

 UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA SEDE MEDELLÍN	TOMA DE MUESTRAS	Código: IAS-001
	LABORATORIO DE INGENIERÍA SANITARIA DEPARTAMENTO DE PROCESOS Y ENERGIA	Versión: 2
	RESPONSABLE PERSONA QUE TOMA LA MUESTRA	Solicitud: 157

CONTROL DE CAMBIOS AL DOCUMENTO

Nº VERSIÓN	FECHA DE REVISIÓN	DESCRIPCIÓN DE CAMBIOS	RESPONSABLE	FECHA DE ENTREGA
2	2013-11-06	Se modifica el cajetín, por el cambio del nombre de la dependencia a la cual pertenece el lab. Acuerdo 054 de 2012. Se realiza algunos cambios en la tabla N°1 (Requerimientos generales para la toma de muestra), pág 7 a 10 y se cambia la versión del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater a la 22ed en Referencias Bibliográficas.	Alexander Hincapié S	2013-11-06

1. OBJETIVO

El objetivo de la toma de muestras es la obtención de una porción de material cuyo volumen sea el adecuado para ser transportado y manipulado en el laboratorio sin que por ello deje de representar con exactitud al material de donde procede. Esto implica que dichas muestras deben ser manejadas de tal forma que no se produzcan alteraciones significativas en su composición antes de que se hagan las pruebas correspondientes.

2. ALCANCE

Este instructivo aplica para todas aquellas personas y/o empresas que realicen toma de muestras de aguas naturales, de piscina, tratadas y residuales, domésticas e industriales para que les sean realizados análisis químicos en el Laboratorio de Ingeniería Sanitaria de la Universidad Nacional Sede Medellín.

3. RESPONSABLE

El laboratorio de Ingeniería Sanitaria no es responsable por la toma de muestras, ya que en él no se realiza dicha actividad; el responsable por dicha actividad es la persona y/o empresa que toma la muestra

4. TERMINOS Y DEFINICIONES

4.1. MUESTRA SIMPLE O PUNTUAL.

Cuando la composición de una fuente de agua es relativamente constante a través de un tiempo prolongado o a lo largo de distancias sustanciales en todas las direcciones, se dice que el cuerpo de agua puede estar adecuadamente representado por muestras simples, esto aplica para aguas de suministro y aguas superficiales, pocas veces para aguas residuales.

4.2. MUESTRAS COMPUESTAS.

Se refiere a una combinación de muestras puntuales tomadas en el mismo sitio durante diferentes tiempos. La mayor parte de las muestras compuestas se emplean para observar concentraciones promedio, son usadas para calcular cargas contaminantes o la eficiencia de plantas de tratamiento de las aguas residuales.

4.3. MUESTRAS INTEGRADAS

Consiste en tomar muestras de un cuerpo de agua en diferentes puntos, ya sea a lo ancho y/o profundo. Se utiliza para evaluar la composición promedio o carga total.

5. GENERALIDADES

Todo programa de caracterización de aguas con lleva a una etapa de muestreo, y de la seriedad con que se lleve a cabo, depende el éxito de todo proceso posterior y el efecto benéfico de las decisiones que se adopten.

La recolección de las muestras depende de los procedimientos analíticos empleados y los objetivos del estudio.

El objetivo del muestreo es obtener una parte representativa del material bajo estudio (cuerpo de agua, efluente industrial, agua residual, etc.) para la cual se analizarán las variables fisicoquímicas de interés. El volumen del material captado se transporta hasta el lugar de almacenamiento (cuarto frío, refrigerador, nevera, etc.), para luego ser transferido al laboratorio para el respectivo análisis, momento en el cual la muestra debe conservar las características del material original. Para lograr el objetivo se requiere que la muestra conserve las concentraciones relativas de todos los componentes presentes en el material original y que no hayan ocurrido cambios significativos en su composición antes del análisis.

En algunos casos, el objetivo del muestreo es demostrar que se cumplen las normas especificadas por la legislación (resoluciones de las autoridades ambientales). Las muestras ingresan al laboratorio para determinaciones específicas, sin embargo, la responsabilidad de las condiciones y validez de las mismas debe ser asumida por las personas responsables del muestreo, de la conservación y el transporte de las muestras. Las técnicas de recolección y preservación de las muestras tienen una gran importancia, debido a la necesidad de verificar la precisión, exactitud y representatividad de los datos que resulten de los análisis.

