



ECOQUIMSA
LABORATORIO ECOLÓGICO Y QUÍMICO



Agua

COGUANOR NTG 29 006:

AGUA PARA CONSUMO
HUMANO (AGUAPOTABLE). RECOLECCIÓN,
PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y
ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Guatemala

NORMA TÉCNICA GUATEMALTECA

COGUANOR
NTG 29 006

Agua para consumo humano (*agua potable*). Recolección, preservación, transporte y almacenamiento de muestras. Generalidades.

Adoptada Consejo Nacional de Normalización: 2011-12-09



Comisión Guatemalteca de Normas
Ministerio de Economía

Edificio Centro Nacional de Metrología Referencia
Calzada Atanasio Tzul 27-32, zona 12 ICS: 13.060.20
Tel: (502) 2247-2600. FAX: 2247-
2687

Info-coguanor@mineco.gob.gt
www.mineco.gob.gt

CONTENIDO	Página
Prólogo COGUANOR	3
1. OBJETO	5
2. CAMPO DE APLICACION.....	5
3. NORMAS A CONSULTAR	5
4.DEFINICIONES.....	5
5 CONDICIONES DEL MUESTREO	6
5.1 Generalidades	6
5.2 Tipo de muestras.....	7
5.3 Recipientes, volumen y condiciones de manipulación y transporte de las N muestras.	7
5.4 Equipos de muestreo	11
5.5. Muestreo de compuestos orgánicos.....	11
5.6 Muestreo de metales.....	11
5.7 Recomendaciones en el procesamiento de las muestras	11
5.8 Preservación y transporte de muestras	11
5.9 Registro de muestras	11
5.10 Diseño del muestreo	12
5.11 Recolección de muestras	12
5.12 Consideraciones de seguridad	12
5.13 Procedimientos de la cadena de custodia	13
5.14 Métodos de recolección de la muestra	14
5.15 Almacenamiento de la muestra antes del análisis.....	15
5.16 Técnicas de preservación.....	15
6. FRECUENCIA DE MUESTREO.....	16
7. CORRESPONDENCIA.....	17
BIBLIOGRAFIA	18

Prólogo COGUANOR

La Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR) es el Organismo Nacional de Normalización, creada por el Decreto No. 1523 del Congreso de la República del 05 de mayo de 1962. Sus funciones están definidas en el marco de la Ley del Sistema Nacional de la Calidad, Decreto 78-2005 del Congreso de la República.

COGUANOR es una entidad adscrita al Ministerio de Economía, su principal misión es la de proporcionar soporte técnico a los sectores público y privado por medio de la actividad de normalización.

El proceso de normalización se realiza a través de Comités Técnicos de Normalización (CTN), lo que garantiza la participación de todos los sectores interesados.

El estudio de la presente norma *COGUANOR NTG 29006. Agua para consumo humano (agua potable). Recolección, preservación, transporte y almacenamiento de muestras. Generalidades*, estuvo a cargo del Comité Técnico de Normalización de Metodologías Microbiológicas, habiendo participado los siguientes profesionales, a título personal o en representación de organizaciones y entidades relacionadas con el contenido de la norma:

MA. Maricruz Álvarez Mury	Universidad del Valle de Guatemala (UVG)
Lic. William Estrada	Instituto de Fomento Municipal (INFOM)
MSc. Lilian de Batres	Programa Integral de Protección Agrícola y Ambiental (PIPAA)
MSc. Patricia Maldonado de García	Soluciones Proactivas
PhD. Karin Herrera	Departamento de Microbiología/LAMIR, USAC
Lic. Sergio Lickes	Industrias Alimenticias Kern's
Lic. Víctor Hugo Jiménez	Laboratorio Nacional de Salud (LNS)
Licda. Xiomara Juárez	UBL. S.A.
Licda. Claudia Alvarado	3M
Licda. Victoria García	ANALISA
Licda. Iveth Liquidano	Soluciones Analíticas S.A.
MSc. Silvia Argueta	Ecosistemas Proyectos Ambientales S.A.
Ing. Héctor Gudiel	Empresa Municipal de Agua (EMPAGUA)
Ing. Nelson Mendoza	COGUANOR

Adicionalmente, la norma se envió a encuesta pública a las siguientes instituciones:

Ecosistemas Proyectos Ambientales

Comisión Guatemalteca de Laboratorios (CGL)

Red de Laboratorios de Salud y Ambiente (RELABSA)

Programa de Agua y Saneamiento del Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social

Laboratorio Microbiológico de Referencia de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia/USAC

Universidad del Valle de Guatemala

Laboratorio Vertical

LAFYM

Laboratorio Diagnóstico Molecular, S.A.

Agua para consumo humano (agua potable). Recolección, preservación, transporte y almacenamiento de muestras. Generalidades.

