

## **1. OBJETIVOS**

**1.1** Proporcionar lineamientos para realizar la toma de muestra en aguas residuales.

**1.2** Especificar los cuidados que se deben tener para realizar el muestreo en corrientes de aguas residuales que puedan contener residuos de PCB

## **2. ALCANCE DE LA APLICACIÓN**

Esta norma contiene detalles sobre muestreo de aguas residuales domésticas e industriales; es decir, el diseño de programas y técnicas para la recolección de muestras. Cubre las aguas residuales en todas sus formas: aguas residuales industriales (ARI) y las aguas residuales domésticas (ARD) tratadas y sin tratar.

## **3. FUNDAMENTO TEÓRICO**

Los métodos de muestreo consisten en la extracción de una porción considerada como representativa de una masa de agua residual con el propósito de examinar diversas características definidas, en este caso, el grado de contaminación por bifenilos policlorados.

La eficaz realización de un análisis empieza con el cuidado que se debe tener al tomar la muestra de agua residual. Las diversas muestras que se pueden obtener son las siguientes:

**Simples:** Muestras representativas tomadas de una fuente o masa de agua de composición constante, tanto en el tiempo como en el espacio.

**Compuestas:** Son las mezclas de muestras simples recogidas en el mismo punto en distintos momentos, cuyo volumen en la composición es proporcional al caudal. Se suelen denominar como muestras compuesta-tiempo.

**Integradas:** Son mezclas de muestras simples que se recogen en distintos puntos al mismo tiempo. Muestras compuestas-espacio.

Para el caso de muestras a las cuales se les va a determinar PCB, es necesario que su recolección sea puntual, en un recipiente de vidrio ámbar protegido con sello de aluminio y/o tapa de teflón, totalmente llena.

## **4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL**

**4.1.** Cuando se trabaja en alcantarillados, pozos sépticos, estaciones de bombeo y plantas de tratamiento de aguas residuales, se debe tener conocimiento de lo siguiente:

- a) El peligro de explosión causada por las mezclas de gases explosivos en el sistema de alcantarillado.
- b) El riesgo de envenenamiento por gases tóxicos, por ejemplo, sulfuro de hidrógeno (H<sub>2</sub>S) y monóxido de carbono (CO).
- c) El riesgo de sofocación causada por la falta de oxígeno.
- d) El riesgo de enfermedades causadas por organismos patógenos presentes en las aguas residuales.
- e) El riesgo de heridas físicas debidas a caídas o deslizamientos.
- f) El riesgo de ahogamiento.
- g) El riesgo de impacto de objetos que caen.

**4.2** Antes de entrar en un espacio confinado, se debe seguir el siguiente procedimiento, tanto en la parte superior como en el fondo:

- a) Verificar si hay riesgo de explosión, utilizando un exposímetro o dispositivo similar.
- b) Verificar la presencia de H<sub>2</sub>S, CO o cualquier otro gas tóxico cada vez que sea necesario, utilizando un detector de gases apropiado.
- c) Verificar que el nivel de oxígeno en el aire sea suficiente (es decir, aproximadamente 20 % (V/V)).

Si en estas verificaciones se confirma que las condiciones de trabajo no son aceptables, el alcantarillado o pozo de inspección se debe ventilar hasta que se obtengan las condiciones aceptables. Entonces se procederá a realizar el ensayo, teniendo en cuenta los siguientes aspectos:

- d) No se debe ingresar a un espacio confinado a menos que en el exterior permanezcan suficientes personas en caso de que sea necesario realizar un rescate. Cada persona que entre a un espacio confinado deberá usar un arnés de rescate que está comunicado con el exterior por medio de una cuerda de seguridad. Todo el personal debe estar en comunicación directa y permanente.
- e) Cualquier persona que entre en un pozo de inspección o espacio confinado deberá portar un equipo de respiración aun cuando la atmósfera del lugar ya haya sido revisada antes de entrar. Al menos dos miembros del equipo de rescate que se encuentran en el exterior deberán tener a mano un aparato de respiración (careta) que cubre todo el rostro (*full-face*), en el caso de que deban efectuar un rescate.
- f) Se debe utilizar los elementos de protección personal: overol, botas de caucho, gafas de seguridad, casco de seguridad, guantes de nitrilo, respirador con cartuchos para vapores orgánicos.

- g) Mientras la persona se encuentra en el espacio confinado, debe portar el equipo de monitoreo atmosférico apropiado. Si este equipo indica el desarrollo de condiciones atmosféricas peligrosas, todas las personas que se encuentran en el espacio confinado deben salir inmediatamente. Este espacio confinado se debe ventilar hasta que se demuestre que la atmósfera es apta para respirar.
- h) Se deben observar altos niveles de higiene personal siempre que exista la posibilidad de tener contacto con las aguas residuales. Nadie debería comer, tomar líquidos ni fumar, hasta que se haya bañado. También se debe lavar y desinfectar la ropa y el equipo después de utilizarlos.

**4.3.** En muchos países existen requisitos legales sobre vacunación de las personas que trabajan en contacto con aguas residuales. El personal involucrado en la toma de muestras de aguas residuales debería cumplir estos requisitos.

