

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

CONTENIDO

1.	OBJETIVO.....	2
2.	ALCANCE	2
3.	RESPONSABLES.....	2
4.	TERMINOS Y DEFINICIONES	2
5.	REFERENCIA NORMATIVA/DOCUMENTOS REFERENCIALES	3
6.	CONDICIONES GENERALES/ POLITICAS DE OPERACIÓN	3
7.	TIPOS DE MUESTRAS	4
7.1	MUESTRA SIMPLE O PUNTUAL	4
7.2	MUESTRA COMPUESTA	4
8.	REQUERIMIENTOS	4
8.1	PERSONAL	4
8.2	EQUIPOS Y MATERIALES	4
8.3	PLAN DE MUESTREO	5
9.	DESARROLLO	5
9.1	MEDICIÓN DE CONTROL	5
9.2	MEDICIONES IN SITU	7
9.2.1	MEDICIÓN DE PH	7
9.2.2	MEDICIÓN DE TEMPERATURA	7
9.2.3	MEDICIÓN DE OXÍGENO DISUELTO	8
9.2.4	MEDICIÓN DE CONDUCTIVIDAD	8
10.	FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS.....	8

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

1. OBJETIVO

Describir los requerimientos, instrucciones y cuidados que se deben tener en cuenta para la toma de muestras de aguas superficiales, residuales y domésticas, por parte del Laboratorio de Aguas de la Universidad del Quindío.

2. ALCANCE

El propósito de un análisis de agua es el de evaluar las propiedades de una muestra (en este caso agua superficial, residual doméstica o industrial y/o doméstica), cuyos resultados deben ser confiables y adecuados al propósito para el cual fueron solicitados, debido a que esta información es usada para la toma de decisiones.

El presente instructivo aplica para muestreo puntual y compuesto de aguas.

3. RESPONSABLES

La ejecución de este instructivo es responsabilidad del personal de laboratorio de aguas y aquel que colabore con la ejecución del muestreo.

4. TERMINOS Y DEFINICIONES

Afluyente: Entrada a un sistema de tratamiento o de una corriente a otra.

Aforo: Medición del caudal.

Alícuota: Porciones de muestras individuales recolectadas en un solo sitio de muestreo proporcionalmente al caudal y mezcladas al final del muestreo para formar una muestra compuesta que ingresa al Laboratorio de Aguas de la Universidad del Quindío para su análisis.

Cadena de Custodia: Control y seguimiento de las condiciones de recolección de la muestra, preservación, codificación, transporte y análisis, esencial para asegurar la integridad de la muestra desde su recolección hasta el reporte de los resultados. Es la evidencia de la trazabilidad del muestreo.

Caudal: Volumen de agua por unidad de tiempo en m^3/seg o L/seg

Cliente: Persona natural o jurídica que solicita un servicio de análisis de agua.

Efluente: Salida de un sistema de tratamiento.

Matriz: Tipo de muestra que será sometida al análisis.

Muestra Compuesta: Combinación de muestras puntuales tomadas en el mismo sitio durante un tiempo determinado.

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Muestra Integrada: Muestras puntuales tomadas simultáneamente en diferentes puntos o lo más cercanas posibles.

Muestra Puntual (simple): Muestra recolectada en un lugar y tiempo específico y que refleja las circunstancias particulares bajo las cuales se hizo su recolección.

Muestra: Parte representativa del material a estudiar (agua natural, agua para consumo humano, agua superficial, agua subterránea, agua residual industrial, agua residual doméstica) en la cual se analizarán los parámetros de interés.

Preservación: Procedimiento para estabilizar los constituyentes de la muestra con el fin de retardar los cambios químicos y biológicos que pueden afectar el análisis.

Procedencia: Sitio general de origen de la muestra: cuenca, microcuenca, empresa, acueducto, planta de tratamiento, alcantarillado, etc.

Recepción: Proceso de ingreso y registro de las muestras a analizar, en el cual se verifican las condiciones de la muestra y del servicio.

Recipiente Muestreo: Recipiente utilizado para recolectar las muestras de acuerdo con su naturaleza y los parámetros a analizar. Pueden ser de plástico o vidrio.

Recolector: Nombre claro y cargo de la persona responsable de la recolección de la muestra.

Remisión de Muestra: Formato que acompaña a cada una de las muestras que requieren subcontratación de análisis. Incluye datos de identificación de la muestra, observaciones de campo, parámetros solicitados y datos del recolector, además las condiciones generales y específicas para la prestación del servicio.