1. OBJETO

Esta norma establece los procedimientos de recolección, preservación, transporte y almacenamiento de muestras de agua, desde su fuente hasta su ingreso al laboratorio, para el análisis de los parámetros descritos en la norma COGUANOR NTG 29001. Agua para consumo humano (*potable*). Especificaciones.

2. CAMPO DE APLICACION

Esta norma aplica al agua abastecida por cualquier fuente de agua para consumo humano (*potable*).

Se excluye las aguas purificadas envasadas, las carbonatadas y saborizadas.

3. NORMAS A CONSULTAR

Los documentos de referencia que se listan a continuación son indispensables para la aplicación de esta Norma.

COGUANOR NTG ISO 5667- 4 — Calidad del agua — Muestreo — Directrices para el muestreo en lagos naturales y artificiales

COGUANOR NTG ISO 5667- 5 — Calidad del agua — Muestreo — Directrices para el muestreo de agua para consumo humano (agua potable) de instalaciones de tratamiento y sistemas de distribución por tubería

COGUANOR NTG ISO 5667- 6 — Calidad del agua — Muestreo — Directrices para el muestreo de rios y arroyos (corrientes)

COGUANOR NTG ISO 5667- 11 — Calidad del agua — Muestreo — Directrices para el muestreo de aguas subterráneas

COGUANOR NTG/ISO 19458 — Calidad del agua — Muestreo para el análisis microbiológico

4. DEFINICIONES

Para el propósito de esta norma se aplican los términos y definiciones dados en la versión más actualizada de la norma COGUANOR NTG 29001. Adicionalmente aplican las siguientes:

4.1

analito

componente de interés analítico en la muestra

4.2

muestreo

acción que consiste en extraer una porción considerada como representativa de una masa de agua con el propósito de examinar diversas características definidas

4.3

muestra

porción, idealmente representativa, recolectada de una masa de agua definida, ya sea intermitente o continuamente, con el fin de examinar varias características específicas

4.4**recolección continua**

proceso según el cual una muestra se extrae consecutivamente de una masa de agua

4.5**recolección intermitente**

proceso según el cual se toman muestras simples de una masa de agua, espaciadas por un lapso de tiempo

4.6**fuelle de abastecimiento de agua**

depósito o curso de agua superficial o subterránea, natural o artificial, que se utiliza o puede ser utilizada como suministro de agua

4.7**matriz**

todos los componentes de una muestra que no son el analito y pudieran afectar el resultado del análisis

4.8**recipiente de muestreo**

envase de plástico o vidrio con tapadera o cierre hermético

4.9**contenedor de muestras**

recipiente (hielera o caja) utilizado para el transporte de muestras recolectadas, este puede ser abierto, cerrado, con o sin refrigeración o ventilación, dependiendo de las necesidades de preservación y manejo de las muestras antes de su análisis

4.10**ácido ultra puro**

ácido de cualquier especie química, el cual contiene una concentración de cationes y aniones alrededor de 0,1 a 1,0 µg/L de acuerdo a su naturaleza

4.11**muestra filtrada**

muestra que se somete a un procedimiento de filtración, a través de un filtro de membrana. Si es para análisis de metales, se usa una membrana de ésteres de celulosa o policarbonato, de 0,4 a 0,45 µm de diámetro de poro. Para otras determinaciones se utiliza membrana de celulosa de 0,45 µm de diámetro de poro.

5 CONDICIONES DEL MUESTREO**5.1 Generalidades**

El objetivo del muestreo es recolectar una pequeña porción del material, suficiente en volumen para ser transportada convenientemente y lo suficientemente grande para propósitos analíticos, de manera que represente exactamente el material del cual fue obtenida. Este objetivo implica que las proporciones relativas o concentraciones de todos los componentes pertinentes, deberán ser las mismas en las muestras como en el material de donde provienen y que la muestra debe ser manipulada de tal manera que no ocurran cambios significativos en su composición antes de su análisis.

Con frecuencia, el objetivo del muestreo y análisis es demostrar que se ha logrado el cumplimiento continuo de los requisitos específicos de normalización. Las muestras se presentan al laboratorio para determinaciones específicas, donde quien toma la muestra es responsable de recolectar una muestra válida y representativa. Debido a la importancia de verificar la exactitud y representatividad de los datos, se hace énfasis en una recolección, manejo y técnicas de preservación de muestras apropiadas. El personal de laboratorio puede ayudar a planificar un programa de muestreo, consultando con el usuario de los resultados del análisis.

Es necesario que la muestra reúna los requisitos de muestreo del programa de análisis y se maneje de manera que no se deteriore, se contamine o se vea comprometida antes de ser analizada.

Se debe muestrear cuidadosamente para asegurar que los resultados analíticos representan la composición de la muestra. Los factores más importantes que afectan los resultados son la presencia de sólidos suspendidos o turbiedad, la metodología elegida para extraer la muestra de su recipiente, y los cambios físicos y químicos ocasionados por el almacenamiento y aireación.

