 AGROCALIDAD AGENCIA DE REGULACIÓN Y CONTROL FITO Y ZOOSANITARIO	INSTRUCTIVO MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	INT/SFA/12
		Rev. 3
		Hoja 1 de 12



LABORATORIO DE SUELOS, FOLIARES Y AGUAS

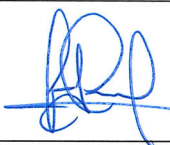
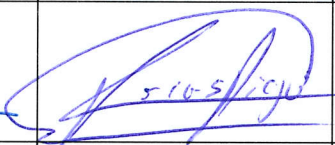
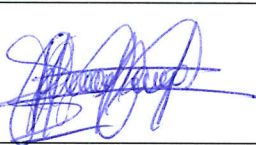
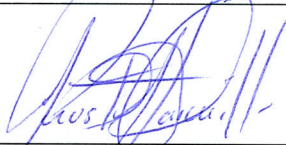
INSTRUCTIVO INT/SFA/12


MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS



Rev. 3




ELABORADO	REVISADO	REVISADO	APROBADO
			
Responsable Técnico	Director de Diagnóstico	Responsable Calidad	Coordinador General de Laboratorios
			Fecha: 31 ENE 2018

 AGROCALIDAD AGENCIA DE REGULACIÓN Y CONTROL FITO Y ZOOSANITARIO	INSTRUCTIVO	INT/SFA/12
	MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	Rev. 3
		Hoja 2 de 12


HISTÓRICO DE MODIFICACIONES

REV. N°	PASA A REV. N°	FECHA	HOJA/S	CAUSA DEL CAMBIO
NA	1	20/03/14	NA	Instructivo nuevo
1	2	11/06/2015	1-11	Actualización de formato 3.1. Documentos utilizados en la elaboración 4.2. Abreviaturas
2	3	15/01/2018	Todas	Cambio de logo institucional Histórico de Modificaciones 3. Referencias 5.2. Procedimiento

	INSTRUCTIVO MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	INT/SFA/12
		Rev. 3
		Hoja 3 de 12

ÍNDICE

1.	OBJETO	4
2.	ALCANCE	4
3.	REFERENCIAS	4
3.1.	Documentos utilizados en la elaboración	4
3.2.	Registros a utilizar conjuntamente con el INT	4
4.	GENERAL	4
4.1.	Definiciones	4
4.2.	Abreviaturas	5
5.	DESCRIPCIÓN	5
5.1.	Equipos, materiales y reactivos	5
5.2.	Procedimiento	6
6.	ANEXOS	7

	INSTRUCTIVO MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	INT/SFA/12
		Rev. 3
		Hoja 4 de 12

1. OBJETO

Establecer instrucciones, condiciones de transporte, almacenamiento y materiales que se deben utilizar para realizar una adecuada toma de muestra de agua, para su posterior análisis.

2. ALCANCE

Este instructivo se encuentra a disposición de clientes internos y externos para la toma de muestras de agua que serán destinadas al análisis físico-químico.

3. REFERENCIAS

Se utiliza la versión vigente de los siguientes documentos:

3.1. Documentos utilizados en la elaboración

- PGC/LA/01 Procedimiento General de Calidad Gestión de la Documentación
- DOCE/SFA/10 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.


3.2. Registros a utilizar conjuntamente con el INT

- Histórico de Modificaciones
- PGC/LA/03-FO10 Formato Orden de Trabajo

4. GENERAL

4.1. Definiciones

- **Muestra simple:** Una muestra recogida en un lugar y momento determinado solo representa la composición de la fuente en ese punto, tiempo y circunstancias particulares en las que se realizó su captación.
- **Muestra compuesta:** La que resulta de mezclar el número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples deberá ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.
- **Afluente:** Corresponde a un curso de agua, también llamado tributario, que no desemboca en el mar sino en otro río más importante con el cual se une en un lugar llamado confluencia.
- **Efluente:** También llamado distributivo, es decir, una derivación (natural o artificial) que se desprende fuera de la corriente principal de un río mayor a través de otro menor. Los de origen natural se encuentran en su mayoría en los deltas fluviales; aunque hay casos en que ocurre en otros tramos de los ríos. Son más frecuentes los efluentes de origen artificial, es decir, de una derivación, acequia o canal que se

	INSTRUCTIVO MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	INT/SFA/12
		Rev. 3
		Hoja 5 de 12

utiliza con fines de regadío o de abastecimiento de agua en regiones relativamente alejadas del cauce del río principal.

