:

La metodología de trabajo se describe a continuación:

- a) Se solicitará a los laboratorios interesados enviar a su respectivo personal y equipos toma muestras (incluyendo las botellas con los conservadores que indican las normas respectivas para cada analito) para encontrarse a las 10 horas del 22 de Abril de 2014 (o en caso de inconvenientes climáticos el 06 de Mayo de 2014) en la desembocadura del arroyo Medrano al Río de la Plata, cruces de Av. Leopoldo Lugones y Av. Comodoro Rivadavia, detrás del Museo de la Memoria
Al pie del presente instructivo, se anexa un mapa de localización (Figura 1) y fotos representativas de la toma de muestras y la realización de los ensayos in situ (Figura 2).
- b) Allí se procederá a tomar la muestra de agua a ser utilizada en el ensayo Interlaboratorios, colocándola en un recipiente de volumen suficiente, filtrándola por un tamiz para eliminar los sólidos gruesos y homogeneizándola. Inmediatamente después, se procederá a investigar in situ los siguientes analitos: oxígeno disuelto, pH, temperatura y cloro.
- c)
 - i. La muestra de agua extraída del arroyo, contenida en un tanque con agitación constante, con el fin de mantenerla homogénea, se va distribuyendo a cada uno de los laboratorios presentes, quienes van tomando alícuotas para cada grupo de analitos, con idénticas condiciones de envasado y conservación.
 - ii. La homogeneidad de las muestras se verifica tomando 20 alícuotas durante el proceso de distribución de las mismas a los distintos laboratorios, y posteriormente la medición de la DQO en dos laboratorios certificados y habilitados OPDS. Los resultados son enviados al evaluador estadístico según el procedimiento descripto más abajo.
 - iii. La estabilidad de los distintos analitos de las muestras está descripto en la tabla 1060:1 del Standard Methods of Water and Wastewater Examination edición 22, (Ver anexo I)
 - iv. Aquellos laboratorios que no puedan asistir, deberán informar a CALIBA dentro de las 4 días anteriores al día de la toma muestra.
En estos casos, el personal de CALIBA fraccionará la muestra en las botellas acordes a lo requerido por los procedimientos normalizados, con los conservantes indicados para cada analito, siguiendo la misma secuencia que para los laboratorios presentes y procederá a embalar el material para ser enviado al domicilio de estos laboratorios, ese mismo día a través de transporte previamente evaluado.
- d) Se adicionará una parte de la muestra con Pb, Cd, Hg, As y Cr, la concentración teórica de los mismos será del orden de 0,5 mg/l para As, Cd, Cr y Pb y de 0,005 mg/l para el Hg. Esta muestra se preparará en el lugar conservándola con HNO₃ p.a., de acuerdo a los procedimientos del Standard Methods for the evaluation of water and wastewater Edición

22th (SM). Cabe señalar que el laboratorio en la planilla de inscripción al EACI deberá informar su interés de participar en estas determinaciones.

- e) Se adicionará a una parte de la muestra con Pb, Cd, Hg, As y Cr, en el rango de los límites de potabilidad de agua, la concentración teórica de los mismos será del orden de lo establecido por el art 982 del CAA. Esta muestra se preparará en el lugar conservándola con HNO₃ p.a., de acuerdo a los procedimientos del Standard Methods for the evaluation of water and wastewater Edición 22th (SM).

Cabe señalar que el laboratorio en la planilla de inscripción al EACI deberá informar su interés de participar en estas determinaciones.

- f) Los analitos mencionados en los ítems precedentes serán investigados mediante las siguientes normas: Environmental Protection Agency- EPA, Standard Methods for the evaluation of water and wastewater - SM o lineamientos Aguas y Saneamiento Ambiental S.A.

Será requisito indispensable la especificación del método utilizado a la hora de volcar los datos en la Planilla de Informes de resultados.

- g) Los resultados serán remitidos a CALIBA por parte de los participantes, en el *formato preestablecido*¹, donde se consignará la técnica analítica utilizada para cada ensayo, tanto en formato digital, como en copia escrita con la firma del o los responsable/es del área técnica del laboratorio. En esta planilla, CALIBA asignará a cada laboratorio un número identificador inequívoco, que permitirá establecer la confidencialidad de los resultados emitidos.

