

Importancia del Control de Calidad en Campo

Alejandro Ordoñez Ferrusco, Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.

RESUMEN

El objetivo primordial de cualquier estudio relacionado con la calidad del agua es proveer información y comprensión necesarias para el manejo inteligente y adecuado de los recursos acuáticos en general, sin importar cuál sea la dependencia o empresa encargada de dicho estudio. Inherentemente se incluye la responsabilidad de recolectar datos que describan de manera precisa y exacta los atributos físicos, químicos y biológicos de los sistemas acuáticos en cuestión, así como que constituyan una herramienta certera para establecer el comportamiento de los mismos a lo largo del espacio-tiempo y las interrelaciones entre sus diversas características. La confiabilidad y calidad asegurada de los datos es esencial para establecer la credibilidad e imparcialidad de la evaluación realizada por los encargados de los estudios. De aquí que esos datos deben provenir de muestras y análisis obtenidos de acuerdo con protocolos que sigan estrictas normas de control de calidad.

El Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA) ha establecido una serie de lineamientos para uniformar los procedimientos de muestreo y análisis en todos los proyectos que realiza, con el fin de asegurar la confiabilidad de la información que se genera durante la realización de cualquier estudio o proyecto de investigación. En este artículo se toma como base un estudio realizado para evaluar el comportamiento de algunos parámetros físicos, químicos y biológicos presentes en aguas litorales en una comunidad costera de México, con el fin de ejemplificar la aplicación de estos lineamientos. A lo largo del estudio se describen las prácticas de control de calidad que se implementaron, dando como resultado datos precisos y estadísticamente confiables, que aseguran que el procedimiento de muestreo fue realizado cumpliendo con los lineamientos establecidos en los manuales de operación del IMTA.

Palabras clave: muestreo, control de calidad, manejo estadístico de datos, calidad de aguas naturales.

1. INTRODUCCIÓN

Una metodología de muestreo sólida es particularmente importante en la calidad del trabajo ambiental, ya que suele ser muy grande la variabilidad natural y la provocada por las actividades humanas de los sistemas que se muestrean (como son los estuarios y ecosistemas marinos). Esto puede ser causa de que surjan errores significativos en las estimaciones de la calidad, no importando qué tan seguras y precisas puedan ser las metodologías analíticas utilizadas. Por otra parte, la calidad de los datos finales también puede verse afectada por las actividades que de manera habitual se realizan en el laboratorio, además de las operaciones que se realizan antes y después. Derivado de lo anterior, es de suma importancia que se establezcan programas de control de calidad, con el fin de disminuir al máximo posible, los errores en todos los pasos que llevan a la obtención de resultados en la evaluación de la calidad del agua de los sistemas en estudio.

La finalidad de una recolecta de muestras y realización de mediciones de campo es representar con exactitud las características del agua en un tiempo y espacio, por lo que es importante observar una serie de medidas (*in situ*) para preservar y mantener la calidad del agua conforme a los requerimientos establecidos. Una muestra es representativa, en la medida en que sus características correspondan a las de la gran masa total. Para lograr esta condición, deberán tomarse en cuenta factores como la homogeneidad del cuerpo de agua que se va a muestrear, el número de sitios que deberán muestrearse, la frecuencia que regirá al muestreo, el tamaño de las muestras individuales y las técnicas para tomar las muestras.

En la mayoría de los casos, las fuentes de agua no presentan una total homogeneidad, de manera que la obtención de una muestra representativa requiere de una buena técnica, además de un número y tamaño de muestras que sea adecuado al caso. La frecuencia del muestreo también puede afectar el grado de representatividad, puesto que un intervalo mal seleccionado así como una mala selección de los sitios de muestreo, no permitirá la detección de cambios importantes en las características del cuerpo de agua. Otros factores que inciden en la calidad de los datos, son las alteraciones causadas por efectos de la temperatura, el transporte de las muestras, el uso de equipos y/o instrumentos de medición, entre otros, por lo que se hace necesario establecer controles que detecten estas alteraciones potenciales.