**4.4.** El muestreo en áreas urbanas a menudo se realiza en alcantarillados y pozos de inspección ubicados en las vías públicas. En estos casos, el tráfico puede ser un riesgo serio. Si es necesario interrumpir el tráfico, se deben hacer previamente los arreglos adecuados con la policía o las autoridades locales. Es muy importante utilizar los signos y luces de advertencia.

Aun cuando se tomen todas las precauciones, el personal que realiza el muestreo debe ser consciente del peligro.

## **5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES**

### **5.1. Contenedores de Muestras**

El contenedor para muestras debe evitar pérdidas causadas por adsorción, volatilización y contaminación por sustancias extrañas (vidrio ámbar previamente enjuagado con hexano grado pesticida o cromatográfico y sello de aluminio y/o tapa de teflón).

Los factores convenientes que se deben considerar al seleccionar los contenedores para muestras, son:

- Alta resistencia a ser quebrados
- Sellado eficiente
- Facilidad de abertura
- Buena resistencia a temperaturas extremas
- Tamaño, forma y masa que resulten prácticos
- Buen potencial para limpieza y reutilización
- Disponibilidad y costo.

### **5.2. Tipo de Aparato**

### 5.2.1. Equipo de muestreo manual

El equipo más sencillo utilizado para tomar muestras de efluentes consta de un cubo, un cucharón y una botella de boca ancha que se pueda colocar sobre un soporte de una longitud apropiada. El volumen no debe ser inferior a 100 mL. Cuando se van a utilizar muestras tomadas manualmente para la preparación de muestras compuestas, el volumen del cubo, el cucharón o la botella se debe definir bien y su precisión debe estar entre  $\pm 5 \%$ , también se pueden tomar muestras manuales con un toma muestras Ruttner o Kemmerer, formado por un tubo volumétrico de 1 a 3 L, con tapa de bisagra a cada lado del tubo, o cualquier otro toma muestras que opere con un principio similar.

El equipo manual de muestreo se debe fabricar con un material inerte que no influya sobre los análisis que se llevarán a cabo posteriormente sobre las muestras.

Antes de empezar el muestreo, el equipo se debe limpiar con detergente y agua o de la forma que indique el fabricante del equipo, y finalmente se enjuaga con agua del grifo y luego con agua grado III. El equipo de muestreo se puede purgar en la corriente de aguas residuales antes de su uso, con el fin de minimizar el riesgo de contaminación.

### 5.2.2. Equipo automático de muestreo

Existen muchos aparatos disponibles en el comercio, que permiten muestreo continuo o la recolección automática de una serie de muestras. Con frecuencia son portátiles y se pueden utilizar para cualquier tipo de agua residual. Se consiguen principalmente dos tipos de tomamuestras automáticos, uno proporcional al tiempo y el otro proporcional al flujo. Sin embargo, algunos de los toma muestras tienen ambas posibilidades incorporadas. El equipo de muestreo puede estar basado en los siguientes principios de recolección de muestras:

- Bomba de cadena (bomba paternoster)
- Aire comprimido y/o vacío
- Corriente continua del efluente
- Bombeo (a menudo por medio de una bomba peristáltica).

No es posible recomendar un solo principio como adecuado para todas las situaciones de muestreo. Al seleccionar el equipo de muestreo se deben tener en cuenta las siguientes características, y el usuario debe determinar la importancia relativa de cada una de ellas cuando se establecen los requisitos para una aplicación de muestreo específica.

- a) El equipo de muestreo debe estar en capacidad de tomar muestras compuestas medidas por tiempo, por ejemplo, realizando un muestreo a diferentes intervalos de tiempo de la actividad del flujo para tasas de flujo constantes.
- b) El toma muestras debe estar en capacidad de tomar una serie de muestras discretas a intervalos fijos, en recipientes individuales. Por ejemplo, cuando se llevan a cabo estudios diurnos para identificar períodos de carga pico.