Representatividad: Significa que los parámetros en la muestra deben tener el mismo valor que en el cuerpo de agua en el lugar y tiempo de muestreo. Para ello, el cuerpo de agua debe estar mezclado totalmente en el lugar de muestreo.

Rótulo: Etiqueta en la que se anota los datos de identificación de la muestra (No. de la muestra, fecha, hora. Sitio de Recolección: Sitio exacto donde se toma la muestra.

5. REFERENCIA NORMATIVA/DOCUMENTOS REFERENCIALES

Requerimiento de la autoridad ambiental competente

6. CONDICIONES GENERALES/ POLITICAS DE OPERACIÓN

Utilizar los elementos de protección personal y conocer las hojas de seguridad de los productos químicos manejados

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

7. TIPOS DE MUESTRAS

7.1 MUESTRA SIMPLE O PUNTUAL

Una muestra representa la composición del cuerpo de agua original para el lugar, tiempo y circunstancias particulares en las que se recolectó. Este tipo de muestra aplica para aguas de suministro, aguas superficiales, pero muy pocas veces para vertimientos.

7.2 MUESTRA COMPUESTA

Es la combinación de muestras simples o puntuales tomadas en el mismo sitio durante diferentes tiempos. Se utilizan para obtener concentraciones promedio, para calcular las respectivas cargas o eficiencias de los sistemas de tratamiento.

El periodo de composición de la muestra depende de las características de la muestra o el objetivo del muestreo. Y pueden ir desde mínimo 4 h hasta 24 h.

Para algunos parámetros se requiere siempre muestra puntual tales como: Grasas y Aceites, microbiológico, Sulfuros, Oxígeno Disuelto, Plaguicidas, Cloro residual.

8. REQUERIMIENTOS

8.1 PERSONAL

Las actividades descritas a continuación deben ser realizadas por un profesional y/o técnico debidamente capacitado y avalados por el Laboratorio de Aguas de la Universidad del Quindío en la toma de muestras de agua, en la operación de equipos de campo y con conocimientos básicos en química.

8.2 EQUIPOS Y MATERIALES

La siguiente es una lista general de los implementos requeridos en el momento del muestreo:

- ✓ Equipos portátiles para mediciones de temperatura, pH, conductividad eléctrica, oxígeno disuelto.
- ✓ Baldes plásticos de 10 L de capacidad, con llave, para la composición de muestras y medición de caudal cuando se requiera.
- ✓ Tubo plástico para homogenización de la muestra compuesta.
- ✓ Probeta plástica graduada de 500 mL - 1000 mL – 2000 mL.
- ✓ Cronómetro.
- ✓ Neveras con suficientes bolsas de hielo para mantener una temperatura cercana a 4°C.
- ✓ Frasco lavador.
- ✓ papel absorbente.
- ✓ Cinta de enmascarar.
- ✓ Bolsa pequeña para basura.
- ✓ Tabla portapapeles.
- ✓ Guantes.
- ✓ Papel aluminio (cuando se requiera).
- ✓ Agua destilada. En su defecto utilizar agua embotellada o de bolsa.

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

- ✓ Manila o cuerda.
- ✓ Bolígrafo.
- ✓ Preservantes para muestras: Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), Ácido nítrico (HNO_3), Hidróxido de sodio (NaOH) 6N, Acetato de Zinc 6N, Ácido clorhídrico concentrado (HCl) u otro cuando se requiera.
- ✓ Recipientes plásticos y de vidrio. Varía según requerimientos de análisis.
- ✓ Bolsa plástica para guardar los formatos.
- ✓ Papel indicador universal, para verificación de pH de preservación.
- ✓ Barra de hierro para levantar tapas de cajas de inspección.
- ✓ Documentos de identificación personal.
- ✓ ropa de trabajo cómoda y que le brinde protección adecuada
- ✓ Gafas de seguridad
- ✓ Máscara respiradora con filtros para ácidos y vapores orgánicos
- ✓ Impermeable
- ✓ Botas de caucho

8.3 PLAN DE MUESTREO

El personal de campo encargado de realizar el muestreo recibirá el formato M.EDS-04.LA.INT.37.F.01 Plan de Muestreo del Laboratorio de Aguas, donde se encuentran definidos la cantidad de lugares a monitorear, tipo de muestreo, tiempo de muestreo y parámetros a analizar, con dicha información se realiza el alistamiento del material de campo y accesorios adicionales necesarios.