El programa para asegurar la calidad de las actividades de muestreo en campo, consta de cuatro procedimientos que establecen los lineamientos que deben seguirse para la ejecución de un muestreo:

- Definición del Plan de Muestreo
- Determinación del Programa de Control de Calidad en Campo
- Selección de los Parámetros de Campo
- Selección de las Técnicas para Muestreo y Preservación de Parámetros

1.1 Plan de muestreo

Tiene como finalidad definir las pautas que se deben seguir para asegurar el cumplimiento de los parámetros de calidad, en la realización de los muestreos efectuados por el personal asignado a dicha actividad.

El plan de muestreo CAMT4-01 incluye los siguientes puntos:

- a) Nombre del cliente, bajo el que se registran las muestras y la emisión de los resultados externos. Dirección del cliente y/o proyecto.
- b) Objetivo, establece de forma clara el propósito del muestreo que se realizará, y debe estar enfocado a satisfacer las necesidades y/o los requerimientos del estudio o proyecto.
- c) Antecedentes, información previa que ayudará a comprender el propósito del muestreo.
- d) Visita prospectiva, reconocimiento de la zona de estudio con el fin de definir los puntos de muestreo, el tipo de muestreo (simple o compuesto según el caso), la definición de parámetros por determinar y límites de cuantificación que satisfagan los objetivos del estudio o proyecto, así como la identificación de los procedimientos de muestreo que se requerirán.



Figura 1. Geoposición de estaciones.

e) Personal participante y asignación de actividades, es en esta sección en donde se define la distribución de las actividades de muestreo, tomando en consideración personal para: 1) supervisión del muestreo, 2) recopilación de información geográfica y croquis de localización de los puntos de muestreo en la zona de estudio, 3) cálculo del volumen de muestra necesaria por parámetro de acuerdo con el procedimiento MLC09¹, el cual tiene como objetivo establecer los pasos a seguir para verificar que las muestras que ingresan al laboratorio, cumplan con los requisitos para los análisis solicitados, 4) preparación del material de muestreo (su función es reunir los contenedores considerando los recipientes para los blancos de viaje, de campo y dobles cuando aplique, así como supervisar su embalaje y transporte), 5) calibración y/o verificación de los instrumentos de medición. Todo el personal participante debe cumplir con la cadena de custodia (desde la toma de muestras hasta su entrega al área de garantía de calidad).



Figura 2. Identificación de recipientes.

¹ Manual de procedimientos de gestión de la calidad.

- f) En el rubro de datos generales, se registra la información para la programación de los análisis y contiene el lugar de muestreo, fecha o periodo en el que se realizará el muestreo, fecha de entrega de muestras al laboratorio, tipo de muestra, tipo de muestreo, número total de muestras, número total de frascos y contra qué Norma se compararán los resultados analíticos (para determinar los límites mínimos de cuantificación requeridos por parámetro).
- g) Los parámetros que se determinarán en el laboratorio, se presentan organizados por área y preservación, lo que permite, al personal, seleccionar cada parámetro de acuerdo a lo solicitado por el cliente y de esta forma determinar la relación de éstos.
- h) Lista de verificación, una vez definidos los parámetros y los puntos de muestreo, se procede a la preparación del muestreo, para ello en la lista de verificación se indicarán todos los requerimientos, como la preparación de contenedores, preservadores y soluciones, blanco de viaje, surrogados para el análisis de orgánicos, instrumentos de medición y de material de seguridad, entre otros.¹⁻³

1.2 *Control de calidad en campo*

Este procedimiento es el más importante, puesto que define y desarrolla los controles necesarios para disminuir (al máximo) y evaluar los posibles riesgos de contaminación para las muestras, ya sea por efectos de los procedimientos de muestreo o por las actividades de su traslado al laboratorio.

Para lograrlo, se preparan varios tipos de controles o blancos, que cumplen con diversas funciones:

- a) Blanco de viaje, que servirá para identificar la posible contaminación por efectos del traslado de las muestras, a partir de la salida del material, durante la realización del muestreo y hasta la entrega de las muestras para su análisis en el laboratorio. Este control se prepara antes de salir al sitio de muestreo, con agua desionizada, se preserva de acuerdo a los diferentes parámetros que se van a analizar, se envasa, se sella y se almacena en la misma hielera donde serán colocadas las muestras en cada fase del proceso de recolecta, manejo y envío.