## TOMA DE MUESTRAS DE AGUAS RESIDUALES - BIFENILOS POLICLORADOS (PCB)

- c) El tomamuestras debe estar en capacidad de tomar una sucesión de muestras compuestas en un período corto, en recipientes individuales. Esto también puede ser útil al controlar períodos específicos que se consideran de interés.
- d) El toma muestras debe estar en capacidad de tomar muestras compuestas medidas por flujo, es decir, tomar volúmenes de muestra variables, dependiendo del flujo de la corriente para un período de tiempo fijo. Esta facilidad puede ser de utilidad cuando se llevan a cabo estudios de carga de sustratos.
- e) El tomamuestras debe estar en capacidad de tomar una sucesión de muestras medidas por flujo, en recipientes individuales. Esto puede ser de utilidad cuando se intentan identificar períodos de carga de sustrato variable, para correlacionarlos datos con las tasas de flujo variables.
- f) La capacidad del toma muestras para levantar muestras desde la altura requerida en cualquier situación particular.
- g) Una construcción accidentada y un mínimo de componentes funcionales.
- h) Un mínimo número de partes expuestas o sumergidas en agua.
- i) El toma muestras debe ser resistente a la corrosión y las partes eléctricas deben estar protegidas contra la acción del hielo, humedad o atmósfera corrosiva.
- j) El diseño del toma muestras debe ser sencillo y su mantenimiento debe ser fácil, al igual que su operación y limpieza.
- k) La línea de muestreo desde el punto de la toma hasta el punto de entrega de la muestra debe tener un diámetro interno mínimo de 9 mm para minimizar el atascamiento; el punto de la toma debe estar protegido para evitar el atascamiento de la línea.
- l) La velocidad de toma del líquido debe ser mínimo de 0,5 m/s, con el fin de evitar la separación de fases en la línea de muestreo y en la cámara de medición.
- m) La capacidad de purgar las líneas de muestreo para recibir muestras frescas.
- n) La precisión y exactitud de los volúmenes entregados deben ser mínimo del 5 % del volumen previsto.
- o) El intervalo de tiempo entre muestras discretas debe ser ajustable de 5 min a 1 h.
- p) Los recipientes de las muestras y juntas de tubos se deben poder separar, limpiar y reemplazar fácilmente en el aparato de muestreo.
- q) Puede ser necesario dotar el toma muestras con compartimentos integrales para el almacenamiento de los recipientes de muestras en la oscuridad a 0 °C a 4 °C durante todo el período de muestreo, y permitir la adición de preservativos

químicos a los contenedores de las muestras, antes o durante el período de muestreo.

- r) Los toma muestras portátiles deberán ser livianos y se deben poder proteger contra manipulación no autorizada, vandalismo, inclemencias del tiempo, y deben estar en capacidad de operar en un amplio margen de condiciones ambientales.
- s) Los toma muestras deben estar en capacidad de operar durante períodos de muestreo suficientemente largos, sin ser sometidos a mantenimiento (varios días).
- t) Los toma muestras deben estar intrínsecamente libres de chispa, con el fin de reducir el riesgo de explosión, particularmente en áreas en las que se pueden encontrar metano o solventes orgánicos volátiles.
- u) Es posible que el toma muestras deba operar mientras se toman muestras de conductos presurizados; este factor se debe considerar antes de hacer la selección final del tipo de máquina.

Al seleccionar el equipo de muestreo, se recomienda que el usuario tenga en mente que la operación manual debe ser fácil de leer, que debe estar en un lenguaje comprensible para el operador y adecuado a él. También se debe tener en cuenta la disponibilidad del servicio postventa y de los repuestos. Finalmente, es imperativo que las necesidades de suministro de energía o aire comprimido del equipo, correspondan a la disponibilidad de servicios del sitio en donde se va a utilizar dicho equipo.

### **5.3 Materiales y Reactivos**

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

- 5.3.1. Geoposicionador (GPS, si se tiene).
- 5.3.2. Altimetro (si se tiene).
- 5.3.3. Equipos portátiles para mediciones de temperatura y pH.
- 5.3.4. Muestreador (botella Van Dorn, Kemmerer o balde).
- 5.3.5 Baldes plásticos de 10 L de capacidad, con llave, para la composición de muestras y medición de caudal cuando se requiera. (Para variables diferentes a compuestos orgánicos como lo son los PCB)
- 5.3.6. Tubo plástico y/o de vidrio para homogenización de la muestra compuesta. (Para variables diferentes a compuestos orgánicos como lo son los PCB)
- 5.3.7. Probeta plástica graduada de 1000 mL (Para variables diferentes a compuestos orgánicos como lo son los PCB).

- 5.3.8. Cronómetro.
- 5.3.9. Neveras de icopor o poliuretano con suficientes bolsas de hielo para mantener una temperatura cercana a 4°C.
- 5.3.10. Frasco lavador.
- 5.3.11. Toalla de papel absorbente.
- 5.3.12. Cinta pegante y de enmascarar.
- 5.3.13. Bolsa pequeña para basura.
- 5.3.14. Esfero (bolígrafo) y marcador de tinta indeleble.
- 5.3.15. Tabla portapapeles.
- 5.3.16. Guantes.
- 5.3.17. Papel aluminio (cuando se requiera).
- 5.3.18. Agua destilada. En su defecto utilizar agua embotellada o de bolsa.
- 5.3.19. 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.
- 5.3.20. Recipientes plásticos y de vidrio. Varía según requerimientos de análisis.
- 5.3.21. Formato de captura de datos en campo TF0188 y TF0195 (si la visita resulta no efectiva)
- 5.3.22. Bolsa plástica para guardar los formatos.
- 5.3.23. Instructivos de calibración del pHmetro (TI0363).
- 5.3.24. Cuerda de nylon de 0.5 a 1 cm de diámetro suficiente para manipular los baldes en las cajas de inspección.
- 5.3.25. Papel indicador universal, para verificación de pH de preservación.
- 5.3.26. Barretón de hierro para levantar tapas de cajas de inspección.
- 5.3.27. Documentos de identificación personal (carnet, de EPS y ARP).
- 5.3.28. Formato de Notificación de presunto accidente de trabajo suministrado por la ARP.
- 5.3.29. Overol o ropa de trabajo cómoda y que le brinde protección adecuada

