

Técnicas de muestreo de aguas. Recolección, manejo y preservación de muestras



Temática

- NTC-ISO 5667
- Tipos de muestra y muestreo
- Recipientes
- Manejo y preservación de muestras.
- Equipos de monitoreo



Juan Morales

Consultor Científico

juan.morales@hannacolombia.com

(57) 315 587 1739

📍 Medellín

Solicite su visita aquí



Importancia de un correcto muestreo

Los resultados analíticos de una cierta muestra, no podrán en ningún caso ser fieles a la realidad del agua estudiada, si no se realizan sobre una muestra cuya representatividad, método de recolección y mantención no sean correctos.

Objetivos del muestreo

- Seguimiento del recurso
- Control y vigilancia
- Modelamiento de los cuerpos de agua

NTC-ISO 5667

- La actividad de recolección y manejo de las muestras, es uno de los procesos más importantes y trascendentes en la caracterización de calidad de aguas.
- El principio fundamental de un muestreo de aguas es tomar una porción de agua de volumen adecuado, para ser convenientemente transportada y manipulada en el laboratorio. Este principio implica que la muestra debe ser manipulada en forma tal, que no ocurran cambios significativos en su composición antes que el análisis sea hecho.
- La recolección de muestras es un eslabón esencial en la cadena de monitoreo de calidad de aguas. La exactitud y confiabilidad de los resultados analíticos finales, se basan tanto en la representatividad de la muestra como en la exactitud de los métodos de ensayo aplicados.

NTC-ISO 5667

Gestión ambiental, calidad del agua, muestreo.

- Parte 1: Directrices para el diseño de programas de muestreo.
- Parte 2: Guia general para las técnicas de muestreo.
- Parte 3: Guia general para la conservación y manejo de muestras.

NTC-ISO 5667: Objetivo

Establecer los procedimientos para llevar a cabo el muestreo de aguas y aspectos involucrados en este proceso, tales como:

- Preparación de los envases.
- Preparación de los equipos, sean manuales o automáticos.
- Preparación de otros implementos necesarios para la recolección, hasta la preservación, transporte y manejo de las muestras una vez recolectadas.
- Controles y verificaciones mínimas que se deben aplicar al proceso, de manera de asegurar la calidad de los procedimientos.
- Técnicas de monitoreo desarrolladas.
- También es objeto de la presente norma, establecer la información mínima que se debe registrar, tanto durante las operaciones en terreno, como en el momento de la recepción de las muestras en el laboratorio

Tipos de muestras

- **Muestra instantánea; muestras en el sitio:** son muestras discretas; se recogen manualmente, pero también se pueden recoger automáticamente. Generalmente, cada muestra será representativa de la calidad del agua, únicamente en el tiempo y en el lugar en el cual se toma. Recomendada para parámetros inestables en el sitio tales como pH, cloro libre, temperatura entre otros.



www.hannacolombia.com



Tipos de muestras

- **Muestra periódicas:** pueden ser tomadas a intervalos fijos de tiempo o intervalos de flujo fijos (dependiente del volumen o del flujo).
- **Muestras continuas:** tomadas a velocidades de flujo fijas o velocidades de flujo variables.
- **Muestreo en serie:** muestras de perfil profundo (diversas profundidades, misma localización) y de perfil de área (misma profundidad, diversa localización)

Tipos de muestras

- **Muestras compuestas:** pueden ser obtenidas de manera manual o automática, sin depender del tipo de muestreo (dependiente del flujo, del tiempo, del volumen o de la localización). Las muestras tomadas en forma continua se pueden reunir para obtener muestras compuestas. Estas suministran datos promedios de composición de la muestra.



www.hannacolombia.com

Tipos de muestras

- **Muestras compuestas**

$$V_i = \frac{V \times Q_i}{n \times Q_p}$$

donde:

V_i = volumen de cada alícuota o porción de muestra,
 V = volumen total a componer (pueden ser 10 L),
 Q_i = caudal instantáneo de cada muestra,
 Q_p = caudal promedio durante el muestreo
 n = número de muestras tomadas

Tipos de muestreo

Los muestreos pueden ser realizados de manera manual o automática y la selección de uno u otro dependerá de las condiciones a las que nos enfrentemos en el sitio de muestreo.