Figura 3. Identificación blanco de viaje.

b) Blanco de campo, que permitirá revelar si existe alguna contaminación en las muestras por efecto del ambiente que prevalece en el sitio de muestreo. La preparación de este control se realiza en la estación de muestreo que se considere de mayor contaminación. Se prepara con agua desionizada y se preserva de acuerdo a los parámetros seleccionados; el recipiente se deja abierto durante el tiempo que dure el muestreo. Una vez concluida la preparación, el blanco se sella y se coloca en la hielera junto con las muestras colectadas bajo las mismas condiciones, para su traslado al laboratorio.



Figura 4. Blanco de campo expuesto.

c) Muestra doble, que tiene como finalidad evaluar el desempeño del personal asignado para el muestreo. Para ello se recolecta una muestra de agua simultáneamente en dos recipientes. La muestra control se identifica de tal manera que en el laboratorio no se conozca su origen, con lo cual se logra también llevar un control sobre el desempeño del analista. La medición de parámetros de campo y la colecta de las muestras se realiza de acuerdo con el procedimiento control de calidad en campo CAMT7-02.4-5



Figura 5. Toma de muestra doble.

1.3 *Parámetros de Campo*

La selección de los parámetros que se determinarán en campo, se hará de acuerdo a lo solicitado por el cliente o los requerimientos del proyecto, así como con las características de los sitios de muestreo. Las determinaciones de campo se realizan con base en el procedimiento CAMT4-02. 6-10



Figura 6. Registro de datos en campo.

1.4 *Técnicas de Muestreo y Preservación de Parámetros*

Al igual que los parámetros de campo, las técnicas de muestreo y preservación de los parámetros que se determinarán en el laboratorio, se seleccionarán de acuerdo a los requerimientos del cliente y/o proyecto.

El muestreo en campo se basa en el procedimiento CAQAF4-01, que establece la metodología para realizar el muestreo de agua, así como los métodos de preservación para los parámetros fisicoquímicos solicitados. Dicho procedimiento es aplicable en agua residual, marina, natural (superficial y profunda) y potable. También incluye los criterios que se deben considerar para la toma de muestras y los requerimientos para su envasado y preservación.¹¹⁻¹²



Figura 7. Procedimiento de verificación de preservación de las muestras.



Figura 8. Verificación del pH de las muestras.



Figura 9. Muestras preservadas para su análisis.



Figura 10. Muestras preservadas a pH <4.



Figura 11. Empaquetado de muestras para su transporte.



Figura 12. Transporte de muestras para su análisis en el laboratorio.

2. METODOLOGÍA APLICADA EN EL ESTUDIO

2.1 *Parámetros de campo*

Teniendo como base el procedimiento CAGC4-02.2 (para muestreos en agua superficial y agua residual), en campo se realizaron mediciones de temperatura, conductividad eléctrica (CE), potencial de hidrógeno (pH) y oxígeno disuelto, con equipo multiparamétrico HANNA. Los registros de los datos almacenados en éste se procesaron mediante el software HI 92000 V4.9, en plataforma Windows, con lo que se obtuvo una base de datos en archivo electrónico. Para las mediciones de turbiedad se utilizó un Turbidímetro portátil, marca HACH, modelo 2100P. Las lecturas se tomaron de forma instantánea y se registraron en la bitácora.¹³



Figura 13. Equipo de campo: HANNA multiparamétrico y turbidímetro HACH



Figura 14. Medición de parámetros fisicoquímicos.