Para recolectar una muestra representativa, se debe considerar cuidadosamente la técnica y definirla en el plan de muestreo.

Se debe crear un registro de cada muestra recolectada, identificando cada recipiente con un número único de muestra, rotulándolo adecuadamente, por ejemplo: con una etiqueta apropiada.

5.2 Tipo de muestras

5.2.1 Las muestras especificadas en esta norma son del tipo puntual (simple).

5.2.1.1 Las muestras puntuales son muestras únicas que se toman en un punto y lugar específico, en un período corto de tiempo (generalmente segundos o minutos). Estas muestras representan una instantánea en tiempo y espacio del área de muestreo y se deben tomar en un lugar, profundidad y tiempo determinado. Las muestras puntuales tomadas a profundidad, se deben tomar en una parte o en toda la columna de agua, en un lugar y tiempo seleccionado en un cuerpo de agua.

Una muestra representa solamente la composición de su fuente en el tiempo y lugar de recolección de la misma. Sin embargo, cuando se sabe que la composición de una fuente de agua es relativamente constante sobre un período de tiempo largo o en una distancia sustancial en todas las direcciones, la muestra tomada puede ser representativa de un período de tiempo más largo o un volumen mayor que el lugar y tiempo específico en el que fue recolectada. En estas circunstancias, una fuente de agua puede ser adecuadamente representada por una muestra puntual. Algunos ejemplos de este tipo de muestras son fuentes de agua subterráneas protegidas, aguas que han sido tratadas, algunas aguas superficiales bien mezcladas y raramente en corrientes de aguas residuales, ríos, lagos grandes, costas, estuarios y columnas de aguas subterráneas.

Cuando se conoce que una fuente de agua varía en composición con el tiempo, las muestras puntuales recolectadas a intervalos adecuados y analizadas separadamente pueden documentar el grado, frecuencia y duración de estas variaciones. Se deben escoger intervalos de muestreo tomando en consideración la frecuencia de cambios esperados, la cual puede variar desde cinco minutos a una hora o más. Las fuentes naturales pueden necesitar muestreos durante varios meses debido a las variaciones estacionales. Cuando la composición de la fuente de agua varía en espacio (por ejemplo de un lugar a otro) en lugar de variar en tiempo o temporadas, se deben tomar las muestras en los lugares adecuados de tal forma que se alcancen los objetivos de los análisis (por ejemplo, aguas arriba y aguas abajo de una fuente puntual).

Es necesario tomar todas las precauciones posibles para obtener una muestra representativa o que esté de acuerdo al programa de muestreo.

Es necesario analizar algunos parámetros de muestras individuales lo más pronto posible después de la recolección de las mismas y preferentemente hacerlo en el punto de muestreo. Algunos ejemplos son: gases disueltos, cloro residual, sulfuro soluble, temperatura y pH. Los cambios en algunos parámetros como oxígeno disuelto o dióxido de carbono, pH o temperatura pueden producir variaciones en algunos componentes inorgánicos como hierro, manganeso, alcalinidad y dureza.

Existen equipos de muestreo automático; sin embargo, no se deben utilizar a menos que la muestra se preserve como se describe más adelante.

5.3 Recipientes, volumen y condiciones de manipulación y transporte de las muestras.

5.3.1 Los tipos de envase, preservantes, volúmenes mínimos de muestra, tiempos máximos de almacenamiento y condiciones de transporte requeridos para cada análisis, son los establecidos en el cuadro 1.

5.3.1.1 Recipientes.

El tipo de recipiente utilizado para la toma de muestra es de suma importancia. Los recipientes que se usan para el análisis de muestras con bajos niveles de ciertos analitos deberían incluir documentación que asegure que estos están libres de los analitos de interés. Los recipientes normalmente están hechos de plástico o vidrio y a veces uno es preferible que el otro. Por ejemplo: para muestreo de niveles trazas de algunos plaguicidas y metales que pueden adsorberse en las paredes internas de recipientes de vidrio, se recomienda el uso de recipientes de vidrio borosilicato (tipo Pyrex®). Para las muestras que contienen compuestos orgánicos, no se deben usar recipientes plásticos, con excepción de los fabricados con polímeros fluorados como el politetrafluoroetileno (PTFE).

Algunos analitos de la muestra puede disolverse y absorberse en las paredes de los recipientes de plástico, de igual manera, los contaminantes de los recipientes de plástico pueden transferirse a la muestra. Se deben evitar los plásticos siempre que sea posible debido a la contaminación potencial de los ésteres de ftalato. Se debe tomar en cuenta que es posible que los recipientes plásticos también se pueden quebrar, por lo que se debe utilizar envases de vidrio para todos los análisis de productos orgánicos tales como compuestos orgánicos volátiles, compuestos orgánicos semivolátiles, plaguicidas, PCBs, aceites y grasas.