- **Guía para muestreo:** Formato donde se registra la información relacionada con la toma de muestra, como son: punto de muestreo georeferenciado, fecha y hora, nombre de la persona que la realizó el muestreo, ubicación geográfica, parámetros a analizar, la que será entregada al laboratorio para su posterior análisis.
- **Caja Conservadora:** Caja térmica que permite mantener la temperatura de 4°C, para el transporte de la muestra al laboratorio, para su posterior análisis.
- **Toma de Muestra:** La toma de muestra es el conjunto de procedimientos destinados a obtener una parte representativa cuantitativamente a partir de un todo.

4.2. Abreviaturas

NA: no aplica

ml: mililitro

l: litro

seg.: segundos

V: volumen

N: Normalidad

Q: caudal

d: día

h: hora


DQO: Demanda química de oxígeno

DBO: Demanda bioquímica de oxígeno

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Equipos, materiales y reactivos


- Geoposicionador (GPS)
- Equipos portátiles para mediciones de temperatura, pH y conductividad eléctrica (si se dispone).
- Muestreador automático o manual (si se dispone).
- Baldes plásticos de 10 litros de capacidad, con llave, para la composición de muestras y medición de caudal cuando se requiera.
- Cronómetro.

	INSTRUCTIVO MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	INT/SFA/12
		Rev. 3
		Hoja 6 de 12

- Cajas conservadoras.
- Geles refrigerantes o hielo para mantener una temperatura cercana a 4°C.
- Guantes.
- Recipientes plásticos y de vidrio.
- Etiquetas.
- Cinta adhesiva.
- Esfero (bolígrafo) y marcador de tinta indeleble.
- Preservantes para muestras: Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄), Ácido nítrico (HNO₃), Hidróxido de sodio (NaOH) 6N, Acetato de Zinc 6N, Ácido clorhídrico concentrado (HCl) u otro, cuando se requiera.

5.2. Procedimiento

- Con ayuda del geoposicionador (GPS) determine el sitio exacto de vertimiento y regístrelos en la guía para muestreo (solo si se requiere ubicación exacta).
- Medir el caudal del efluente preferiblemente por el método volumétrico manual, empleando el cronómetro y uno de los baldes aforados. Para ello, colocar el balde bajo la descarga de tal manera que reciba todo el flujo; simultáneamente active el cronómetro. Tome un volumen de muestra entre 1 y 10 litros, dependiendo de la velocidad de llenado, y mida el tiempo transcurrido desde el inicio hasta la finalización de la recolección de la descarga; siendo Q el caudal (en litros por segundo, l/seg.), V el volumen (en litros, l), y t el tiempo (en segundos, seg.), el caudal se calcula como $Q = V / t$, para ese instante.
- Tome la muestra según la técnica ANEXO I.
- Medir los parámetros de campo (temperatura, pH y conductividad eléctrica), lavando los electrodos con abundante agua destilada ya que los valores extremos que pueden presentar los efluentes los deterioran más rápidamente. Si se cuenta con los equipos.
- Etiquetar las botellas antes del llenado, describiendo los analitos a determinar y la preservación respectiva, también incluir la siguiente información:
 - Identificación de la muestra.
 - Fecha de toma de muestra.
 - Responsable de la toma de muestra.
 - Localización: provincia, cantón, parroquia.
 - Nombre del cliente, propietario de la muestra, dirección y correo electrónico.
 - Punto de vertimiento.
 - Georeferenciación (si es factible determinar)
 - Preservante (si la muestra contiene alguna sustancia para preservarla)