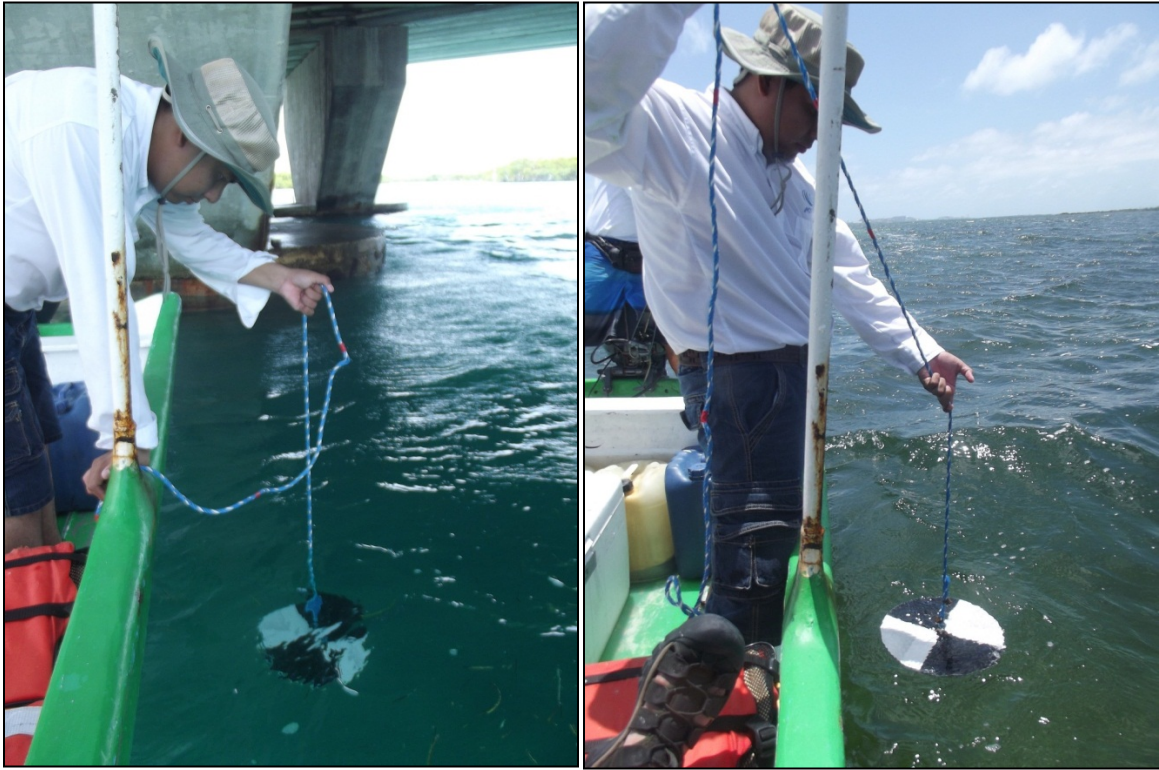


Figura 15. Medición de transparencia con disco de Secchi.

2.2 Muestreo y preservación de parámetros fisicoquímicos

La toma de muestras en campo se realizó con base en el procedimiento CAQAF4-01, que establece la metodología correcta y los criterios que se deben considerar para la toma de muestras, manejo, envasado y conservación para el traslado, así como las técnicas de preservación de los parámetros fisicoquímicos solicitados.



Figura 16. Muestreo de agua para determinaciones fisicoquímicas.



Figura 17. Muestra de agua para análisis fisicoquímico.

2.3 Muestreo y preservación de parámetros microbiológicos

Para el caso de los parámetros de tipo microbiológico (bacterias, principalmente) se siguieron los criterios establecidos en “Lineamientos para Determinar la Calidad de Agua de Mar para Uso Recreativo con Contacto Primario”, aplicando las siguientes consideraciones:

- a) En zonas de oleaje tranquilo, las muestras se tomaron en áreas donde la profundidad del agua llegaba a un metro, a contra corriente del flujo entrante y a 30 cm bajo la superficie del agua.
- b) En zonas de playa con rompiente cercana a la orilla, se pasó la rompiente a una profundidad del agua de 1.0 a 1.5 m. Asimismo, la toma se efectuó a contra corriente del flujo entrante y a 30 cm bajo la superficie del agua.
- c) En los sitios donde existía una pendiente de fondo pronunciada, se tomó la muestra en la orilla, donde la profundidad del agua estaba entre el tobillo y la rodilla, a contracorriente y procurando contener la cantidad mínima de arena.

Se utilizaron bolsas de polietileno estériles con cierre hermético, de 300 mL de capacidad (sin conservadores químicos, puesto que se trataba de agua marina). Las muestras se preservaron con hielo, en la oscuridad (hielera) para su transporte al laboratorio, evitando la inmersión de los recipientes en el agua deshielada. El tiempo desde la toma de las muestras hasta su análisis no rebasó las 24 horas. 3, 14



Figura 18. Procedimiento correcto para muestreo bacteriológico.