9. DESARROLLO

Cuando se vaya a realizar muestreo se deben seguir las siguientes instrucciones:

Realizar el alistamiento del material de campo un día antes de la salida (de ser posible). Inicialmente se rotulan los recipientes o botellas indicando el código asignado por el laboratorio y formatos necesarios. Diligenciar la M.EDS-04.LA.INT.37.F.02 Lista de Chequeo de Muestreo para el Laboratorio de Aguas, de esta forma se garantiza el traslado de todos los elementos necesarios para realizar el muestreo.

NOTA: Cuando el muestreo es realizado por una empresa o una entidad diferente de la Universidad del Quindío se acepta la remisión de la muestra, siempre que tenga toda la información básica requerida para la radicación de la muestra.

9.1 MEDICIÓN DE CONTROL

La medición de caudal implica determinar la cantidad o volumen de agua que pasa por un lugar por unidad de tiempo.

Preferiblemente se realizará por el método volumétrico manual, empleando cronómetro y un balde. Se debe realizar purga del balde antes de iniciar el proceso de muestreo. Colocar el balde bajo la descarga de tal manera que reciba todo el flujo; simultáneamente activar el cronómetro. Tomar un volumen de muestra entre 1 y 10 L, dependiendo de la velocidad de llenado, y se debe medir el tiempo transcurrido desde el inicio hasta la finalización de la recolección de la descarga; siendo Q el caudal (en litros por segundo, L/s), V el volumen (en litros, L), y t el tiempo (en segundos, s), el caudal se calcula como $Q = V / t$, para ese instante de tiempo.

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Para recolectar las alícuotas de una muestra compuesta el intervalo máximo es de media hora, en un tiempo de composición mínimo de 4 horas.

La muestra compuesta se obtiene mezclando en un balde con llave los volúmenes de cada porción necesarios según la siguiente fórmula:

$$\text{Volumen de alícuota} = \frac{V * Qi}{n * Qp}$$

Donde:

V: volumen a componer

Qi: caudal de la submuestra

n: número de submuestras

Qp: caudal promedio

Una vez mezclados los volúmenes, homogenizar el contenido del balde por agitación con un tubo plástico limpio y proceder al llenado de los recipientes correspondientes a los parámetros a analizar en el laboratorio. Los rótulos de las botellas cuentan con la información de los analitos y la preservación respectiva.

Para algunos parámetros se requiere siempre muestra puntual, tales como: Grasas y Aceites, microbiológico, acidez, alcalinidad, Sulfuros, Oxígeno Disuelto, Plaguicidas, Cloro residual.

Preservar las muestras dependiendo del parámetro a analizar, según se relaciona en las siguientes tablas.

Parámetro a analizar	Conservación
Alcalinidad total	Refrigeración
Cloruros	No requiere
Color	Refrigeración
Cianuro total	Adicionar NaOH a pH >12, refrigerar en oscuridad
Dureza	Adicionar HNO ₃ a pH < 2
Aceites y grasas	Adicionar HCl a pH < 2.0, refrigerar
DBO	Refrigeración
DQO	Analizar tan pronto sea posible, o adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar
Conductividad eléctrica	Refrigeración
Metales en general	Para metales disueltos filtrar inmediatamente, adicionar HNO ₃ a pH<2
Cromo VI	Refrigerar
Mercurio	Adicionar HNO ₃ a pH<2, refrigerar
Amonio	Analizar tan pronto como sea posible o adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar
Nitrato	Analizar tan pronto como sea posible ó refrigerar
Nitrato + Nitrito	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar
Nitrito	Analizar tan pronto como sea posible ó refrigerar

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Nitrógeno orgánico, Kjeldahl	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar
Fenoles	Refrigerar, adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0
Grasas y aceites	Adicionar HCl ó H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar
Oxígeno disuelto, electrodo	Analizar inmediatamente

Parámetro a analizar	Conservación
pH	Analizar inmediatamente
PO ₄	Para fósforo disuelto filtrar inmediatamente; refrigerar
Fósforo total	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH < 2.0, refrigerar
Salinidad	Analizar inmediatamente
Sólidos	Refrigeración
Sulfatos	Refrigeración
Sulfuros	Refrigerar, adicionar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 mL muestra; adicionar NaOH a pH > 9.0
Temperatura	Analizar inmediatamente
Turbidez	Analizar el mismo día, guardar en oscuridad hasta 24 horas; refrigerar

9.2 MEDICIONES IN SITU

9.2.1 Medición de pH

En general se puede realizar directamente sobre el efluente o al tomar una muestra de éste en un vaso de precipitado, previamente enjuagado con el efluente. Esta medición se hace a través de un equipo potenciométrico portátil con un electrodo para pH. Debe esperarse a que el equipo indique un valor estable de la medida.