Algunos analitos (por ejemplo, los que contienen compuestos de bromo y algunos pesticidas, compuestos polinucleares aromáticos, etc.) son sensibles a la luz, por lo que se deben recolectar en recipientes de vidrio color ámbar para minimizar la foto degradación. Las tapaderas de los recipientes comúnmente de plástico también pueden ser un problema. No se deben usar tapaderas con cubiertas de papel. Se pueden usar cubiertas de papel de aluminio o de PTFE, pero debe tomarse en cuenta que estas cubiertas pueden contaminar las muestras recolectadas para análisis de metales y también pueden reaccionar con la muestra si ésta es ácida o alcalina. Los recipientes con cubiertas de hule y PTFE o los de plástico con septa son los más utilizados.

En raras ocasiones puede ser necesario usar recipientes para muestras que no están preparados específicamente para ese propósito, si este es el caso deberá documentarse detalladamente. La documentación debe incluir el tipo y material del recipiente y la técnica de preparación, por ejemplo: lavado con ácido y enjuagado con agua grado reactivo. Para fines de control de calidad puede ser necesario utilizar una muestra blanco.

Los recipientes no se deben enjuagar con muestra porque esto ocasiona una pérdida de cualquier preservante adicionado previamente y algunas veces pueden sesgar los resultados cuando ciertos componentes se adhieren a los lados del recipiente. Para la mayoría de determinaciones de compuestos orgánicos el recipiente se debe llenar completamente, excepto cuando se muestree para analizar compuestos orgánicos volátiles, se debe dejar un espacio de aire de aproximadamente el 1% del volumen del recipiente, para permitir la expansión térmica durante el envío. Para los análisis microbiológicos e inorgánicos se debe dejar espacio para aireación, mezclado, etc. Si el recipiente ya contiene preservante, se debe tener cuidado de no sobrellenarlo, porque el preservante puede perderse o diluirse.

5.3.1.2 Volumen de muestra.

Para la mayoría de los análisis físicos y químicos se recolecta 1L de muestra. Puede ser necesario mayor volumen de muestra para ciertas determinaciones. El cuadro 1 lista los volúmenes comúnmente requeridos para los análisis, pero es recomendado consultar al laboratorio que realizará el análisis para verificar los procedimientos de muestreo según las necesidades analíticas, con la finalidad de alcanzar los objetivos de la investigación.

No se debe utilizar muestras de un mismo recipiente para diferentes tipos de análisis (por ejemplo, orgánicos, inorgánicos, radiológicos, bacteriológicos y microscópicos), ya que los métodos de recolección y el manejo son diferentes para cada tipo de análisis. Se debe recolectar el volumen de muestra suficiente en el recipiente adecuado para cumplir con los requisitos de manejo, almacenamiento y conservación de muestras.

Cuadro 1. Recipientes, volumen y condiciones de manipulación y almacenamiento de las muestras

PARÁMETRO	RECIPIENTE	CANTIDAD MÍNIMA DE MUESTRA (mL)	PRESERVACIÓN (En el caso de no analizar inmediatamente)	TIEMPO MÁXIMO DE ALMACENAMIENTO
				RECOMENDADO
Color	P, V	500	Refrigerar	24 h
Olor	V	500	Analizar lo más pronto posible, refrigerar	6 h
Turbiedad	P, V	100	Analizar el mismo día; almacenar en oscuridad hasta por 24 h; refrigerar	24 h
Conductividad eléctrica	P, VB	100	Enfriar entre 1 °C y 5 °C. Llenar el recipiente completamente para extraer el aire.	24 h El análisis preferiblemente se debe llevar a cabo en el campo.
Potencial de hidrógeno	P, V	50	Analizar inmediatamente	15 min
Sólidos totales disueltos	P, V	200	Refrigerar	7 d
Cloro residual libre	P, V	500	Analizar inmediatamente	15 min
Cloruro (Cl)	P, V	50	No se requiere	28 d
Dureza total (CaCO ₃)	P, V	100	Agregar HNO ₃ ó H ₂ SO ₄ hasta pH < 2	6 meses
Sulfato (SO ₄ ⁻²)	P, V	100	Refrigerar	28 d
Aluminio (Al)	P, lavado en ácido o V, VB lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ ó H ₂ SO ₄ hasta pH < 2	1 mes
Calcio (Ca)	P, V	100	Agregar HNO ₃ ó H ₂ SO ₄ hasta pH < 2	1 mes
Cinc (Zn)	P, lavado en ácido o VB lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ hasta pH < 2	1 mes
Cobre (Cu)	P, lavado en ácido o V lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ hasta pH < 2	1 mes
Magnesio (Mg)	P, lavado en ácido o VB lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ hasta pH < 2	1 mes
Manganeso total (Mn)	P, lavado en ácido o VB lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ hasta pH < 2	1 mes
Hierro total (Fe)	P, lavado en ácido o VB lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ hasta pH < 2	1 mes
Arsénico (As)	P, lavado en ácido o VP lavado en ácido	500	Acidificar a pH < 2 con HNO ₃ o HCl. (Si se usa la técnica de hidruros usar HCl)	1 mes
Bario (Ba)	P, lavado en ácido o VP lavado en ácido	100	Acidificar a pH < 2 con HNO ₃	1 mes
Boro (B)	P (PTFE) o cuarzo	1000	HNO ₃ hasta un pH < 2	28 d