Con esta identificación se entregará la totalidad de los resultados, y a un mismo tiempo, a los profesionales estadísticos responsabilizados de la misma (Docentes del Departamento de Estadística de la Universidad Nacional de Luján).

La fecha límite de entrega de los resultados será el 16 de Mayo de 2014, o bien, el 30 de Mayo de 2014 en el caso de que la toma muestra se postergue una semana por inconvenientes climáticos.

Para evitar futuros inconvenientes, aquellos participantes que tuvieran problemas con la carga de datos, deberán comunicarlo a la brevedad posible al personal de CALIBA a los fines de brindarles una solución antes del vencimiento de la entrega.

Dentro del plazo mencionado, CALIBA remitirá al laboratorio un acuse recibo por correo electrónico de los resultados dentro de las 48 hs. de recibido el informe. En caso de no recibir en 72 horas esta confirmación, el laboratorio deberá reclamar el mismo por las vías de comunicación establecidas.

- h) Una vez finalizada la evaluación estadística, el evaluador remitirá a CALIBA los informes preliminares tanto individuales concernientes a cada laboratorio como un informe global del EACI. CALIBA, a través de su Área de Calidad, revisará estos informes tanto desde el punto de vista de la transcripción de los resultados como de la pertinencia de las conclusiones, y, posteriormente, propondrá a la Comisión Directiva la emisión de los Diplomas de participación y/o aprobación de cada laboratorio.
- i) Se confeccionarán los certificados correspondientes y se imprimirán los informes individuales, los cuales se entregarán en una carpeta a cada laboratorio. En vistas de preservar el medio ambiente por la impresión innecesaria de todo el documento, en esta carpeta también se incluirá un CD con el informe global.
- j) Taller y entrega de resultados: CALIBA organizará un taller de discusión de los resultados obtenidos, a cargo de los responsables del Área de Calidad y con el acompañamiento del estadístico.

¹ No se tomarán en cuenta las planillas que no se correspondan con el formato preestablecido por Caliba, sin excepción.

En dicho taller, que también deberá contar la presencia de al menos el cincuenta por ciento de los participantes, se sugerirá a los laboratorios la implementación de las mejoras que surgieran de la discusión realizada. Asimismo, este interlaboratorio se retroalimentaría a partir de las propuestas de mejoras resultantes de la discusión (Aplicación del objetivo de mejora continua).

Por último, se deja asentado que en el desarrollo del mismo, se hará entrega de los diplomas correspondientes junto con los informes individuales y el informe estadístico global. Para aquellos participantes del interior o exterior que no puedan concurrir, los diplomas serán remitidos por el transporte previamente señalado en el formulario de inscripción.

- k) Si el laboratorio participante desea hacer llegar críticas, sugerencias, opiniones, las mismas deben ser enviadas por correo electrónico, separado de los resultados, a la Sra. Marta Sancho.

4. CONDICIONES GENERALES:

a) Consultas:

- Telefónicamente: +54 11 5274-0444
- Fax: +54 11 5274-0450
- E-mail: interlaboratorio@caliba.org.ar

b) Envío del formulario de inscripción: interlaboratorio@caliba.org.ar

c) Arancel:

- Socios de Caliba: \$ 1200.- (pesos mil doscientos)
- Participantes Nacionales: \$ 1900.- (pesos mil novecientos)
- Participantes del exterior: U\$S 300.- (dólares trescientos)
- El envío de la muestra corre por cuenta del participante. Se hará entrega de factura y recibo oficial.

d) Formas de pago:

- En efectivo en la sede de CALIBA: Av. de Mayo N° 981 2º Piso Oficina 220. C.A.B.A.
Días y horarios de atención: lunes a viernes de 10 a 15 horas.
- Con cheque a la orden de **CALIBA**, el cual deberá entregarse en nuestra sede o bien remitirlo mediante correo postal certificado.
- Por transferencia o depósito bancario:
CTA. CTE. \$ N° 106-3766/7- BBVA Banco Francés S.A.
Sucursal 106 - Parque Centenario - C.A.B.A.
CUIT: 30-68774718-2
CBU: 0170106320000000376673

**Luego de realizar la transferencia bancaria ó depósito, por favor enviar el
comprobante por mail a interlaboratorio@caliba.org.ar**