5.1. NORMAS GENERALES.

Para obtener resultados satisfactorios se deben tener en cuenta las siguientes condiciones básicas:

Disponer de los recipientes y demás materiales apropiados para el estudio específico que se vaya a realizar. Asegurarse que la cantidad de la muestra tomada, sea representativa del sistema (**ver tabla 1**).

Consignar inmediatamente después del muestreo, todos los datos importantes que permitan identificar correctamente la muestra, usar tinta aprueba de agua. Los datos se pueden consignar en una etiqueta cuya información y diseño se muestran a continuación:

DATOS DE TOMA DE MUESTRA		
Lugar de recolección ¹ :		
Fecha y hora de recolección ² :		
Responsable ³ :		
Preservativos ⁴	Volumen ⁵	Parámetros ⁶

- 1 En la celda de lugar de recolección colocar la fuente de donde proviene. Ejemplo: vertimiento de la empresa x al río x, es importante que sea muy específico con esta información.
- 2 Anotar la fecha y hora de la toma de muestra.
- 3 Al frente de la casilla Responsable; anotar las firmas de las personas que tomaron la muestra.
- 4 En la columna de la casilla Preservativos, consignar el nombre de los reactivos utilizados para preservar la muestra.
- 5 Debajo de esta casilla se anota el volumen aproximado en ml de muestras que se recolectó.
- 6 En la celda parámetros anote los análisis para el cual es tomada la muestra, recuerde que dependiendo del análisis es la conservación de la muestra.

Adherir las etiquetas de los recipientes antes o en el momento de hacer la toma de la muestra.

Para evitar o detectar adulteraciones de las muestras, sellar los recipientes con papel adhesivo y/o cinta de enmascarar, en los que se incluye la siguiente información: número de la muestra (idéntico al número en la etiqueta), fecha y hora de muestreo.

5.2. RECIPIENTES PARA LA TOMA DE MUESTRA.

Debido a que los analitos que se desean determinar en la muestra pueden reaccionar con el material del que esta hecho el recipiente que los contenga, se ha elaborado una tabla en la cual se recomienda el tipo de recipiente a usar de acuerdo al análisis solicitado (ver tabla 5.6).

En todos los casos los frascos se lavan cuidadosamente junto con sus tapas, con mezcla sulfocrómica y con jabón o detergente líquido, asegurándose de enjuagarlos muy bien con agua corriente sin que queden residuos de sustancias y finalmente con abundante agua destilada. El procedimiento de lavado y selección del recipiente es realizado por el laboratorio. Los recipientes deben ser de vidrio neutro o material plástico y tendrán que cumplir con los siguientes requisitos:

No desprender material ni elementos que contaminen la muestra.

La adsorción ejercida por sus paredes debe ser mínima sobre cualquiera de los componentes presentes en la muestra (que el recipiente no sea atacado por la muestra). Que su cierre sea hermético.

6. CONTENIDO

A continuación se describen las diferentes maneras de tomar muestras de aguas

6.1. MUESTREO SIMPLE.

6.1.1. Muestras de grifos.

Se debe abrir el grifo y dejar correr el agua durante tres (3) minutos para eliminar impurezas y agua acumulada en el interior de la tubería; en el momento de tomar la muestra se disminuye el flujo del agua para que se pueda recoger la muestra sin salpicaduras. Además retirar cualquier tipo de filtro tales como medias, trapos, entre otros que permiten la acumulación de material contaminante que pueden afectar los resultados.

Recolectar como mínimo 500 mL de agua. Al llenar el frasco se debe dejar una cuarta parte sin llenar para que haya un espacio de aire que permite agitar la muestra en el laboratorio al momento de procesarla.

6.1.2. Muestras de ríos, arroyos, lagos y recreativas.

Sumergir rápidamente el frasco tapado debajo del agua a veinte (20) centímetros de profundidad, para evitar recolectar material flotante, se destapa y se invierte el frasco de tal manera que la boca quede ligeramente hacia arriba y en sentido opuesto a la corriente.

El frasco debe moverse despacio contra la corriente mientras entra el líquido, para evitar que el agua que toca la mano entre en el frasco (este debe sostenerse con la mano por la parte inferior)
Tapar el frasco inmediatamente después de haber tomado la muestra.