- 5.3.30. Gafas de seguridad
- 5.3.31. Máscara respiradora con filtros para ácidos y vapores orgánicos
- 5.3.32. Impermeable
- 5.3.33. Botas de caucho

## **6. CONSIDERACIONES PARA LA TOMA DE MUESTRA**

### **6.1. Sitio de realización del muestreo**

#### 6.1.1. Descripción general

Este protocolo presenta técnicas de muestreo que se pueden llevar a cabo en varios tipos de lugares, por ejemplo:

- a) Al interior de plantas industriales (es decir, entre corrientes de aguas residuales no tratadas);
- b) Puntos de descarga de plantas industriales (aguas residuales combinadas, no tratadas);
- c) En sistemas urbanos de aguas residuales, incluyendo conductos presurizados y sistemas de gravedad;
- d) Al interior de plantas de tratamiento de aguas residuales;
- e) en desagües de plantas de tratamiento de aguas residuales.

En todos los casos, es esencial que el lugar seleccionado sea representativo de la corriente de agua que se va a examinar.

Para la selección de los sitios de muestreo, inicialmente se debe llevar a cabo un estudio del sistema de alcantarillado. Con la realización de este estudio, se pueden identificar los posibles sitios. Posteriormente, se debe realizar una inspección en el sitio, incluyendo estudios con indicadores químicos, según sea necesario, con el fin de asegurar que la ubicación de lo alcantarillados y el trayecto de la corriente de aguas residuales corresponden a los planos, y que el sitio seleccionado es representativo para los fines del muestreo.

#### 6.1.2. Muestreo en alcantarillado, canales y pozos de inspección

Antes de realizar el muestreo, se debe limpiar el sitio donde se va a llevar a cabo, con el fin de retirar de las paredes el óxido, el lodo, y película bacteriana.



Se recomienda escoger un sitio en el que el efluente tenga un flujo bastante turbulento, para asegurar un buen mezclado. A menudo el acceso, la falta de seguridad en el sitio o la carencia de potencia pueden impedir el uso de mejores sitios.

Ya que los canales de efluentes generalmente están diseñados para enfrentar las condiciones de descarga de efluentes y de agua de lluvias fuertes y flujos mayores de los que ocurren en realidad, es posible que con frecuencia se presente flujo laminar. En ausencia de un sitio con condiciones de flujo turbulento, estas condiciones se pueden inducir restringiendo el flujo, por ejemplo, mediante un deflector o exclusiva. Esta restricción se debe hacer de tal manera que no se presente sedimentación aguas arriba. El punto de toma de la muestra siempre debe estar localizado aguas abajo de la restricción, y como regla general, debe estar localizado mínimo a 3 veces el diámetro del tubo aguas abajo de la restricción. De preferencia, la toma de la sonda de muestreo debe quedar de frente a la dirección del flujo, pero puede enfrentar la corriente aguas abajo si hay demasiada obstrucción.

*Nota 1.* Si la mezcla es buena justo aguas arriba del obstáculo, ahí se puede localizar la toma, teniendo cuidado de no tomar muestras del sedimento y asegurando que la toma permanece debajo del nivel de líquido.

Cuando resulte factible, se recomienda establecer sitios de muestreo permanentes, teniendo cuidado de asegurar condiciones de muestreo reproducibles.

Antes de realizar el muestreo de descargas industriales, se deben observar y registrar las condiciones interiores de la planta (por ejemplo: procesos y tasas de producción), junto con los riesgos potenciales, por ejemplo, pisos excesivamente húmedos.

Como regla general, el punto de muestreo debe estar a 1/3 parte de la profundidad del agua del efluente.

### 6.1.3. Plantas de tratamiento de aguas residuales

Cuando se escoge el sitio para el muestreo de las plantas de tratamiento de aguas residuales, de nuevo es importante hacer referencia al objetivo del programa de recolección de datos, del cual el muestreo es una parte.

Los objetivos típicos son:

- Controlar el funcionamiento global de la planta de tratamiento entera; se recomienda recoger las muestras en la entrada principal y en los principales puntos de descarga.
- Controlar la operación de las unidades de procesamiento individuales, o los grupos de unidades: se recomienda recolectar las muestras en la toma y puntos de descarga de las unidades en cuestión.

Cuando se realiza el muestreo en las entradas (tomas) de las plantas, se debe considerar cuidadosamente el objetivo del programa de muestreo. Es posible que en algunas situaciones sea necesario realizar el muestreo de las aguas residuales sin tratar, en la mezcla con el líquido de procesamiento recirculado (por ejemplo, en la evaluación de las cargas del tanque de sedimentación primario y la eficiencia). En otros casos, puede ser necesario excluir el efecto de estos líquidos (por ejemplo, cuando se recolectan datos destinados a evaluar cargas domésticas o industriales a una planta o

para asistencia en control de efluentes industriales). Se puede facilitar un muestreo representativo utilizando sitios aguas abajo de una zanja de medición o vertedero.