Tipos de muestreo

- **Muestreo manual:** para sitios de fácil acceso. Tiene como ventaja permitir al encargado de tomar la muestra observar los cambios en las características del agua en cuanto a sustancias flotantes, color, aumento o disminución de caudal, etc.



www.hannacolombia.com

Tipos de muestreo

- **Muestreo automático:** es aconsejable cuando los sitios son de difícil acceso o cuando se justifica y se tiene la opción de contar con un muestreador automático. Tiene como ventaja más precisión en la toma de muestras y como desventaja la complejidad de su montaje y calibración.

Equipos para muestreo y recipientes: criterios de selección

- Minimización de la contaminación de la muestra de agua.
- Posibilidad de limpiar y tratar las paredes de los recipientes.
- Inactividad química y biológica del material.
- Errores por adsorción.
- Sensibilidad a la luz. .

Equipos para muestreo

Dados los requisitos normativos que regulan la actividad de muestreo para la recolección de muestras de aguas, se debe considerar en términos genéricos, los siguientes equipos para el desarrollo de esta actividad:

- Equipos para muestreo manual.
- Equipos de muestreo automático.



Selección de recipientes

Los recipientes utilizados para la recolección y transporte de las muestras representan el primer eslabón del proceso de muestreo y son un factor relevante para realizar esta tarea en forma correcta. Su selección, debe considerarse como mínimo:

- El parámetro a determinar y tipo de muestreo específico para el que serán utilizados.
- La resistencia a la ruptura, a los agentes químicos y a las bajas temperaturas de preservación y transporte
- Si es pertinente la resistencia a las altas temperaturas y presiones de esterilización (muestras microbiológicas)
- El tipo de boca y tapa para una adecuada eficiencia del sellado.
- La facilidad de reapertura.
- La posibilidad de limpieza y reusó.
- Tamaño, forma y peso para un uso práctico.

Selección de recipientes

Para evitar que no ocurran tanto interferencias negativas como positivas se debe incluir:

- Blancos
- Muestras adicionadas con niveles conocidos de analito o muestras de control de concentración conocida.

Puede ser necesario el lavado de recipientes nuevos con agua que contenga detergente, para remover el polvo y residuos de materiales de empaque, seguido por enjuague completo con agua de calidad apropiada.

Manejo y preservación de muestras

Las aguas, en particular las superficiales y residuales son susceptibles al cambio como resultado de reacciones físicas, químicas o biológicas que pueden ocurrir entre el tiempo de muestreo y análisis. De no tomar precauciones al momento del muestreo, transporte y almacenamiento las concentraciones determinadas serán diferentes a las del punto de muestreo.



www.hannacolombia.com

Manejo y preservación de muestras

En general, los métodos de preservación se limitan a:

- Control de pH.
- Adición de compuestos químicos.
- Refrigeración y congelamiento.

Para muestras que requieren la determinación de análisis fisicoquímico llenar completamente los recipientes de forma que no halla aire sobre la muestra.

Procedimiento de enfriamiento o congelación solo serán efectivos si se aplican inmediatamente después de la recolección.

Manejo y preservación de muestras

- Para las muestras biológicas se puede usar un preservante para la fijación o preservación de las muestras. Dependiendo del tipo de ensayo y analito a determinar, los preservantes químicos deben ser agregados a los envases, como parte de su preparación; en otras situaciones, a las muestras inmediatamente después de la recolección, de manera de comenzar la preservación desde el mismo momento del muestreo.

Manejo y preservación de muestras:

Preservantes

Los preservantes más comúnmente utilizados en análisis de agua son los siguientes, para la función que se indica:

- **Acido nítrico (HNO_3) p.a.:** solución de metales, previene precipitación; aplicable a metales en general.
- **Acido sulfúrico (H_2SO_4) p.a.:** inhibidor bacteriano aplicable a muestras orgánicas (*COT, DQO, N-NH₃, N-NO₃, N-Orgánico*).
- **Acido clorhídrico (HCl) p.a.:** para hidrolizar los jabones y romper las eventuales emulsiones, aplicable a aceites y grasas. También se usa como preservante en el ensayo de algunos compuestos orgánicos.
- **Alcali ($NaOH$) p.a.:** formación de sales con compuesto volátiles aplicable a cianuro.
- **Agente decolorante (tiosulfato de sodio) p.a.:** para neutralizar efecto de cloro residual, aplicable a muestras cloradas.
- **Agente quelante (EDTA) p.a.:** para reducir efecto tóxico de metales pesados sobre los microorganismos; aplicables a muestras que presenten metales pesados.
- **Refrigeración a $4^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$:** inhibidor bacteriano; aplicable a acidez, alcalinidad, color, olor, DBO, muestras bacteriológicas y en general a todos los ensayos que no permiten preservación mediante agente químico.