6.1.3. Muestras de un pozo de bombeo manual o mecánico.

Se debe bombear el agua por cinco (5) minutos antes de tomar la muestra. En dicho momento retirar cualquier tipo de filtro tales como medias, trapos, entre otros, que permiten la acumulación de material contaminante que puedan afectar los resultados.

6.1.4. Muestras para análisis de Oxígeno Disuelto.

Se toma en frascos Winkler; este se debe sumergir de manera horizontal con el fin de evitar que se formen burbujas dentro del recipiente; luego de tomar la muestra de agua, se le agrega 1 ml de una solución de sulfato manganoso, seguido de la adición 1 ml de solución alcali yoduro, luego tapar con el frasco Winkler cuidando de que no queden burbujas, ya que esto afecta el resultado de la determinación.

6.2. MUESTREO COMPUESTO.

Se recomienda realizar el muestreo por un período de 24h, aunque bajo algunas circunstancias puede ser preferible una muestra que represente un cambio en un lapso de tiempo menor. Para evaluar los efectos de las descargas se toma las muestras en el período durante el cual ocurren tales descargas.

Las muestras individuales se recogen cada hora, en algunos casos cada media hora, en incluso cada cinco minutos; este tiempo se establece según la duración total del muestreo y la cantidad de muestras individuales a tomar.

Las muestras individuales se recolectan en envases de abertura amplia, con un diámetro de al menos 35 mm en la boca y con una capacidad de 500 ml como mínimo, además si la muestra debe ser preservada, se agrega el correspondiente conservante al recipiente antes de tomar la muestra (**ver tabla 1**).

A estas muestras se le determina en el menor tiempo posible (prueba en campo) los componentes solicitados sujetos a cambios significativos e inevitables durante el almacenamiento, estos son: gases disueltos (oxígeno disuelto y dióxido de carbono), cloro residual, sulfuros solubles, temperatura y pH.

Se hace mediciones de caudal cada vez que se realice la toma de muestra individual. La medición de caudal se hace en forma manual utilizando un cronómetro y un recipiente aforado. El procedimiento a seguir es tomar un volumen de muestra cualquiera y medir el tiempo transcurrido desde que se introduce a la descarga hasta que se retira de ella. Siendo Q = caudal en L/s, V = volumen en L, t = tiempo en s, el caudal se calcula $Q = V/t$.

Finalizado el muestreo, se prepara la muestra compuesta mezclando todas las muestras individuales en un solo recipiente (este procedimiento se hace en el lugar de toma de la muestra o en el Laboratorio); la cantidad de muestra compuesta a preparar es de 2 L, y las cantidades a tomar de cada muestra individual se determinan con el caudal medido haciendo una relación entre el caudal de la muestra y un caudal promedio calculado. La formulas para determinar la cantidad de muestra son:

$$Q_{\text{promedio}} = \sum Q_{\text{muestras individuales}}$$

$$K_{\text{promedio}} = (V_{\text{muestra compuesta}} / \# \text{ muestras individuales})$$

$$K_{\text{muestra a tomar}} = (K_{\text{promedio}} * Q_{\text{muestra}} / Q_{\text{promedio}})$$

Donde Q es caudal en L/s, K es cantidad en ml y V es volumen en ml.

Ejemplo: Se desea preparar una muestra compuesta de 2L, los datos del muestreo y la cantidad a tomar de cada una se muestran en el siguiente cuadro:

		# muestra	tiempo (s)	V (L)	Q (L/s)	K a tomar (ml)
		1	5	0.56	0.11	225.35
		2	3	0.58	0.19	388.99
		3	2	0.55	0.28	553.31
		4	6	0.53	0.09	177.73
		5	7	0.56	0.08	160.96
		6	4	0.55	0.14	276.66
Q promedio		0.147	5	0.54	0.11	217.30
K promedio	285.71	total				2000.31

6.3. MUESTREO INTEGRAL.

El muestreo consiste en tomar muestras individuales a diferentes distancias y profundidades del cuerpo de agua.

Las muestras que se toman a nivel de la superficie del cuerpo de agua, se recolectan a unos 10 cm por debajo de la superficie del agua. Cuando se recolectan muestras a diferentes profundidades se usa un equipo especial para llevar a cabo dicha función. Siempre se procura tomar las muestras individuales con una diferencia de tiempo entre ellas lo más pequeño posible. El volumen a recolectar de muestra individual es de 500 ml o de 1000 ml.