Cuando se realiza muestreo a los efluentes de procesos que emplean más de una unidad de tratamiento individual (por ejemplo, varios tanques de sedimentación), es necesario asegurarse de que la muestra es representativa de toda la corriente del efluente y no de una unidad de tratamiento específica (a menos que la unidad forme la base de un estudio específico).

Se deben realizar exámenes frecuentes de los sitios de muestreo de la planta, para asegurar que cuando se realiza el muestreo, se tengan en cuenta los cambios pertinentes en la operación de los procesos de la unidad. Por ejemplo, la operación del filtro percolador se puede cambiar de una operación de "una pasada" a una de "recirculación" o "doble filtración alterna": la operación de la planta de tratamiento puede involucrar cambios en la forma en la que los líquidos de abastecimiento o retorno se introducen a la planta (por ejemplo, el retorno de las aguas residuales de los stormtanks, y los cambios en la posición en la cual los líquidos de procesamiento son regresados a la planta de tratamiento).

Cada vez que se realice un muestreo de aguas residuales, se debe prestar mucha atención para vencer o minimizar la heterogeneidad sustancial causada por los sólidos suspendidos que están presentes con frecuencia. Igualmente, cuando se realiza el muestreo de efluentes o descargas de procesos industriales, se puede presentar estratificación térmica de las corrientes separadas de estos efluentes, por lo que se deben tomar medidas para provocar la mezcla de estas corrientes antes del muestreo.

#### 6.1.4. Muestreo cualitativo

Es posible que sea necesario realizar el muestreo de la superficie mediante espumado, con el fin de obtener información cualitativa acerca del material emulsificado y flotante. Los recipientes apropiados deben tener boca ancha, pero se debe buscar orientación al respecto del laboratorio receptor.

## **6.2. FRECUENCIA Y TIEMPO DE REALIZACIÓN DEL MUESTREO**

### **6.2.1. Aspectos generales**

Este numeral hace referencia a la frecuencia del muestreo, es decir, el número de muestras que se deben tomar, la duración del período de muestreo y la hora en la que debe realizarse dicho muestreo.

#### 6.2.2. Número de muestras

La concentración de las diferentes sustancias que se determinan en una corriente de efluentes variará debido a cambios aleatorios y sistemáticos. La mejor solución técnica para determinar los valores reales sería el uso de un instrumento automático en línea (on-line), que suministre análisis continuos de las determinaciones de interés. Sin embargo, esta técnica pocas veces es aplicable, debido a que la instrumentación

adecuada para las determinaciones de interés no es apropiada para aplicación en campo, no se encuentra a disposición o es demasiado costosa.

Por esta razón, se recomienda que los análisis de agua estén basados en muestras tomadas a intervalos regulares durante un período determinado (es decir, el período de control). Se recomienda también que las muestras sean muestras compuestas, a menos que las determinaciones que se van a llevar a cabo prohíban el uso de una muestra compuesta (por ejemplo, las muestras para el análisis de compuestos orgánicos como PCB, las cuales deben ser puntuales y tomadas directamente en el recipiente de almacenamiento). La selección del número necesario de muestras tomadas durante cada período de control se debe realizar de acuerdo con técnicas estadísticas.

### 6.2.3. Tiempo de muestreo

El objetivo de un programa de muestreo con frecuencia determina cuándo y cómo se recoge la muestra.

En general, al realizar el muestreo de aguas residuales y efluentes, es normal tener en cuenta las siguientes fuentes de variación en la calidad:

- a) variaciones diurnas (es decir, variabilidad en el día)
- b) variaciones entre los días de la semana
- c) variaciones entre las semanas
- d) variaciones entre meses y temporadas climáticas
- e) tendencias

Si hay muy poca variación diurna o de un día a otro, o no la hay, entonces tiene relativamente poca importancia la hora particular del muestreo o el día de la semana en que se realice. La solución entonces es realizar el muestreo de manera uniforme durante el año, pero a cualquier hora del día y cualquier día en la semana (se escogen por conveniencia).

Si es importante la identificación de la naturaleza y magnitud de la carga pico, el muestreo se debe restringir a aquellos períodos del día, semana o mes, en que se sabe que se presentan las cargas pico.

Cuando se estudian las descargas de efluentes industriales tanto estacionales o que operan de forma discontinua, puede ser muy importante relacionar las horas del muestreo con el proceso particular que se está controlando. En cualquier caso, la descarga no será continua y en el programa de muestreo se deberá tener en cuenta este hecho.

El muestreo para la detección de tendencias se debe planear con mucho cuidado. Por ejemplo, cuando se detectan tendencias sobre una base mes a mes, es apropiado

realizar el muestreo siempre el mismo día de la semana, con el fin de eliminar las variaciones diurnas, diarias, de la variabilidad de datos en conjunto, permitiendo de esta manera detectar las tendencias de una forma más eficiente.

Cuando se ha llegado a una decisión acerca del número de muestras, de acuerdo con el numeral 6.2.2, se debe determinar el horario del muestreo.