(Continúa...) Cuadro 1. Recipientes, volumen y condiciones de manipulación y almacenamiento de las muestras

PARÁMETRO	RECIPIENTE	CANTIDAD MÍNIMA DE MUESTRA (mL)	PRESERVACIÓN (En el caso de no analizar inmediatamente)	TIEMPO MÁXIMO DE ALMACENAMIENTO
				RECOMENDADO
Cadmio (Cd)	P, lavado en ácido o VB lavado en ácido	100	Agregar HNO ₃ hasta pH < 2	1 mes
Cianuro (CN ⁻)	P, V	1000	Agregar NaOH hasta pH > 12, refrigerar en oscuridad	24 h
Cromo total (Cr)	P (A), V(A)	1000	Refrigerar	24 h
Mercurio total (Hg)	P (A), V(A)	1000	Agregar HNO ₃ hasta un pH <2, refrigerar a 4 °C	28 d
Plomo (Pb)	P, lavado en ácido, o VB lavado en ácido	100	Acidificar a pH < 2 con HNO ₃	1 mes
Selenio (Se)	P, lavado en ácido, o V, lavado en ácido	500	Acidificar a pH < 2 con HNO ₃	1 mes
Nitrato (NO ₃ ⁻)	P, V	100	Analizar lo más pronto posible, refrigerar	48 h
Nitrito (NO ₂ ⁻)	P, V	100	Analizar lo más pronto posible, refrigerar	ninguno
Plaguicidas	V (S), tapa recubierta con PTFE	1000	Refrigerar, si hay presencia de cloro residual agregar 1000 mg de ácido ascórbico/L	7 d
Fenoles	P, V, recubierta PTFE	500	Refrigerar, agregar H ₂ SO ₄ hasta un pH <2	28 d hasta la extracción
Purgables: Benceno Cloruro de vinilo o-diclorobenceno p-diclorobenceno 1,2-dicloroetano 1,1-dicloroetano 1,2-dicloroetano Diclorometano 1,2-dicloropropano Estireno Etilbenceno Hexaclorobutadieno Tetracloruro de carbono Tetracloroetano Tolueno Tricloroetano Xileno	V, recubierta PTFE	2x40	Refrigerar; agregar HCL a un pH <2; agregar 1000 mg de ácido ascórbico/ L si hay cloro residual presente	7 d
Microbiología	P,V	100	Recipientes estériles, con tiosulfato de sodio (cuando aplique), refrigerar	24 horas
Radioactividad alfa total	P	2 000	Acidificar a pH < 2 con HCL o HNO ₃	1 mes
Radioactividad beta total	P	2 000	Acidificar a pH < 2 con HCL o HNO ₃	1 mes
Gamma artificial	P	5 000	Enfriar entre 1 y 5 °C	2 días

Nota: para determinaciones que no aparecen en la lista, usar recipientes de vidrio o plástico; preferiblemente refrigerar durante el almacenamiento y analizar lo antes posible. P=plástico (polietileno o equivalente), V=vidrio. Refrigerar=almacenar a 4°C ± 2°C, en la oscuridad. Analizar inmediatamente = analizar dentro de los 15 minutos después de colectada la muestra.

5.4 Equipos de muestreo

Debe asegurarse que todos los equipos de muestreo estén limpios y con calidad garantizada antes de su uso. Se deben utilizar contenedores de muestra que estén limpios y libres de contaminantes. Todos los recipientes que se utilizarán en muestreo para el análisis de compuestos orgánicos se deben secar a 450 °C, esto dependiendo del tipo de análisis a realizar¹.

5.5. Muestreo de compuestos orgánicos

Es necesario tomar precauciones especiales para muestras que contengan compuestos orgánicos y metales en concentraciones traza. Porque muchos de los componentes pueden estar presentes a bajas concentraciones (microgramos o nanogramos por litro), y pueden perderse total o parcialmente o contaminarse fácilmente cuando no se siguen los procedimientos apropiados de muestreo y preservación.

5.6 Muestreo de metales

Para metales, es generalmente apropiado, recolectar tanto muestras filtradas como no filtradas, para diferenciar entre los metales disueltos y totales presentes en la matriz. Debe cuidarse que algunos metales pueden ser parcialmente absorbidos por los filtros. En una muestra separada, debe determinarse previamente el volumen de ácido para obtener un pH < 2. Se debe añadir la misma cantidad relativa de ácido a todas las muestras; usando como preservante ácido grado analítico o ultra puro, este último específicamente cuando se requiera prevenir contaminación, dependiendo de la metodología y los propósitos del análisis (ver cuadro 1).