Al final de muestreo individual, se prepara 2L de la muestra integral, mezclando todas las muestras individuales. La cantidad a tomar de muestra individual es la cantidad promedio calculada mediante la división del volumen de la muestra integral a preparar por el número de muestras individuales recolectadas, por ejemplo si se desea preparar 2L de muestra integral y se tomaron 10 muestras individuales, entonces se debe tomar 0.2L (200 ml) de cada muestra individual para preparar la muestra integral.

El tipo de recipiente que se debe usar para la muestra integral se especifica en la **tabla 1** al igual que el preservante que haya que usar (este se agrega al recipiente antes de adicionar la muestra integral).

6.4. TÉCNICAS DE CONSERVACIÓN.

Para reducir al máximo posible volatilización o biodegradación entre el momento de hacer la toma y el proceder al análisis se deben mantener la muestra a la menor temperatura posible, sin que llegue a congelarse. Lo mejor es empacar la muestra antes de enviarla en un recipiente con hielo molido o en cubitos o con sustitutos comerciales de hielo, asegurándose que el nivel del líquido no supere el nivel de la tapa del frasco con el fin de evitar dilución de la misma; no debe utilizarse hielo seco, porque este congelaría la muestra afectando el pH de la misma. La muestra debe mantenerse a cuatro grados centígrados (4 °C).

Sólo se utilizarán conservantes químicos (**ver tabla 1**) cuando se demuestre que éstos no alteran el resultado del análisis. En caso de utilizarse deberán añadirse al envase antes de poner la muestra de manera que todas las partes entren en contacto con el conservante al momento que sean recogidos.

Para el uso de dichas sustancias el laboratorio dará las recomendaciones en caso de que sea necesario para evitar posibles confusiones.

6.5. ENVÍO AL LABORATORIO.

Las muestras deben recolectarse y enviarse inmediatamente al laboratorio. Si se presenta algún retraso imprevisto, mantenerlas refrigeradas (no congeladas) a 4°C. El tiempo que tarda la muestra en llegar al laboratorio no debe ser superior a dos días.

Las muestras deben enviarse refrigeradas (no congeladas) en neveras de icopor (o similar) adicionándoles hielo; se deben tomar medidas para que el hielo utilizado en la refrigeración no contamine las muestras. Se recomienda empacar las muestras en bolsas plásticas debidamente selladas.

6.6. REQUERIMIENTOS GENERALES PARA LA TOMA DE MUESTRA DE AGUAS.

TABLA 1: Relación del parámetro a evaluar con el tipo de frasco a utilizar, con la cantidad mínima de muestra a recolectar, con el preservante requerido y con el tiempo máximo de almacenamiento permitido antes del análisis

Determinación	Recipiente	Volumen mínimo de muestra, mL	Tipo de muestra	Preservación	Almacenamiento máximo recomendado
Sólidos	P, V	200	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$	7 d
Sulfato	P, V	100	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$	28 d
Sulfuro	P, V	100	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$, agregar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 mL; agregar NaOH hasta pH mayor de 9	28 d
Temperatura	P, V	-	S	Análisis inmediato	0.25 h
Turbidez	P, V	100	S, C	Analizar el mismo día; para mas de 24h guardar en oscuridad, refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$	24 h
Yodo	P, V	500	S	Análisis de inmediato	0.25 h
Cloruro	P, V	50	S, C	No requiere	-
Color	P, V	500	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$	48 h
Compuestos orgánicos:					
Sustancias activas al azul de metileno (MBAS)	P, V	250	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$	48 h
Plaguicidas	V(s)	1000	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$, agregar 1000 mg/L de ácido ascórbico si presenta cloro residual (0.008% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en CFR 136)	7 d