#### 6.2.4. Duración de cada período de muestreo

Este numeral hace referencia a la selección del período en el cual se va a tomar una muestra compuesta. Para la selección del período se deben tener en cuenta dos factores:

a) El objetivo del muestreo. Por ejemplo, puede ser necesario evaluar la carga orgánica promedio en un flujo para varios períodos de 24 h, en cuyo caso serán adecuadas muestras compuestas proporcionales de flujo diurno.

b) La estabilidad de la muestra. En el ejemplo presentado en el literal a), no sería necesariamente práctico extender el período de composición más de 24 h, ya que se puede deteriorar el componente orgánico en la muestra que se estudia.

El período de muestreo en su conjunto puede variar de unas pocas horas, en el que se hace un seguimiento de rastreo de materia orgánica volátil, hasta de varios días, en el cual se controlan especies inorgánicas estables.

Con frecuencia la estabilidad de la muestra puede limitar la duración del período de muestreo. En estos casos, se debería hacer referencia a las técnicas analíticas específicas que se van a emplear, y consultar al laboratorio receptor, con el fin de aplicar las medidas de conservación correctas.

### 6.3. SELECCIÓN DEL MÉTODO DE MUESTREO

#### 6.3.1. Tipos de muestras

Es común distinguir entre dos tipos de muestras:

- a) Muestras puntuales.
- b) Muestras compuestas.

6.3.1.1. Muestras puntuales. En una muestra puntual se toma de una vez todo el volumen de la muestra. Las muestras puntuales son útiles para determinar la composición de las aguas residuales en un momento determinado, en los casos en que con pequeñas variaciones en el volumen y composición de las corrientes residuales, una muestra puntual puede ser representativa de la composición durante un período de tiempo mayor.

Las muestras puntuales son esenciales cuando el objetivo de un programa de muestreo es evaluar la conformidad con normas no relacionadas con calidad promedio. En los casos en que la conformidad con la calidad se juzga con base en la calidad promedio de los efluentes, se deben utilizar siempre muestras compuestas.

Para algunas determinaciones sólo se pueden utilizar muestras puntuales. Por ejemplo, esto sucede con el aceite y la grasa, el oxígeno disuelto, el cloro, el sulfuro y compuestos orgánicos como los PCB. Aquí el resultado será diferente si los análisis no se realizan (o comienzan) inmediatamente después de la recolección de la muestra, y si no se va a utilizar de una vez todo el volumen de la muestra. Por lo general, las muestras puntuales se toman manualmente, aunque también se puede utilizar equipo para muestreo automático.

6.3.1.2. Muestras compuestas. Las muestras compuestas se preparan mezclando varias muestras puntuales o mediante la recolección de una fracción continua de la corriente de aguas residuales. Existen dos tipos de muestras compuestas:

- a) Muestras medidas por peso.
- b) Muestras medidas por flujo.

Las muestras compuestas medidas por tiempo están conformadas por muestras puntuales de igual volumen, tomadas a intervalos constantes durante el período de muestreo.

Las muestras compuestas medidas por tiempo son apropiadas cuando es importante la calidad promedio de las aguas residuales o efluentes (por ejemplo, cuando se determina el cumplimiento con una norma con base en la calidad promedio, o cuando se determina el grado de concentración promedio de las aguas residuales para propósitos de diseño, y en los casos en que el flujo de aguas residuales es constante).

Las muestras compuestas medidas por flujo están conformadas por muestras puntuales tomadas y mezcladas de tal manera que el volumen de muestra es proporcional al flujo o volumen del efluente durante el período de muestreo. Se recomienda utilizar muestras compuestas medidas por flujo cuando el objetivo del muestreo es la determinación de cargas de contaminantes (por ejemplo: la carga de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO) a una planta de tratamiento de aguas residuales, porcentaje de remoción de sólidos, carga de nutrientes y otras determinaciones ambientales).

Una muestra compuesta medida por flujo se puede tomar a intervalos constantes, pero con volúmenes de muestra variables proporcionales al flujo en el momento del muestreo, o como muestras puntuales de volumen igual, que se toman en el momento en que cantidades fijas de efluente han pasado el punto de muestreo.

Tanto en el muestreo de medición por flujo como en el de medición por tiempo, cada muestra puntual debe tener un volumen mayor de 50 ml. Con frecuencia es recomendable que las muestras puntuales tengan un volumen entre 200 ml a 300 ml, con el fin de que sean representativas.

#### 6.3.2. Mediciones continuas

Como una alternativa al muestreo y a los análisis, en muchos casos se puede llevar a cabo una medición continua. Estas mediciones continuas se pueden realizar directamente en la corriente de aguas residuales o en una espira (sample loop) de

muestra. Las mediciones se realizan utilizando electrodos o equipos automáticos de análisis equipados con un aparato registrador de datos. Cuando es técnicamente posible y se justifica económicamente, el uso de esta técnica puede proporcionar información considerable sobre aplicaciones de tratamientos de aguas residuales, debido a que la amplia variación en la calidad de las aguas residuales generalmente se puede cuantificar bien. Aunque la gama de equipos para control continuo de aguas residuales es limitada, existen muchas aplicaciones en las que esta técnica puede ser competitiva con las técnicas de muestreo (por ejemplo: medición de pH, temperatura, oxígeno disuelto).