Se debe asegurar que la dilución causada por la acidificación sea despreciable o suficientemente reproducible para un factor de corrección de la dilución.

5.7 Recomendaciones en el procesamiento de las muestras

Es esencial detallar los procedimientos cuando las muestras se procesan (licuado, filtración, tamizado) para analizar trazas, especialmente de compuestos orgánicos y metales. Algunas determinaciones pueden ser inválidas por contaminación durante su proceso. Se debe tratar cada muestra individualmente, cuidando las sustancias que van a ser determinadas, la cantidad y la naturaleza de la turbiedad presente y otras condiciones que pueden influenciar los resultados.

5.8 Preservación y transporte de muestras

Las técnicas de preservación (ver cuadro 1) son procedimientos que retardan los cambios químicos y biológicos que inevitablemente continúan después de la toma de la muestra y que pueden afectar el análisis.

Cuando se recolecten muestras filtradas, deben filtrarse, si es posible, en el campo o en un punto de recolección antes de su preservación con ácido. Si las condiciones en el campo pueden causar un error o contaminación; se debe filtrar lo más pronto posible en un laboratorio con condiciones ambientales controladas. Generalmente una leve turbiedad puede ser tolerada, si la experiencia demuestra que no causa interferencias en los ensayos volumétricos o gravimétricos y que su influencia puede ser corregida, en los ensayos colorimétricos, donde su efecto de interferencia presenta su mayor potencial. Quien recolecta las muestras debe decidir si la muestra debe filtrarse o no.

5.9 Registro de muestras

El registro debe contener suficiente información para proveer una identificación adecuada de las muestras, incluyendo el número de identificación de muestra única, el nombre del recolector de la muestra, la fecha, la hora, la localización exacta y si es posible el tipo de muestra. Además de cualquier otra información que pueda ser necesaria para la correlación, como la temperatura del agua, condiciones climáticas, nivel del agua, flujo de la corriente (caudal), condiciones post muestreo, etc.

¹ Consultar metodología específica para cada analito en particular.

Si el espacio para toda la información pertinente en una etiqueta es insuficiente, se debe registrar la información en una bitácora en el lugar del muestreo en el momento de la recolección. Se debe utilizar tinta resistente al agua para registrar toda la información (preferiblemente negra indeleble), y en la etiqueta es importante colocar el preservante utilizado si se usó.

5.10 Diseño del muestreo

Los puntos de muestreo deben establecerse por medio de una descripción detallada del plan de muestreo, por medio de mapas, o con la ayuda de estacas, boyas o marcas terrestres de manera que permitan ser identificados por otras personas. También pueden utilizarse sistemas de posición global GPS, que proveen información exacta de la posición de muestreo. Si los resultados del muestreo están relacionados con asuntos legales se deben utilizar procedimientos formales de “cadena de custodia” (ver 5.13), que tracen el historial de la muestra desde su recolección hasta el informe final.

La selección del número y distribución de los sitios de los cuales se deben recolectar las muestras depende de los objetivos del estudio, características de la corriente, disponibilidad del equipo y otros factores.

5.11 Recolección de muestras

Antes de recolectar muestras de un sistema de distribución, se debe dejar fluir el agua de tres a cinco veces el volumen de la tubería (o hasta que el agua sea extraída de la fuente principal) para asegurar que la muestra es representativa del distribuidor. Se debe tomar en cuenta el volumen de la tubería y la velocidad del flujo. Si no se conoce el volumen del sistema de distribución, se debe dejar fluir el agua con el chorro totalmente abierto por al menos dos o tres minutos antes del muestreo. Excepciones a esta guía pueden darse cuando se toma la primera muestra en áreas de caudal reducido o restringido y cuando se recolectan muestras para determinación de plomo en agua potable.

5.12 Consideraciones de seguridad

Debido a que los constituyentes de la muestra pueden ser tóxicos se deben tomar las precauciones adecuadas durante el muestreo y también el manejo de la muestra. Las sustancias tóxicas pueden entrar a través de la piel y los ojos y en el caso de los vapores, a través de los pulmones. Las precauciones se pueden limitar a usar guantes, o pueden incluir batas, overoles u otro equipo de protección personal.

Nota: El grado de protección que provee el vestuario de protección química (Chemical Protective Clothing, CPC por sus siglas en inglés) es específico según los diferentes proveedores y sus modelos de productos que aseguran que la ropa escogida ofrecerá una protección adecuada.

Siempre se debe usar protección para los ojos (ej: lentes de seguridad con cubiertas laterales). Si hay presencia de vapores tóxicos la muestra se debe tomar solamente en áreas bien ventiladas o usando una mascarilla apropiada para gases. En el laboratorio es necesario abrir los recipientes con las muestras en una campana de extracción.