Manejo y preservación de muestras

Con relación a los cambios que pueden experimentar, los parámetros de calidad de agua pueden ser de tres tipos:

- **Conservativos:** parámetros que no cambian con el tiempo.
- **No conservativos que cambian con el tiempo:** parámetros que cambian con el tiempo, pero pueden ser estabilizados al menos por 24 h con tratamiento apropiado.
- **No conservativos que varían rápidamente con el tiempo:** parámetros que cambian con el tiempo y no pueden ser estabilizados adecuadamente con ningún tipo de preservante.

Por ejemplo: temperatura, oxígeno disuelto, pH, conductividad específica, transparencia.

Medición In Situ

- Estas mediciones se pueden hacer directamente en la corriente de aguas residuales o en un circuito cerrado de muestreo.
- Las mediciones se efectúan usando sensores o electrodos específicos, o equipos de análisis automáticos, equipados con un registrador o con un sistema de registro secuencial de datos, o con equipos portátiles

Medición In Situ

- Temperatura
- pH
- Color
- Turbiedad
- Conductividad
- Cloro residual libre



Requerimientos para conservación y almacenamiento de muestras.

| Parámetro a analizar | Conservación | Máximo almacenamiento Recomendado/ Regulatorio |
|-------------------------|--|--|
| Alcalinidad total | Refrigeración | 24h/14d |
| Cloruros | No requiere | 28d |
| Color | Refrigeración | 48h/48h |
| Cianuro total | Adicionar NaOH a pH >12, refrigerar en oscuridad | 24h/14 d; 24 h si hay sulfuro presente |
| Dureza | Adicionar HNO ₃ a pH < 2 | 6 meses/6 meses |
| Aceites y grasas | Adicionar HCl a pH < 2.0, refrigerar | 28d/28d |
| DBO | Refrigeración | 6h/48h |
| DQO | Analizar tan pronto sea posible, o adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar | 7d/28d |
| Conductividad eléctrica | Refrigeración | 28 d/28 d |
| Metales en general | Para metales disueltos filtrar inmediatamente, adicionar HNO ₃ a pH<2 | 6 meses/6 meses |
| Cromo VI | Refrigerar | 24h/24h |
| Mercurio | Adicionar HNO ₃ a pH<2, refrigerar | 28 d/28 d |

Requerimientos para conservación y almacenamiento de muestras.

| | | |
|------------------------------|--|--|
| Amonio | Analizar tan pronto como sea posible o adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar | 7 d/28 d |
| Nitrato | Analizar tan pronto como sea posible ó refrigerar | 48 h/48 h |
| Nitrato + Nitrito | Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar | 1-2d/28d |
| Nitrito | Analizar tan pronto como sea posible ó refrigerar | Ninguno/48 h |
| Nitrógeno orgánico, Kjeldahl | Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar | 7 d/28 d |
| Fenoles | Refrigerar, adicionar H ₂ SO ₄ a pH< 2.0 | Preferiblemente refrigerar durante el almacenamiento y analizar tan pronto sea posible /28 d después de la extracción. |
| Grasas y aceites | Adicionar HCl ó H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar | 28 d/28 d |
| Oxígeno disuelto, electrodo | Analizar inmediatamente | 0.25 h/ 0.25 h |
| Oxígeno disuelto, winkler | Analizar inmediatamente, puede retrasarse la titulación después de la acidificación | 8 h/8h |

Requerimientos para conservación y almacenamiento de muestras.