	INSTRUCTIVO	INT/SFA/12
	MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	Rev. 3
		Hoja 7 de 12

- Cubrir el rotulo con cinta adhesiva transparente para evitar su deterioro.
- Tan pronto se ejecuta el muestreo en el balde, enjuague todas las botellas con una porción de muestra y proceda a su llenado, mientras homogeniza el contenido del balde por agitación constante. Evitar la inclusión de objetos flotantes y/o sumergidos. Extraer la muestra del balde a través de la llave hasta el ras de la botella. Nunca sumergir las botellas.
- Preserve las muestras dependiendo del parámetro a analizar, según se relaciona en el ANEXO II. Use un frasco gotero y añada cerca de 1 ml (20 gotas) del preservante adecuado por cada 500 ml de muestra.
- Tapar cada botella y agitar.
- Colocar las botellas dentro de la caja conservadora y agregue geles refrigerantes suficientes.
- Enviar las muestras a la brevedad posible a los laboratorios para el análisis.

NOTA:


- Para transportar las muestras de agua de riego se utilizarán recipientes limpios de cristal o plástico, con cierre hermético, de aproximadamente 1 litro de capacidad.
- La cantidad de muestra para el análisis de sólidos sedimentables es de 1 litro.
- En caso de muestras de lixiviados, agregar el preservante a las botellas antes de llenarlas con muestra.

6. ANEXOS

Anexo I: Técnicas de muestreo

Anexo II: Conservación y almacenamiento de muestras de agua

Anexo III: Equipos de muestreo

	INSTRUCTIVO	INT/SFA/12
	MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	Rev. 3
		Hoja 8 de 12

ANEXO I

Técnicas de Muestreo


Recomendaciones generales para el muestreo

- 1) Cuando se van a tomar varias muestras en un punto o estación de muestreo se tomará en primer lugar el volumen destinado al análisis microbiológico, después la alícuota destinada al análisis biológico (DBO) y en último lugar la destinada a las determinaciones fisicoquímicas, con lo cual se evitarán posibles contaminaciones.
- 2) En muestreos en profundidad en lagos o embalses, las muestras se colectarán desde la superficie hacia la zona más profunda, para eludir en lo posible la mezcla de capas de agua.
- 3) Las muestras de agua de fondo se colectarán evitando remover los sedimentos, circunstancia que alteraría gravemente el resultado analítico posterior.
- 4) En muestras de vertidos, es importante considerar que la concentración de partículas se afecta tanto en profundidad como espacialmente, pudiendo no ser homogénea en el tiempo.
- 5) Si se toman muestras de agua profunda, el recipiente debe quedar herméticamente cerrado para evitar que sustancias oxidables al contacto con el aire varíen su concentración desde su origen hasta el momento del definitivo análisis en el laboratorio.
- 6) Cuando se toman muestras a través de un bombeo es necesario bombear un determinado tiempo antes de tomar la muestra posterior sujeto del análisis, para conseguir una homogeneidad en el agua y que ésta sea representativa del total de la masa líquida existente en origen.

Recipientes empleados para la toma de muestras

Los recipientes empleados para toma y almacenamiento temporal de muestras pueden ser de diferentes capacidades, desde los de 75 ml utilizados en muestras simples para análisis bacteriológico, hasta los muestreadores usados en embalses, de 5 litros de volumen útil. Pueden ser de vidrio, de vidrio borosilicatado, de polietileno o de teflón, como más corrientemente empleados.