Está prohibido ingerir alimentos, bebidas o fumar cerca de las muestras, las áreas de muestreo y dentro del laboratorio. Las muestras y áreas de muestreo deben estar alejadas de chispas, llamas y fuentes de calor excesivo. Si se sospecha o se sabe de la presencia de compuestos inflamables en el área de refrigeración de las muestras, es necesario utilizar refrigeradores a prueba de explosiones.

Se deben tomar las muestras de una forma segura, evitando situaciones que puedan provocar accidentes. Cuando se tenga duda del nivel de precaución, es necesario consultar a un profesional en seguridad o un experto en higiene industrial. Las muestras que contengan contaminantes radioactivos pueden requerir consideraciones de seguridad adicionales por lo que es necesario consultar a un experto en salud ocupacional.

Se debe rotular adecuadamente cualquier muestra de la que se tenga conocimiento o se sospeche que sea peligrosa, ya sea por su inflamabilidad, corrosividad, toxicidad, por presencia de químicos oxidantes o radioactividad. También se deben tomar las precauciones apropiadas durante su manejo, almacenamiento y descarte.

5.13 Procedimientos de la cadena de custodia

Los procedimientos correctamente diseñados y ejecutados de la cadena de custodia asegurarán la integridad de la muestra desde su recolección hasta el informe de los resultados. Esto incluye la habilidad de trazar la tenencia y manejo de la muestra desde el momento de su recolección hasta su análisis y disposición final. A este proceso se le conoce como “cadena de custodia” y se requiere para demostrar control de la muestra cuando los datos deben ser utilizados para alguna regulación o en un litigio. Cuando no existe un litigio, los procedimientos de la cadena de custodia son útiles para el control rutinario de muestras.

Una muestra es considerada bajo custodia de una persona si está en su posesión física, a la vista, asegurada y protegida por esta persona, o asegurada en un área restringida con acceso únicamente para personal autorizado. Los procedimientos siguientes resumen los aspectos principales de la cadena de custodia.

5.13.1 Etiquetado de la muestra (incluyendo etiqueta con código de barras)

Se deben utilizar etiquetas para prevenir errores en la identificación de la muestra. Generalmente son adecuados los marbetes o las etiquetas auto-adhesivas de papel. Se debe incluir por lo menos la siguiente información: un número de muestra único, el tipo de la muestra, el nombre de la persona que recolecta la muestra, la fecha, la hora y el lugar de la recolección y el nombre del preservante de la muestra. También se debe incluir la fecha y hora de la preservación para la comparación con la fecha y la hora de la recolección. Colocar los marbetes o las etiquetas auto-adhesivas a los envases antes, o al momento de la recolección de la muestra.

5.13.2 Sellos de la muestra

Cuando sea necesario (por ejemplo, para procesos legales o a solicitud del cliente) se deben utilizar sellos en las muestras para detectar manipulación no autorizada de las mismas antes de su análisis. Se deben utilizar los sellos de papel auto-adhesivo que incluyan por lo menos la información siguiente: número de muestra (idéntico al número de la etiqueta de la muestra), nombre de la persona que recolecta la muestra, fecha y hora del muestreo. Los sellos plásticos también pueden ser utilizados.

Se debe poner el sello de una manera tal que sea necesario romperlo para abrir el envase de la muestra o del contenedor donde se envía la muestra (ej., una hielera). Se debe sellar el contenedor antes de que la muestra salga de la custodia del personal encargado del muestreo.

5.13.3 Bitácora de operación de campo

Se debe registrar toda la información en relación con la fuente en el campo o el muestreo, en una bitácora de operación foliada. Como mínimo, incluye lo siguiente: propósito del muestreo; localización del punto de muestreo; nombre y dirección del contacto en el campo; productor del material que es muestreado y la dirección, si es diferente de la localización; tipo de muestra; método, fecha y hora de la preservación. También proporcionar la composición que se sospecha que contenga la muestra, incluyendo concentraciones; número y volumen de muestras recolectadas; descripción del punto de muestreo y del método de muestreo; fecha y hora de la recolección; números de identificación de la persona que recolecta la muestra; distribución de la muestra y cómo fue transportada; referencias tales como mapas o fotografías del sitio del muestreo; observaciones y medidas del campo de muestreo; y firmas del personal responsable de las observaciones. Ya que las situaciones de muestreo son muy variadas, es esencial registrar la información suficiente, de modo que cualquiera pueda reconstruir el evento del muestreo sin depender de la memoria de la persona que recolecta la muestra. Se debe proteger la bitácora de operación y guardarla en un lugar seguro.

5.13.4 Expediente de la cadena de custodia

Se debe completar un expediente de la cadena de custodia para acompañar cada muestra o grupo de muestras. El expediente incluye la siguiente información: número de muestra; firma de la persona que recolecta la muestra; fecha, hora y dirección de la recolección; tipo de muestra y requisitos para su preservación; firmas de las personas implicadas en la cadena de custodia; inclusive fechas, horas y tiempo de tenencia de la muestra.