5. CRONOGRAMA:

- Fecha máxima para confirmar su participación y enviar el formulario de inscripción: **16 de Abril de 2014 INCLUSIVE.**
- Fecha de toma de la muestra: **22 de Abril de 2014.** (Por mal tiempo se postergará al **06 de Mayo de 2014**).
- Fecha máxima para la recepción de los resultados: **16 de Mayo de 2014.** (Si la toma de muestras se realiza el día **06 de Mayo de 2014**, la fecha de recepción será hasta el **30 de Mayo de 2014**).
- Fecha de entrega del informe y envío de certificado (taller): **01 Agosto de 2014.**

No se hará entrega de los correspondientes diplomas a aquellos participantes que no hayan cumplido con el pago del ensayo interlaboratorio.

Figura 1



ATENCIÓN, CAMBIO DE INGRESO AL PUENTE:

En la actualidad existe una colectoras que separa la Avenida de los clubes y el río. Se puede acceder a la colectoras por el Puente Labruna (hay un rond point y luego se entra en la colectoras). La otra alternativa es pasar el puente del arroyo y doblar a la derecha antes de encarar el puente hacia la Av. Gral. Paz; esa salida a la derecha dice Parque de los Niños. Luego de salir se vuelve para atrás por la colectoras hasta llegar al puente del arroyo Medrano. Allí hay un estacionamiento sobre la calle.

Figura 2

**Cámara Argentina de
Laboratorios Independientes
Bromatológicos, Ambientales y Afines**



ANEXO I

TABLE 1060:I. SUMMARY OF SPECIAL SAMPLING AND HANDLING REQUIREMENTS*

Determination	Container†	Minimum Sample Size mL	Sample Type‡	Preservation§	Maximum Storage	
					Recommended	Regulatory
Acidity	P, G(B)	100	g	Refrigerate	24 h	14 d
Alkalinity	P, G	200	g	Refrigerate	24 h	14 d
BOD	P, G	1000	g, c	Refrigerate	6 h	48 h
Boron	P (PTFE) or quartz	1000	g, c	HNO ₃ to pH <2	28 d	6 months
Bromide	P, G	100	g, c	None required	28 d	28 d
Carbon, organic, total	G (B)	100	g, c	Analyze immediately; or refrigerate and add HCl, H ₃ PO ₄ , or H ₂ SO ₄ to pH <2	7 d	28 d
Carbon dioxide	P, G	100	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
COD	P, G	100	g, c	Analyze as soon as possible, or add H ₂ SO ₄ to pH <2; refrigerate	7 d	28 d
Chloride	P, G	50	g, c	None required	N.S.	28 d
Chlorine, total, residual	P, G	500	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Chlorine dioxide	P, G	500	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
Chlorophyll	P, G	500	g	Unfiltered, dark, 4°C Filtered, dark, -20°C (Do not store in frost-free freezer)	24-48 h 28 d	
Color	P, G	500	g, c	Refrigerate	48 h	48 h
Specific conductance	P, G	500	g, c	Refrigerate	28 d	28 d
Cyanide						
Total	P, G	1000	g, c	Add NaOH to pH >12, refrigerate in dark#	24 h	14 d; 24 h if sulfide present
Amenable to chlorination	P, G	1000	g, c	Add 0.6 g ascorbic acid if chlorine is present and refrigerate	stat	14 d; 24 h if sulfide present
Fluoride	P	100	g, c	None required	28 d	28 d
Hardness	P, G	100	g, c	Add HNO ₃ or H ₂ SO ₄ to pH <2	6 months	6 months
Iodine	P, G	500	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
Metals, general	P(A), G(A)	1000	g, c	For dissolved metals filter immediately, add HNO ₃ to pH <2	6 months	6 months
Chromium VI	P(A), G(A)	1000	g	Refrigerate	24 h	24 h
Copper by colorimetry*			g, c			
Mercury	P(A), G(A)	1000	g, c	Add HNO ₃ to pH <2, 4°C, refrigerate	28 d	28 d
Nitrogen						
Ammonia	P, G	500	g, c	Analyze as soon as possible or add H ₂ SO ₄ to pH <2, refrigerate	7 d	28 d
Nitrate	P, G	100	g, c	Analyze as soon as possible; refrigerate	48 h	48 h (28 d for chlorinated samples)
Nitrate + nitrite	P, G	200	g, c	Add H ₂ SO ₄ to pH <2, refrigerate	1-2 d	28 d
Nitrite	P, G	100	g, c	Analyze as soon as possible; refrigerate	none	48 h
Organic, Kjeldahl*	P, G	500	g, c	Refrigerate, add H ₂ SO ₄ to pH <2	7 d	28 d
Odor	G	500	g	Analyze as soon as possible; refrigerate	6 h	N.S.
Oil and grease	G, wide-mouth calibrated	1000	g	Add HCl or H ₂ SO ₄ to pH <2, refrigerate	28 d	28 d
Organic compounds						
MBAs	P, G	250	g, c	Refrigerate	48 h	N.S.
Pesticides*	G(S), PTFE-lined cap	1000	g, c	Refrigerate, add 1000 mg ascorbic acid/L if residual chlorine present	7 d	7 d until extraction; 40 d after extraction
Phenols	P, G, PTFE-lined cap	500	g, c	Refrigerate, add H ₂ SO ₄ to pH <2	*	28 d until extraction
Purgeables* by purge and trap	G, PTFE-lined cap	2 × 40	g	Refrigerate; add HCl to pH <2; add 1000 mg ascorbic acid/L if residual chlorine present	7 d	14 d

