



Laboratorio de Análisis
Industriales MQ

**PROCEDIMIENTO DE TOMA DE
MUESTRAS PARA AGUAS
RESIDUALES**

Código: IG-08
Versión: Décima

Página 1 de 9


ELABORADO POR:	FIRMA:
Patricia Villafranca	
REVISADO POR:	FIRMA:
Nadezda Chang	
APROBADO POR:	FIRMA:
Patricia Villafranca	
FECHA DE APROBACION	31 de Marzo del 2017

Control de copias de este documento (No utilizar este espacio en documento original)

Tipo de copia		Asignada a:	Fecha de entrega
Controlada	No controlada		

Cuadro de control de cambios

No.	Descripción de cambios	Página	Fecha	Elaborado por

	<p align="center">PROCEDIMIENTO DE TOMA DE MUESTRAS PARA AGUAS RESIDUALES</p>	<p>Código: IG-08 Versión: Décima</p>
<p align="center">Laboratorio de Análisis Industriales MQ</p>		<p align="center">Página 2 de 9</p>

1. Propósito y alcance

Este instructivo describe el procedimiento de toma de muestra para agua residual, de acuerdo al convenio y/o coordinación del muestreo definido por el cliente.

2. Terminología

Ver capítulo 03 del manual de calidad, denominado Terminología (MC-03).

3. Responsabilidades

3.1 Es responsabilidad de la Junta Directiva:

3.1.1 Delegar al encargado de muestreo la planificación de los muestreos solicitados por el cliente o la toma de la muestra, según aplique.

3.2 Es responsabilidad del Responsable del área:

3.2.1 Seleccionar el personal capacitado para efectuar los muestreos o la toma de la muestra.

3.2.2 Realizar los muestreos cuando corresponda.

3.3 Es responsabilidad del encargado de efectuar el muestreo:

3.3.1 Trasladarse al sitio de muestreo o toma de muestra con los implementos necesarios para efectuar estas actividades.

3.3.2 Utilizar los registros respectivos

3.3.3 Trasladar las muestras en las condiciones necesarias que garantizan su protección e idoneidad

3.3.4 Efectuar los muestreos o la toma de las muestras, según lo indicado en este instructivo.

4. Referencias

4.1 Referencias internas

4.1.1 Terminología (MC-03).

4.1.2 Plan de muestreo (RT-35).

4.1.3 Lavado y desinfección de material del Laboratorio (IG-06).

4.1.4 Solicitud de análisis /cadena de custodia (RT-30).



4.1.5 Muestreo y toma de muestra. (PT-06).

4.2 Referencias externas

4.2.1 NORMA ISO/IEC 17025:2005 Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración (DE-01)

4.2.2 Standard methods for the examination of water and waste water, 22 Edition, (DE-28).

5. Contenido

5.1 Definición de agua residual

Se define agua residual o agua servida como "una combinación de los líquidos y residuos arrastrados por el agua proveniente de casas, edificios comerciales, fábricas e instituciones junto a cualquier agua subterránea, superficial o pluvial que pueda estar presente".

Se define como agua residual al agua proveniente del final de un proceso industrial o doméstico (conocidas también como agua negra).

5.2 Tipos de Muestras


5.2.1 Muestras simples o puntual.

Muestra recolectada en un lugar y tiempo específico, que refleja las circunstancias particulares bajo las cuales se hizo la recolección. Cuando se desea conocer la condición del agua en el momento de toma de la muestra.

- En el caso de descargas instantáneas (muy corta duración).
- Cuando se desee identificar la variación de la concentración de un parámetro o parámetros en el tiempo (esto no es posible con muestras compuestas).
- En el caso de muestras para determinación de parámetros que puedan variar rápidamente (por ejemplo temperatura, gases disueltos, pH y cloro residual).
- Parámetros que no admiten muestras compuestas como es el caso de muestras para determinación de grasas y aceites o exámenes bacteriológicos.