- 1) El vidrio “normal” se usará cuando los iones a analizar no sean afectados por el contacto con el material de la botella: éste es el caso de Ca, Mg, SO_4^{2-} , Cl⁻, etc. Sodio y sílice aumentan su concentración en botellas de vidrio debido a ligeros fenómenos de disolución del propio vidrio.
- 2) Las muestras destinadas para análisis bacteriológico suelen tomarse en envases de borosilicatado o de polipropileno; estos envases se suelen esterilizar en autoclave, por lo cual habrán de ser resistentes al proceso. Su tapón es roscado y tiene boca ancha para permitir su correcto llenado, evitando cualquier posible contaminación por contacto con el grifo, manguera o sistema de llenado.
- 3) Las muestras para determinaciones biológicas (DBO) usarán preferentemente envases de vidrio neutro.
- 4) Respecto a la limpieza de envases, los de vidrio o plástico se limpian enjuagándolos varias veces con agua y manteniéndolos después de 12 a 24 horas con una solución clorhídrica 1N. Posteriormente se enjuagarían con agua destilada hasta eliminar las últimas trazas de ácido presentes (el ácido usado puede reutilizarse para varios lavados).
- 5) No es aconsejable el lavado de recipientes con detergentes, debido a su capacidad de absorberse sobre las paredes y a su dificultad en la eliminación. Es preferible proceder a lavados con mezcla crómica (ácido sulfúrico y dicromato potásico) que en general suelen ser más drásticos y efectivos.


 AGROCALIDAD AGENCIA DE REGULACIÓN Y CONTROL FITO Y ZOOSANITARIO	INSTRUCTIVO	INT/SFA/12
	MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	Rev. 3
		Hoja 9 de 12

- 6) Se recomienda que los recipientes empleados en la toma de muestras de agua destinada a análisis de grasas sean finalmente lavados con algún disolvente de las grasas.
- 7) En muestras para análisis de plaguicidas se puede enjuagar el recipiente con hexano o similares.

ANEXO II

Conservación y Almacenamiento de Muestras de Agua

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 la oscuridad	24h/14d
Dureza	Adicionar HNO ₃ a pH<2	6 meses/6meses
Aceites y grasas	Adicionar HCl a pH<2, refrigerar	28d/28d
DBO	Refrigeración	6h/48h
DQO	Analizar tan pronto sea posible o adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	7d/28d
Conductividad eléctrica	Refrigeración	28d/28d
Metales en general	Para metales disueltos filtrar inmediatamente, adicionar HNO ₃ a pH<2	6 meses/6meses
Cromo VI	Refrigerar	24h/24h
Mercurio	Adicionar HNO ₃ a pH<2, refrigerar	28d/28d
Amonio	Analizar tan pronto como sea posible o adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	7d/28d
Nitrato	Analizar tan pronto como sea posible o refrigerar	48h/48h
Nitrito	Analizar tan pronto como sea posible o refrigerar	Ninguno/48h
Nitrógeno orgánico, Kjeldahl	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	7d/28d
Fenoles	Refrigerar, adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2	28d
Oxígeno disuelto, winkler	Analizar inmediatamente, puede retrasarse la titulación después de la acidificación	8h/8h
pH	Analizar inmediatamente	0.25h/0.25h
Fosfatos	Filtrar inmediatamente y refrigerar	48h
Fósforo total	Adicionar H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	28d
Salinidad	Analizar inmediatamente	6 meses
Sólidos	Refrigeración	7d/2-7d
Sulfatos	Refrigeración	28d/28d
Temperatura	Analizar inmediatamente	0.25h/0.25h
Turbidez	Analizar el mismo día, guardar en oscuridad hasta 24 horas, refrigerar	24h/48h

	INSTRUCTIVO	INT/SFA/12
	MUESTREO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	Rev. 3
		Hoja 10 de 12

ANEXO III

Equipos de Muestreo

Un equipo de muestreo puede ser una botella de vidrio o de plástico provista de un tapón o tapa, que se llena con el agua objeto del posterior análisis. Características comunes a cualquier equipo de muestreo son su robustez, comodidad en el manejo, facilidad en su transporte, capacidad adecuada de muestra que pueden contener y fácil limpieza una vez utilizados.