El electrodo para medir pH debe lavarse con agua destilada luego de la medición, para limpiar la suciedad que le pueda haber dejado el efluente.

El equipo potenciométrico debe calibrarse regularmente, antes de iniciar el muestreo, con soluciones buffer de pH conocido, en general se utilizan los de pH 4 y 7. En aguas residuales ordinaria se esperan pH de entre 5 y 9, mientras que en aguas residuales especiales el valor eventualmente puede estar fuera de este rango.

9.2.2 Medición de Temperatura

Puede medirse en forma directa en el efluente o en la muestra extraída para medir pH. Se utilizan en general termómetros digitales de muestreo, con rangos de entre -10 y 100°C, pero puede usarse cualquier tipo de termómetro que permita una sensibilidad de por lo menos 0.1°C. El tiempo de espera para la estabilización de la medida dependerá del equipo utilizado.

En aguas residuales ordinarias o ríos, los valores de temperatura son ligeramente inferiores a la temperatura ambiente, por lo que se recomienda muestrear la temperatura ambiente para hacer la comparación. En cambio, la temperatura en aguas residuales especiales o industriales dependerá del proceso que las genere.

INSTRUCTIVO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL, RESIDUAL Y DOMÉSTICA EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

9.2.3 Medición de Oxígeno Disuelto

De la misma forma que con el pH, el electrodo de evaluación de oxígeno se sumerge en el efluente directamente o en la muestra tomada en un recipiente y se deja estabilizar la medida. El electrodo de medida debe enjuagarse con agua destilada luego de utilizarse, a fin de limpiarlo de cualquier suciedad proveniente del efluente.

9.2.4 Medición de Conductividad

La conductividad es una medida de la capacidad para conducir la corriente (o de la resistencia que se opone a ella) en un efluente, lo cual se relaciona con el contenido de sales en él. Igual que para los parámetros anteriores, puede medirse directamente en el efluente o en la muestra tomada en un recipiente.

Se debe observar la unidad que indica el equipo para la medida, que en general se encuentra en el orden de la mili siemens por centímetro ($\mu\text{S}/\text{cm}$ o Ms/cm) para aguas residuales.

Como se ha recomendado para todos los electrodos, es necesario que el área de medida este completamente sumergida y luego lavarla con agua destilada para eliminar suciedades. En algunos casos es posible asociar la media de conductividad con la cantidad de sólidos disueltos del sistema, pero esto requiere una evaluación de las características del efluente.

Registre en el formato M.EDS-04.LA.INT.37.F.03 Captura de Datos en Campo, todas las observaciones a que haya lugar durante el muestreo y la integración de la muestra.

Se debe evitar la inclusión de objetos flotantes y/o sumergidos. Extraer la muestra del balde a través de la llave, nunca sumergir las botellas.

NOTA: en caso de muestras de lixiviados, agregar el preservante a las botellas antes de llenarlas con muestra. Tapar cada botella y agitar.

Colocar las botellas dentro de la nevera y agregar pilas de hielo suficientes para mantener la temperatura requerida para su transporte el mayor tiempo posible.

10. FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS

M.EDS-04.LA.INT.37.F.01 Plan de Muestreo del Laboratorio de Aguas

M.EDS-04.LA.INT.37.F.02 Lista de Chequeo de Muestreo para el Laboratorio de Aguas

M.EDS-04.LA.INT.37.F.03 Captura de Datos en Campo

M.EDS-04.LA.INT.37.F.04 Cadena de Custodia para Muestreo

Elaboró: Jonathan Henao Valencia / Luis Alfonso Salazar Guerrero – Analistas Laboratorio de Aguas	Revisó: Lina Marcela León Gallón –Dirección técnica laboratorio aguas Diana Milena Cardona Lindo – Profesional Apoyo Acreditación de Laboratorios	Aprobó: Luis Fernando Polanía Obando – Vicerrector de Extensión y desarrollo Social
Fecha: 2019/09/24	Fecha: 2020/11/06	Fecha: 2020/02/20