5.2.2 Muestras compuestas

Muestra compuesta es la obtenida como combinación de una serie de muestras individuales (puntuales) tomadas dentro de un periodo de tiempo específico en el mismo sitio o en varios sitios simultáneamente de acuerdo a la solicitud del cliente, quien contrata los servicios del Laboratorio.

	PROCEDIMIENTO DE TOMA DE MUESTRAS PARA AGUAS RESIDUALES	Código: IG-08 Versión: Décima
Laboratorio de Análisis Industriales MQ		Página 4 de 9

Se emplean para observar concentraciones promedio, usadas para calcular las respectivas cargas o la eficiencia de una planta de tratamiento de aguas residuales.

La integración más representativa se efectúa combinando volúmenes parciales proporcionales al caudal aforado en el momento del muestreo.

La composición de las muestras se realiza en el laboratorio. Para la integración de las muestras basta con calcular la proporción correspondiente de cada muestra puntual multiplicando el caudal respectivo por un número que se mantiene constante (factor de integración) durante todo el periodo de integración, este se selecciona teniendo en cuenta el volumen total de muestra compuesta que es necesario recolectar en función de los ensayos a realizar.

EJEMPLO

Se muestra a continuación un ejemplo con datos de caudal dados en el siguiente Cuadro, asumiendo que se necesita un volumen total de muestra compuesta de 3 Litros.

Aplicando la fórmula anterior se calcula el factor

$$F = \text{Volumen de la muestra} / Q_i$$

En donde:

F= Factor de integración de la muestra. Es constante y tiene unidades de tiempo, Segundos.

V muestra= Volumen total de la muestra compuesta requerido. Tiene unidades de Volumen, litros.

El volumen es definido por el laboratorio, según las porciones que requiera para Cada uno de los análisis solicitados.

Q i= Suma de los caudales medidos cada hora. Tiene unidad de volumen sobre Tiempo, L/s.

Despejando F de la anterior fórmula se tiene:

$$\text{Ejemplo: } 3 \text{ L} / (0,8 + 1,6 + 1,9 + 2,4 + 2,1 + 1,3) \text{ L/s} = 0,3 \text{ s}$$

$$F = 0,3$$

Composición de una muestra compuesta a partir de muestras puntuales, Utilizando la fórmula

Hora	Caudal L / s	Constante Factor	Volumen de muestras puntuales (mL)
6:00 am	0,8	0,3	240
8:00 am	1,6	0,3	480
10:00 am	1,9	0,3	570
12:00 m	2,4	0,3	20



14:00 pm	2,1	0,3	603
16:00 pm	1,3	0,3	390
Total de muestra compuesta			3 030


5.3 Equipo y materiales

Para evitar cambios físicos y químicos de algunos de los componentes que se desean evaluar, es importante seguir las recomendaciones de la tabla que se encuentran al final de este instructivo, donde se indica el tipo de recipiente y preservarte a utilizar dependiendo del parámetro a ser evaluado. (Anexo 2)

A continuación, se describe el equipo y materiales que se utilizan:

- 5.3.1 Envases con capacidad según muestra a tomar (ver Anexo 1)
- 5.3.2 Guantes
- 5.3.3 Etiqueta: Debidamente identificado con nombre del cliente, hora, fecha, tipo de muestra, observaciones (Ver Anexo 1)
- 5.3.4 Bolsa o recipientes estériles
- 5.3.5 Reloj
- 5.3.6 Mascarilla.
- 5.3.7 Alcohol al 70 % u otro desinfectante apropiado.
- 5.3.8 Bolsas para basura
- 5.3.9 Embudo (en caso de ser necesario)
- 5.3.10 Hielera con suficiente hielo.
- 5.3.11 Termómetro cuando aplique
- 5.3.12 Masking tape.

Dependiendo de la naturaleza del muestreo se utilizan accesorios que no están contemplados en el listado anterior.