- 1) **Botellas y cubos.-** De uso manual, sirven para tomar muestras de aguas superficiales y de pozos que no dispongan de sistemas de bombeo. Se aconseja enjuagarlos varias veces con el agua a muestrear antes de su llenado definitivo (salvo en el caso de botellas estériles para análisis microbiológico).
- 2) **Botellas lastradas, (figura 1).-** Se usan para obtener muestras de agua a profundidad variable. Para esto, la botella, unida a una cuerda y tapada, se introduce a la profundidad deseada abriéndose entonces y cerrándose cuando se haya llenado del agua a tomar, mediante un sistema adecuado.
- 3) **Botellas con apertura y cierre automático, (figura 2).-** Consisten en un tubo cilíndrico de 1 a 5 litros de capacidad, abierto por sus dos extremos y que mediante un sistema mecánico o eléctrico cierra sus dos bases cuando se alcanza el agua de profundidad deseada. Así son los muestreadores usados para toma de muestras en lagos y embalses, que emplean como sistema de cierre una pesa que posee un orificio central para deslizarse sobre la cuerda que sostiene el Muestreador: lanzada desde el extremo superior de la cuerda, fuera del agua, su impacto provoca el cierre simultáneo de las dos tapaderas del cilindro.
- 4) **Sistemas de bombeo.-** Utilizados ampliamente, permiten tomar muestras puntuales, continuas y a intervalos temporales variados, de acuerdo al programa de muestreo establecido por un sistema de programación automático o bien mediante accionamiento manual. Las bombas usadas pueden ser centrífugas o peristálticas permitiendo la extracción de volúmenes importantes de muestra.
- 5) **Sistemas integradores en profundidad.-** Se trata de aparatos automáticos que se introducen en el fondo del río o embalse y se van llenando paulatinamente y a una velocidad definida a medida que se van izando hacia la superficie. De esta manera se pueden tomar muestras “integradas” en profundidad.
- 6) **Muestreadores automáticos, (figura 3).-** Este tipo encuentran principal utilización para toma de muestras integradas en aguas residuales, domésticas, industriales y estaciones de depuración. Suelen constar de un depósito de capacidad variable, pero en general superior a 10 litros para el almacenamiento temporal de la muestra.

Los equipos automáticos de muestreo se revelan particularmente adecuados en el seguimiento de vertidos industriales, ya que la evacuación de las mayores cargas contaminantes suele producirse durante las puntas de producción, estando ligados además a variaciones muy importantes del caudal vertido.