Figura 19. Muestreo de indicadores bacteriológicos.



Figura 20. Cerrado de bolsa estéril con muestra de agua.



Figura 21. Preservación en hielo de muestras bacteriológicas y fisicoquímicas.

3. RESULTADOS Y EVALUACIÓN

La finalidad de este artículo es presentar un panorama general de las actividades de muestreo, así como destacar la importancia de los programas de control de calidad del muestreo, por lo que en este apartado no se presentan los resultados numéricos de los análisis, sino que se establece la efectividad de los procedimientos de campo aplicados de acuerdo con los datos obtenidos de los controles o blancos. Para esto, se tomaron en cuenta los resultados de cuatro estaciones de muestreo, debido a que presentaron características específicas y problemáticas distintas (figuras 22, 23, 24 y 25).



Figura 22. Muelle....PCAR1



Figura 23. Muelle...PCAR2



Figura 24. Playa....PCAR3



Figura 25. Playa...PCAR4

El tratamiento de los datos que se obtienen del análisis de los controles o blancos, se realiza mediante un programa estadístico específico. Este programa establece las desviaciones máximas permisibles (margen de error aceptable) para cada paso del Plan de Muestreo.

Referente al Plan de Muestreo aplicado en este estudio, los resultados se contrastaron con aquellos de los controles, dando como resultado ausencia de variación significativa entre unos y otros, determinándose que el Plan de Muestreo se aplicó eficientemente en todas sus fases, y que los resultados numéricos de los parámetros analizados son confiables.

4. CONCLUSIONES

Como conclusión general de este trabajo, podemos afirmar que la efectividad de una operación de toma de muestras es inversamente proporcional a la diferencia entre los valores determinados y los valores reales de los parámetros en estudio. Los errores asociados con la estimación de la calidad son la suma de los errores en la toma de muestras, análisis y variabilidad de la calidad del ambiente muestreado.

No considerar el conjunto de errores en las operaciones de muestreo puede resultar en un elevado riesgo en la toma de decisiones, como por ejemplo, sobreestimación del presupuesto o viceversa, para restaurar o mantener la calidad del cuerpo de agua estudiado. De aquí la importancia de establecer planes de muestreo eficientes y contar con lineamientos que aseguren la buena calidad de los mismos.

Referencias

1. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración ISO/TEC 17025:2005.
2. NMX-AA-003-1980, Aguas residuales – muestreo.
3. NMX-AA-115-SCFI-2001, Análisis de Agua – Criterios Generales par el Control de la Calidad de Resultados Analíticos.
4. U.S.E.P.A. Science Ecosystem Support Division Region 4, Environmental Investigations Standard Operating Procedures and Quality Assurance Manual, Athens, Georgia, USA, 1996.
5. WRRC. Manual de Campo para el Muestreo de la Calidad del Agua, Water Resources Research Center, Arizona Department of Environmental Quality (ADEQ). Tucson, Arizona. Marzo 1995, 57 pp.
6. NOM 001-ECOL-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
7. NMX-AA-012-SCFI-2001, Análisis de Agua –Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.
8. NMX-AA-007-SCFI-2000, Análisis de Agua – Determinación de Temperatura en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de Prueba.
9. NMX-AA-008-SCFI-2000, Análisis de Agua – Determinación de pH - Método de Prueba.
10. NMX-AA-093-SCFI-2000, Análisis de Agua – Determinación de Conductividad Eléctrica – Método de Prueba.
11. APHA, AWWA, WEF, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, Washington, American Public Health Association, 1998, 20th ed., part 1060.
12. International Organization for Standarization ISO-5667-3.
13. HACH Company 1991-2004, Manual de Procedimiento del Turbidímetro Portátil Modelo 2100 P.
14. Secretaria de Salud, Comisión Federal para la Protección contra riesgos Sanitarios. Lineamientos para Determinar la Calidad de Agua de Mar para Uso Recreativo con contacto Primario. Marzo 2004.