	<p align="center">PROCEDIMIENTO DE TOMA DE MUESTRAS PARA AGUAS RESIDUALES</p>	<p>Código: IG-08 Versión: Décima</p>
<p align="center">Laboratorio de Análisis Industriales MQ</p>		<p align="center">Página 6 de 9</p>

5.4 Procedimiento

Siempre que se toma una muestra se debe registrar la información sobre lugar y momento del muestreo, identificación y origen de la muestra, resultados de análisis de campo y condiciones particulares del muestreo en el Plan de muestreo RT-35.

Según los parámetros a determinar se establece el material del recipiente que deberá contener a la muestra (plástico o vidrio).

Nota 1: cuando el cliente informa la presencia de cloro, el laboratorio utiliza envases para análisis bacteriológico que contienen tiosulfato de sodio al 3% si se requiere neutralizar alrededor de 5 mg/L, o al 10% si se requiere neutralizar alrededor de 15 mg/l

5.4.1 Muestras Simples

5.4.1.1 Tener el plan de muestreo (RT-35) lleno en los incisos que aplica o el (RT-30), según sea el caso.

5.4.1.2 Preparar todos los recipientes antes de iniciar el muestreo o la toma de la muestra.

5.4.1.3 Colocarse el equipo de protección personal (EPP): gabacha, guantes, botas y mascarillas, cuando aplique.

5.4.1.4 Preparar el recipiente con la información de acuerdo a la etiqueta utilizada por el Laboratorio en la información que aplique (ver anexo 2).

5.4.1.5 Abrir el bote donde se va a recolectar la muestra.

5.4.1.6 Colocar el envase directamente en la caída de la tubería o utilizar la canasta para la toma de la muestra.

5.4.1.7 Lavar el bote externamente con agua clorada, para limpiar derrames, cuando aplique.

5.4.1.8 Colocar el bote en bolsa individual, refrigerar para el traslado al laboratorio.

5.4.1.9 Muestras compuestas

5.4.1.10 Seguir las instrucciones del incisos 5.4.1.1 al 5.4.1.8

De acuerdo a la solicitud y requerimiento del cliente se tomaran tantas muestras simples para formar la compuesta. El cliente solicita el servicio de recolectar la muestra compuesta y le indica el tiempo y lugar para la recolección.

Cada volumen de muestra tomada debe ser exactamente igual. Las muestras se deben tomar en un mismo envase, procurando siempre el mismo volumen. En el caso de que se tenga la información del caudal del cuerpo de toma, el volumen a tomar cada hora puede variar de acuerdo al caudal.



NOTA: El encargado del muestreo debe ejecutar su labor según el plan, en caso de modificaciones obligadas por las circunstancias del muestreo, debe dejar registrado todo lo que llevó a modificar el plan original. En caso de ser necesario, debe mantener consulta con el responsable de área, responsable de calidad o algún miembro de la Junta Directiva, para darle validez al proceso de muestreo.

5.5 Preservación de muestras

Las muestras para análisis de parámetros generales, incluyendo DBO, no requieren adición de ningún reactivo.

Una vez obtenida cada muestra se debe preservar cuando sea necesario, según lo establecido en el anexo 2, generalmente por adición de H_2SO_4 hasta obtener un pH menor de 2, verificar y registrar en (RT-10).

Las muestras destinadas para análisis de metales pesados disueltos se deben filtrar antes de ser preservadas con ácido, de preferencia tan pronto se hace el muestreo o tan pronto llega al laboratorio. Después de filtradas se preservan con HNO_3 concentrado hasta $pH < 2$, nunca antes de ser filtrada. Si se determinan metales pesados totales, las muestras no se filtran pero si se preservan tan pronto se obtienen.

Los materiales de control de calidad en campo (blancos y réplicas) deben ser procesados, tratados y preservados (si lo requieren) de forma idéntica a las muestras y acorde con el plan de muestreo específico.

5.6 Transporte y entrega de la muestra al laboratorio

En el momento de empacar las muestras revisar que los recipientes estén correctamente tapados para evitar posibles derrames, cuando aplique proteger las muestras en bolsas individuales antes de colocarlas en refrigeración. Se introducen en la hielera, se coloca el refrigerante y se traslada al laboratorio, donde las muestras son recibidas según lo indicado en el Manejo de ítems de ensayo (PT-07).