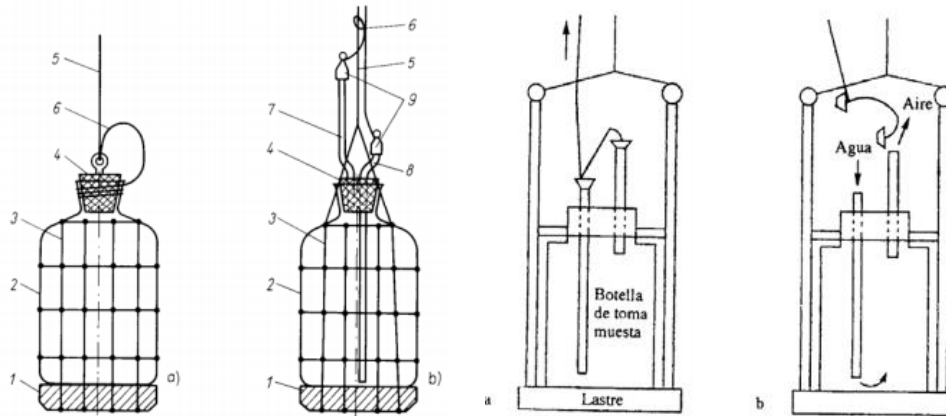


Figura 1. Botellas lastradas

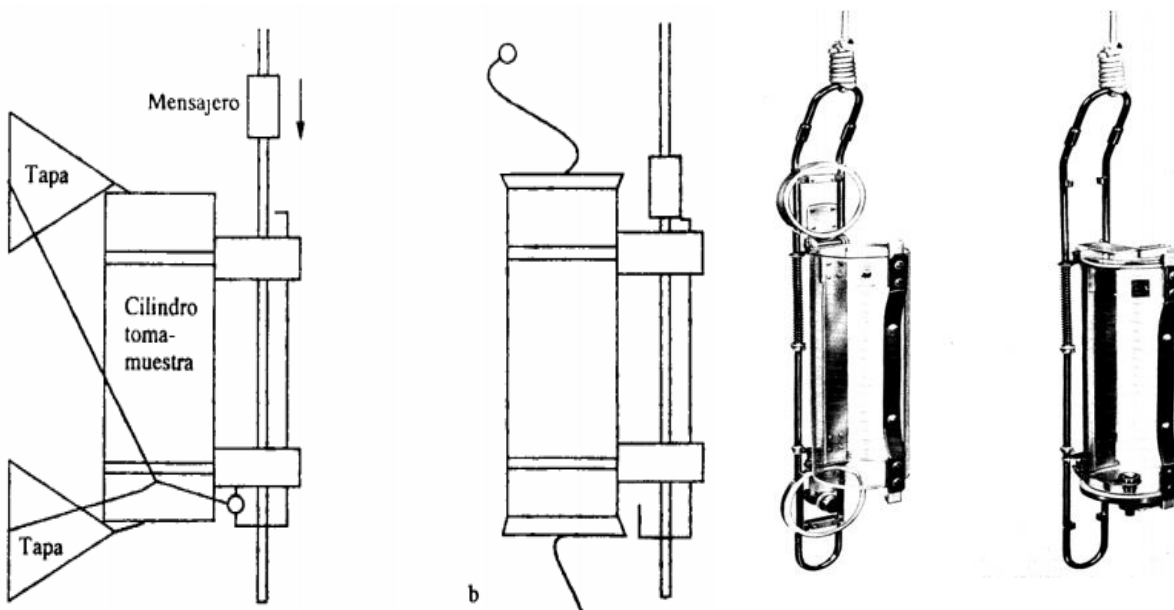


Figura 2. Botellas con apertura y cierre automático

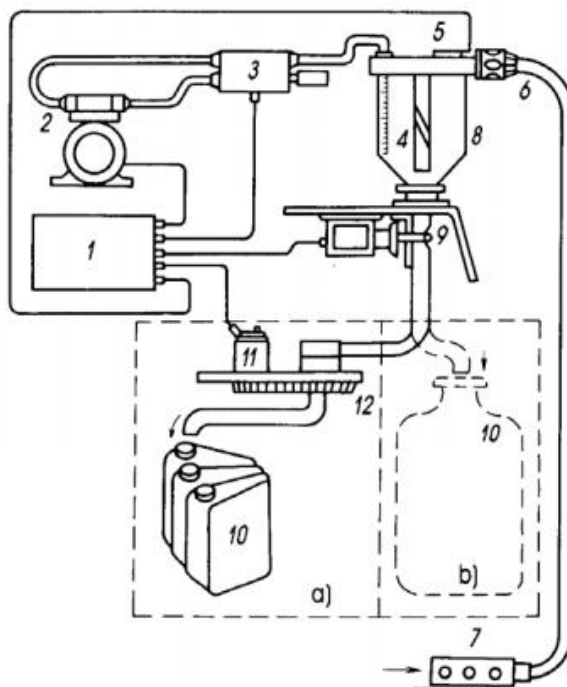


Fig. 20 — Automatic sampler manufactured by Manning Environmental Corporation (USA): (a) model S-4040, with 24 sample containers; (b) model S-3000, with a single container for composite samples. 1, control box; 2, compressor; 3, air control valve; 4, volume regulator; 5, control probe; 6, main inlet; 7, intake filter; 8, vessel for controlling sample volume; 9, sample control valve; 10, sample container; 11, compressed air motor for sample distribution mechanism (S-4040); 12, sample distribution mechanism and distributor to sample containers (S-4040).

Figura 3. Esquema de un muestreador automático