IAS-001 TOMA DE MUESTRAS

Determinación	Recipiente	Volumen mínimo de muestra, mL	Tipo de muestra	Preservación	Almacenamiento máximo recomendado
Fenoles	P, V	500	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$. Agregar H_2SO_4 hasta $\text{pH} < 2.0$	Analizar lo más pronto posible
Conductividad	P, V	500	S, C	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	28 d
DBO	P, V	1000	S	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	6 h
Dióxido de cloro	P, V	500	S	Análisis inmediato	0.25 h
Dióxido de carbono	P, V	100	S	Análisis inmediato	0.25 h
DQO	P, V	100	S, C	Analizar lo más pronto posible, o agregar H_2SO_4 hasta $\text{pH} < 2.0$, refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	7 d
Dureza	P, V	100	S, C	Agregar HNO_3 hasta $\text{pH} < 2.0$	6 meses
Fluoruro	P	100	S, C	No requiere	28 d
Fosfato	V(A)	100	S	Para fosfatos disueltos filtrar inmediatamente; refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	48 h
Fosforo Total	P, V	100	S, C	Agregar H_2SO_4 hasta $\text{pH} < 2.0$, refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	28 d
Grasas y aceites	V	1000	S	Agregar HCl o H_2SO_4 hasta $\text{pH} < 2.0$, Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	28 d
Metales general	P(A), V(A)	1000	S, C	Filtrar inmediatamente, agregar HNO_3 hasta $\text{pH} < 2.0$	6 meses
Cromo VI	P(A), V(A)	250	S	Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$. preservar con buffer de Sulfato de Amonio hasta pH 9.3-9.7 como se especifica el método 3500-Cr.	28 d
Cobre colorimetría	P ó V	-	S, C	-	-
Mercurio	P(A), V(A)	500	S, C	Agregar HNO_3 hasta $\text{pH} < 2$, Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	28 d
Nitrógeno Amoniacal	P, V	500	S, C	Analizar lo más pronto posible, o agregar H_2SO_4 hasta $\text{pH} < 2.0$. Refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	7 d
Nitrato	P, V	100	S, C	Analizar lo más pronto posible refrigerar $\leq 6^{\circ}\text{C}$.	48 h

IAS-001 TOMA DE MUESTRAS

Nitrato+Nitrito	P, V	200	S, C	Agregar H ₂ SO ₄ hasta pH < 2.0. Refrigerar ≤6°C.	1-2 d
Nitrito	P, V	100	S, C	Analizar lo más pronto posible o refrigerar ≤6°C.	-
Orgánico Kjeldahn	P, V	500	S, C	Refrigerar ≤6°C. agregar H ₂ SO ₄ hasta pH < 2.0	7 d
Olor	V	500	S	Analizar lo más pronto posible, refrigerar ≤6°C	6 h
Oxígeno disuelto	V, Winkler	300	S	Electrodo, Analice inmediatamente. La titulación puede aplazarse después de la acidificación	0.25 h 8 h
Ozono	V	1000	S	Análisis inmediato	0.25 h
Determinación	Recipiente	Volumen mínimo de muestra, mL	Tipo de muestra	Preservación	Almacenamiento máximo recomendado
pH	P, V	50	S	Análisis inmediato	0.25 h
Salinidad	V, sello de cera	240	S	Análisis de inmediato o usar sello de cera.	6 meses
Sílica	P	200	S, C	Refrigerar ≤6°C	28 d
Acidez	P, V	100	S	Refrigerar ≤6°C	24 h
Alcalinidad	P, V	200	S	Refrigerar ≤6°C	24 h
Boro	P	1000	S, C	HNO ₃ hasta pH < 2.0	28 d
Bromuro	P, V	100	S, C	No requiere	28 d
Carbono orgánico total	P, V	100	S, C	Análisis inmediato; o refrigerar ≤6°C y agregar HCl, H ₃ PO ₄ o H ₂ SO ₄ hasta pH < 2.0	7 d
Cianuro total	P, V	1000	S, C	Analice dentro de 15 min. Agregar NaOH hasta pH > 12.0 si la muestra se va a almacenar, refrigerar ≤6°C en la oscuridad, adicionar tiosulfato si presenta cloro residual.	24 h
Cianuro clorable	P, V	1000	S, C	Remover el cloro residual con Na ₂ S ₂ O ₃ y refrigerar ≤6°C.	14 d, 24 h si presenta sulfuro
Cloro residual	P, V	500	S	Análisis inmediato	0.25 h
Clorofila	P, V	500	S	Sin filtrar, oscuro 4°C Filtrado, oscuro -20°C (No almacene en congelador sin escarcha)	28 d

IAS-001 TOMA DE MUESTRAS

P= plástico (polietileno o equivalente); V = vidrio, V(A) o P(A) = enjuagado con HNO_3 1:1; V(B) = vidrio enjuagado con solventes orgánicos o secado en estufa.

S= simple o puntual; C = compuesta.

7. REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

APHA-AWWA-WPCF, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22th Edition.
USA. Ed. United Book Press. Inc. Pág 1-37 a 1-46.