TABLE 1060:I. CONT.

Determination	Container†	Minimum Sample Size mL	Sample Type‡	Preservation§	Maximum Storage	
					Recommended	Regulatory
Base/neutral & acids	G(S) amber	1000	g, c	Refrigerate	7 d	7 d until extraction; 40 d after extraction
Oxygen, dissolved	G, BOD bottle	300	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Electrode				Titration may be delayed after acidification	8 h	8 h
Winkler						
Ozone	G	1000	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
pH	P, G	50	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Phosphate	G(A)	100	g	For dissolved phosphate filter immediately; refrigerate	48 h	N.S.
Phosphorus, total	P, G	100	g, c	Add H ₂ SO ₄ to pH <2 and refrigerate	28 d	
Salinity	G, wax seal	240	g	Analyze immediately or use wax seal	6 months	N.S.
Silica	P (PTFE) or quartz	200	g, c	Refrigerate, do not freeze	28 d	28 d
Sludge digester gas	G, gas bottle	—	g	—	N.S.	
Solids ⁹	P, G	200	g, c	Refrigerate	7 d	2–7 d; see cited reference
Sulfate	P, G	100	g, c	Refrigerate	28 d	28 d
Sulfide	P, G	100	g, c	Refrigerate; add 4 drops 2N zinc acetate/100 mL; add NaOH to pH >9	28 d	7 d
Temperature	P, G	—	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Turbidity	P, G	100	g, c	Analyze same day; store in dark up to 24 h, refrigerate	24 h	48 h

* For determinations not listed, use glass or plastic containers; preferably refrigerate during storage and analyze as soon as possible.

† P = plastic (polyethylene or equivalent); G = glass; G(A) or P(A) = rinsed with 1 + 1 HNO₃; G(B) = glass, borosilicate; G(S) = glass, rinsed with organic solvents or baked.

‡ g = grab; c = composite.

§ Refrigerate = storage at 4°C ± 2°C; in the dark; analyze immediately = analyze usually within 15 min of sample collection.

|| See citation¹⁰ for possible differences regarding container and preservation requirements. N.S. = not stated in cited reference; stat = no storage allowed; analyze immediately.

If sample is chlorinated, see text for pretreatment.

6. KEITH, L.H. 1996. *Compilation of EPA's Sampling and Analysis Methods*, 2nd ed. Lewis Publ./CRC Press, Boca Raton, Fla.
7. GILBERT, R.O. 1987. *Statistical Methods for Environmental Pollution Monitoring*. Van Nostrand Reinhold, New York, N.Y.
8. GRANT, E.L. & R.S. LEAVENWORTH. 1988. *Statistical Quality Control*, 6th ed. McGraw-Hill, Inc., New York, N.Y.

9. U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. 1996. 40 CFR Part 136, Table II.
10. U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. 1992. *Rules and Regulations*. 40 CFR Parts 100-149.