#### **6.4. Conservación de la muestra, transporte y almacenamiento**

La forma más común de preservar las muestras de aguas residuales es enfriarlas a una temperatura inferior a 0 °C y 4 °C. La mayoría de muestras enfriadas a esta temperatura y almacenadas en la oscuridad, son normalmente estables hasta por 24 h.

Para algunas determinaciones, la estabilidad a largo plazo se puede obtener mediante congelamiento (a una temperatura inferior a -18 °C).

Al recoger muestras compuestas durante períodos prolongados, la conservación debe ser parte integral de la operación de muestreo.

Es posible que sea necesario utilizar más de un dispositivo de muestreo, para permitir la toma de muestras conservadas y sin conservar.

El laboratorio responsable del análisis de las muestras debería siempre ser consultado con relación a la selección del método de conservación y posterior transporte y almacenamiento.

#### **6.5. Transporte, estabilización y almacenamiento de las muestras**

Es esencial tener el cuidado de asegurar que cualquier preservativo utilizado se prepare y suministre con exactitud. La temperatura de la muestra se mide y se registra en el sitio. Los parámetros físicos (por ejemplo, pH) se deberían determinar en el sitio o lo más pronto posible.

Se debe asegurar que los contenedores de las muestras se entreguen al laboratorio como muestras de rutina. Se recomienda que los contenedores estén sellados herméticamente y protegidos de los efectos de la luz y el calor excesivo, porque las características de la muestra se pueden deteriorar rápidamente debido al intercambio de gas, a las reacciones químicas y al metabolismo de los organismos que pueden estar presentes. Se debe asegurar que las muestras que no se puedan analizar rápidamente sean estabilizadas. Para ello se puede aplicar un enfriamiento a 4 °C; para períodos más largos, se recomienda congelar a -20 °C. En este último caso, se asegura que la muestra esté descongelada completamente antes de su uso, ya que el proceso de congelación puede tener el efecto de concentrar algunos componentes en la parte interna de la muestra, que es la última en congelarse. Las muestras se pueden preservar

mediante la adición de químicos de calidad adecuada. Se debe asegurar que el método de preservación elegido no interfiera con el posterior examen o influya en los resultados. En el informe de ensayo se deben registrar todos los pasos de la preservación.

**Nota.** Las muestras para aseguramiento de la calidad empleadas para transporte, estabilización y almacenamiento se deberían someter a los mismos procesos a los que se someten las muestras de ensayo.

## **6.6. Identificación y registro de muestras**

El impreso para el informe del muestreo debe incluir los siguientes datos, según el caso:

- Punto de muestreo;
- Designación abreviada del punto de muestreo;
- Fecha de inicio y suspensión del muestreo;
- Hora de inicio y suspensión del muestreo;
- Duración del período de muestreo;
- Propósito del muestreo;
- Detalles del método de muestreo;
- Detalles de los ensayos de campo.

Se deben registrar los aspectos característicos de cada caso individual, bajo el título "comentarios"(Véase el anexo A). Por regla general, el investigador responsable debería determinar el programa de ensayo, el volumen de la muestra y los puntos ocasionales de muestreo.

El informe del muestreo se debe llenar tanto en los puntos de muestreo permanentes como ocasionales.

Según se considere apropiado, el informe de muestreo deberá ir acompañado de un bosquejo en el que se identifique el sitio y se presenten los detalles importantes que puedan influir en la calidad del muestreo, tales como rutas del tráfico, construcciones y la disposición de la planta, etc.

Bajo el título "comentarios" se deben presentar detalles sobre aspectos tales como condiciones de conservación y almacenamiento antes de su entrega en el laboratorio y los cambios observados posteriormente, las muestras de control tomadas por otros investigadores, la presencia de testigos y también (en caso de incidentes de contaminación o emergencias) la naturaleza, origen y volumen de las sustancias peligrosas sospechosas y las partes afectadas.

El anexo A proporciona un ejemplo de informe de muestreo para muestras de aguas residuales domésticas e industriales.

## **7. LIMPIEZA DE MATERIAL**

Los recipientes usados para tomar muestras para la determinación de PCB deben ser de vidrio o de teflón y tener septas o tapas de teflón. En situaciones donde no se dispone de teflón se puede usar recubrimiento de aluminio. Sin embargo debe tenerse en cuenta que las muestras ácidas o básicas pueden reaccionar con el aluminio, causando eventualmente contaminación.

**NO SE DEBEN USAR RECIPIENTES PLASTICOS** para almacenar las muestras debido a la contaminación por ésteres de ftalatos y otros hidrocarburos dentro del plástico. Los recipientes de las muestras deben ser llenados con cuidado para evitar que alguna porción de la muestra entre en contacto con los guantes, ya que esto causa contaminación. Las muestras no deben ser colectadas en presencia de efluentes de humos o vapores. Si las muestras se ponen en contacto con equipos auto-muestreadores corra un blanco de agua libre de orgánicos al auto-muestreador y úselo como blanco de campo.