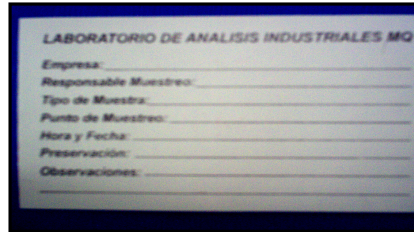
6. Anexos

Anexo 1: Accesorios

Envase para agua residual



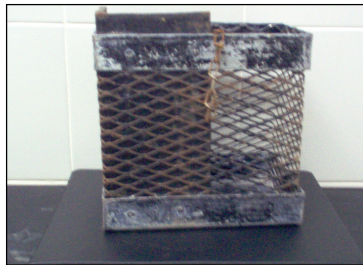
Etiquetas



Balde



Canastas



Caja para toma muestras.



Anexo 2: Tabla de condiciones de muestreo y preservación

PARAMETRO	VOLUMEN MINIMO DE MUESTRA(mL)	PRESERVACION	REGULATORIO	TIPO DE MUESTREO
Acidez	100	Enfriar ≤ 6 °C	14 días	Simple
Alcalinidad	200	Enfriar ≤ 6 °C	14 días	Simple
Cloro Residual	500	Análisis Inmediato	15 minutos	Simple
Cloruro	50	No requiere	28 días	Simple y compuesto
Color	500	Refrigerar	48 horas	Simple y compuesto
Conductividad	500	Refrigerar	28 días	Simple y compuesto
DBO	1 000	Enfriar ≤ 6 °C	48 horas	Simple y compuesto
DQO	100	Analizar lo mas pronto posible o agregar H ₂ SO ₄ a pH < 2; Enfriar ≤ 6 °C	28 días	Simple y compuesto



PARAMETRO	VOLUMEN MINIMO DE MUESTRA(mL)	PRESERVACION	REGULATORIO	TIPO DE MUESTREO
Dureza	100	Agregar HNO ₃ o H ₂ SO ₄ Hasta pH < 2	6 meses	Simple y compuesto

Oxígeno Disuelto	300	Analice inmediatamente con medidor de oxígeno) o muestras fijadas (método azida)	8 horas	Simple
Nitrito	100	Analizar lo más pronto posible	48h	Simple y compuesto
Nitrato	100	Analizar lo más pronto posible y refrigerar	48 h (28 días para muestras clorada)	Simple y compuesto
Nitrógeno de Kjeldahl (Orgánico)	500	Agregar H ₂ SO ₄ hasta pH < 2, y Enfriar ≤ 6 °C	28 días	Simple y compuesto
Fosfatos	100	Para fosfato disuelto filtrar inmediatamente y refrigerar	No hay referencia	Simple
Metales(excepto mercurio y cromo)	1 000	Acidificar con Ácido nítrico a pH < 2,0	Seis meses	Simple y compuesto
pH	50	Análisis Inmediato	15 minutos	Simple
Sólidos en general	200	Enfriar ≤ 6 °C	7 días	Simple y compuesto
Sólidos Sedimentables	1 000	Enfriar ≤ 6 °C	7 días	Simple y compuesto
Sulfatos	100	Enfriar ≤ 6 °C	28 días	Simple y compuesto
Sulfuro	100	Refrigerar; Agregue 4 gotas de Acetato de Zinc 2 mol /L, por cada 100 mL; Agregue NaOH para llevar el pH a 9 pH	7 días	Simple y compuesto
Turbiedad	100	Analice el mismo día, guarde en oscuro y Enfriar ≤ 6 °C	48 horas	Simple y compuesto
Fósforo total	100	Agregar H ₂ SO ₄ Hasta pH < 2 y refrigere	28 días	Simple y compuesto
Coliformes termotolerantes y <u>E. coli</u>	120	Enfriar < 8 °C	Se debe analizar el mismo día, o en su defecto máximo 24 horas guardada en refrigeración	Simple