| Parámetro a analizar | Conservación | Máximo almacenamiento Recomendado/ Regulatorio |
|----------------------|---|--|
| pH | Analizar inmediatamente | 0.25 h/0.25 h |
| PO ₄ | Para fósforo disuelto filtrar inmediatamente; refrigerar | 48 h/ |
| Fósforo total | Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar | 28 d |
| Salinidad | Analizar inmediatamente | 6 meses |
| Sólidos | Refrigeración | 7 d/ 2-7 d |
| Sulfatos | Refrigeración | 28 d /28 d |
| Sulfuros | Refrigerar, adicionar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 mL muestra; adicionar NaOH a pH > 9.0 | 28d/7d |
| Temperatura | Analizar inmediatamente | 0.25 h/ 0.25 h |
| Turbidez | Analizar el mismo día, guardar en oscuridad hasta 24 horas; refrigerar | 24 h/48 h |

Informe de muestreo

- Localización y nombre del sitio del muestreo.
- Detalles del punto de muestreo
- Fecha de recolección.
- Método de recolección.
- Tiempo de recolección
- Nombre del recolector
- Condiciones climáticas.
- Naturaleza del tratamiento previo.
- Preservativo o estabilizador agregado.
- Datos recogidos en el campo.

www.hannacolombia.com



Medición de parámetros



- Medidores portátiles de pH

www.hannacolombia.com

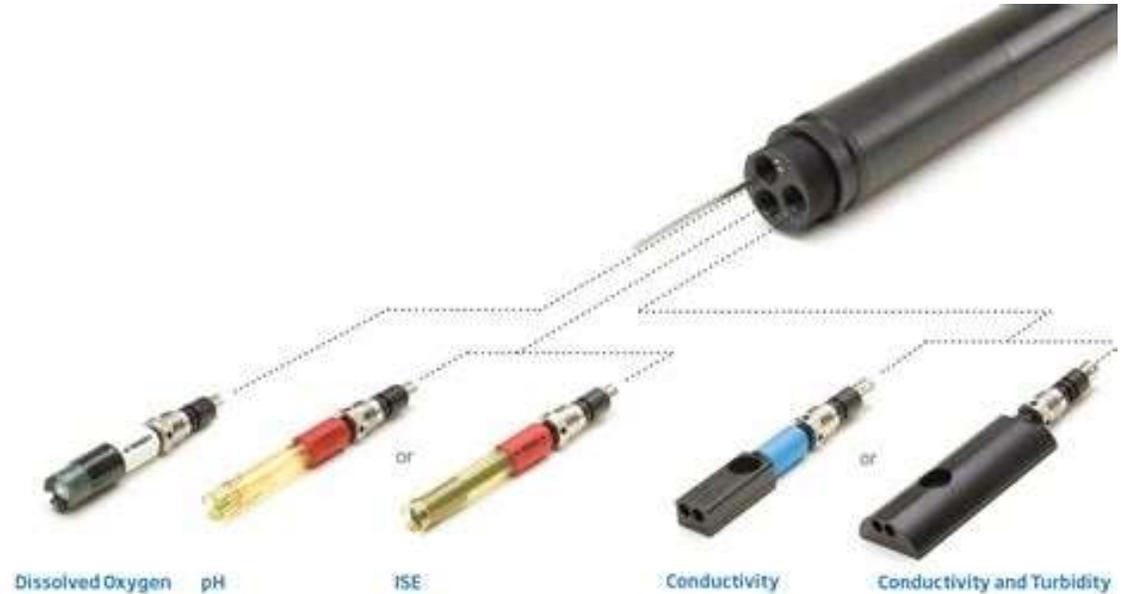
Medición de parámetros



- Medidores portátiles multiparametro pH, ORP, EC, OD, T, P

www.hannacolombia.com

Medición de parámetros



- Medidores portátiles multiparametro pH, ORP, ISE, EC, OD, T, P, turbidez.

www.hannacolombia.com

Medición de parámetros.

- Alcalinidad
- Acidez
- Cloruros
- Sulfatos
- Nitrato
- Amonio
- Fenoles
- DQO



- Fotómetro multiparámetro

www.hannacolombia.com



- Espectrofotómetro

 **HANNA**
instruments

Instrumentación de procesos.



- Controlador universal de pH/ ORP/ EC / OD



- Analizador cloro en línea

www.hannacolombia.com

GRACIAS
ARIGATO
SHUKURIA
JUSPAXAR
DANKSCHEEN
TASHAKKUR ATU
YAQHANYELAY
SUKSAMA
EKHMET
GRACIAS
MEHRBANI
PALDIES
BOLZIN
MERCY
BIYAN
SHUKRIA
TINGKI
THANK
YOU

www.hannacolombia.com