Toda la preparación de procedimientos debe validarse para asegurar que no ocurran interferencias negativas y positivas. Como mínimo, esto debe incluir el análisis de:

a) Blancos;

b) Muestras adicionadas con niveles conocidos de analitos o muestras de control de concentración conocida.

Si no es posible hacer una disposición de recipientes desechables, es preferible reservar una serie de recipientes para un analito en particular, y de ese modo minimizar los riesgos de contaminación cruzada. Se debería tener cuidado para prevenir que un recipiente, que formalmente mantiene una muestra con una concentración alta de un analito, contamine una muestra posterior que vaya a contener del mismo analito de concentración más baja.

Puede ser necesario lavar los recipientes nuevos con agua que contenga detergente, para remover el polvo y los residuos de los materiales de empaque, seguido por enjuague completo con agua de una calidad apropiada. El uso de reactivos de limpieza y de solventes puede causar interferencias, por ejemplo, contaminación residual por detergentes que contengan fosfatos cuando se trata de analizar nutrientes. Si se usan, todos los reactivos y los solventes deberían ser de calidad apropiada.

### **7.1 Detergentes para el lavado de recipientes de vidrio**

El procedimiento debería ser el siguiente:

a) Lavar el recipiente y la tapa con solución diluida de detergente y de agua.

b) Enjuagar la tapa completamente con agua.

c) Enjuagar sucesivamente, dos veces, con agua de calidad apropiada.

d) Drenar completamente y volver a poner la tapa.

Se pueden usar las máquinas automáticas de lavado para este procedimiento.

### **7.2. Recipientes de vidrio lavados con solvente**



**ADVERTENCIA.** Los solventes orgánicos son peligrosos. Suministrar instrucciones para un uso adecuado y manejarlos con cuidado.

El procedimiento debe ser como sigue:

- a) Lavar el recipiente y la tapa con una solución diluida de detergente y agua corriente.
- b) Enjuagar completamente con agua corriente.
- c) Enjuagar sucesivamente, dos veces, con agua de una calidad apropiada y secar.
- d) Enjuagar con acetona de una calidad apropiada y drenar.
- e) Enjuagar con un solvente de calidad adecuada, secar e inmediatamente poner la tapa.

El solvente debe ser compatible con el analito de interés y el método analítico que se use.

### **7.3. Secado del Material de Vidrio**

El secado y almacenamiento de la vidriería es de crítica importancia para prevenir que los efectos de la limpieza escrupulosa sean anulados. Es recomendado el secado de todo el material de vidrio no volumétrico a 100 °C.

Bajo ninguna circunstancia los materiales se deben dejar abiertos sin protección. El polvo puede re-contaminar la vidriería.

### **7.4. Procedimiento Alternativo de Limpieza**

Como alternativa del lavado con solvente el material de vidrio puede ser calentado a 300 °C para vaporizar orgánicos. No use alta temperatura para el tratamiento de vidriería volumétrica, esmerilada o sintética.

## **8. INFORME DE RECOLECCIÓN DE DATOS DE CAMPO**

El anexo A proporciona un ejemplo de informe de muestreo para muestras de aguas residuales domésticas e industriales.

Anexo A. (Normativo)  
Informe - Muestreo de aguas residuales domésticas e industriales

|  |           |        |        |
|--|-----------|--------|--------|
| Ubicación:   |           |        |        |
| Nombres código(s):   |           |        |        |
| Método de muestreo: Puntual:                                   |           |        |        |
| .....  |           |        |        |
| Dependiente compuesta-tiempo: .....                            |           |        |        |
| Dependiente compuesta-flujo: .....                             |           |        |        |
| Equipo utilizado: .....  |           |        |        |
| Intervalo o flujo entre muestras: .....min o<br>m <sup>3</sup> |           |        |        |
| Volumen de muestras puntuales:<br>..... mL                     |           |        |        |
| Inicio muestreo: ..... (fecha y hora)                          |           |        |        |
| Finalización muestreo: .....(fecha y<br>hora)                  |           |        |        |
| Método de conservación:  |           |        |        |
| Mediciones en campo  |           |        |        |
| Ensayo   | Resultado | Unidad | Tiempo |
|  |           |        |        |
| Procedimientos de control de calidad:                          |           |        |        |
| Comentarios sobre el muestreo:                                 |           |        |        |
| Nombre, fecha y firma:   |           |        |        |

## 9. BIBLIOGRAFÍA

Las siguientes normas contienen disposiciones que, mediante su referencia en este texto constituyen la integridad del mismo.

- 9.1 **NTC-ISO 5667-Parte 1:1995**, Calidad del agua. Muestreo. Directrices para el diseño de programas de muestreo.
- 9.2 **NTC-ISO 5667-Parte 2**: Gestión ambiental. Calidad de agua. Técnicas generales de muestreo.
- 9.3 **NTC-ISO 5667-Parte 3: 2004**, Gestión ambiental. Calidad de agua. Muestreo
- 9.4 **NTC-ISO 5667-Parte 14:1995**, Calidad del agua. Guía para el control en la calidad del muestreo y el manejo ambiental del agua superficial.
- 9.5 **NTC 3650-Parte 2**, Gestión ambiental. Calidad del agua. Vocabulario.