5.13.5 Formulario de solicitud del análisis de la muestra

El formulario para la solicitud del análisis de la muestra acompaña a las muestras al laboratorio. La persona que recolecta la muestra completa una parte del formulario, que incluye la mayor parte de la información pertinente conocida en la bitácora de operación. La parte que corresponde al laboratorio debe ser completada por el personal del laboratorio e incluye: nombre de la persona que recibe la muestra, el número de muestra del laboratorio, la fecha de recepción de la muestra, la condición de cada muestra (por ejemplo, si está fría o tibia, si el envase está lleno o no, color, si está presente más de una fase, etc.), y las determinaciones solicitadas que se realizarán.

5.13.6 Entrega de la muestra al laboratorio

Se deben entregar las muestras al laboratorio tan pronto como sea posible después de la recolección. Cuando se requieren tiempos de manejo de las muestras más cortos (como es el caso para ensayos microbiológicos), se deben tomar las medidas especiales para asegurar una entrega oportuna al laboratorio. Cuando las muestras son enviadas por un portador comercial, se debe incluir el número de la hoja de ruta en la documentación de la custodia de la muestra. Se debe asegurar que las muestras estén acompañadas por el expediente completo de la cadena de custodia: la bitácora, el formulario de solicitud del análisis de la muestra y cualquier otro documento pertinente. Se debe entregar la muestra a la persona responsable de la custodia.

5.13.7 Recepción y registro de la muestra

En el laboratorio, la persona responsable de la custodia inspecciona la condición y el sello de la muestra y compara la información de la etiqueta y el sello contra el expediente de la cadena de custodia, antes de que la muestra se acepte para el análisis. Después de la aceptación, la persona asigna un número de registro del laboratorio. Ingresa la muestra en los registros de la bitácora de operación del laboratorio o sistema automatizado de la gestión de información del laboratorio, y la almacena en un lugar seguro, un gabinete o un refrigerador a la temperatura especificada hasta que se asigne a un analista.

5.13.8 Asignación de la muestra para su análisis

El supervisor de laboratorio usualmente asigna el tipo de análisis para la muestra. Una vez ingresa la muestra al laboratorio, el supervisor o el analista son responsables por el cuidado y custodia de la misma.

5.13.9 Descarte

Las muestras deben mantenerse en el laboratorio durante el tiempo prescrito por el protocolo de análisis del laboratorio o hasta que los resultados hayan sido revisados y aceptados. Se debe documentar el descarte de las muestras y asegurar que cumpla con las regulaciones locales.

5.14 Métodos de recolección de la muestra

5.14.1 Recolección manual

Para la recolección manual se requiere equipo mínimo, sin embargo el proceso puede ser costoso y lento, tanto para recolección de muestras de rutina como para programas de recolección a gran escala. Requiere de técnicos entrenados en el campo y es a menudo necesaria para fines regulatorios y de investigación, donde es esencial un análisis crítico de las condiciones de campo y de las técnicas complejas de muestreo. Algunas muestras se deben recolectar manualmente, como las que contienen aceites y grasas.

5.14.2 Recolección automática

Los equipos de recolección automática de muestras pueden eliminar el error humano en la recolección manual, pueden reducir costos de mano de obra, proporcionan los medios para la recolección más frecuente, y se usan cada vez más. Se debe asegurar que el equipo no contamine la muestra. Por ejemplo, componentes plásticos pueden ser incompatibles con ciertos componentes

orgánicos que son solubles y que pueden contaminar las partes plásticas por contacto con estas (p. ej. ésteres de ftalato). Si se tiene conocimiento general de los componentes de la muestra, se debe contactar al fabricante del equipo sobre su posible incompatibilidad con los componentes plásticos del equipo.

5.15 Almacenamiento de la muestra antes del análisis

En la práctica es imposible preservar las muestras de forma completa e inequívoca, porque la estabilidad completa para todos los constituyentes nunca se puede lograr.

La actividad biológica llevada a cabo en la muestra puede cambiar el estado de oxidación de algunos constituyentes. Los constituyentes solubles pueden convertirse en materiales ligados orgánicamente a estructuras celulares o propiciar la lisis celular que puede liberar materiales celulares a la solución. Los ciclos del nitrógeno y del fósforo son ejemplos de influencias biológicas en la composición de la muestra.

Para la conservación de muestras con orgánicos volátiles y radón es importante que no existan espacios vacíos en el recipiente. Se evitará la pérdida de materiales volátiles si se toma la muestra llenando el recipiente por completo, llenando cuidadosamente el recipiente por encima del borde. Es importante evitar derrames o aire atrapado, si se utilizan preservantes, como HCl o ácido ascórbico. Después de la nivelación y sellado del recipiente se debe verificar la presencia de burbujas por inversión y ligeros golpes. Si se observa una o más burbujas de aire, descartar la muestra, y repetir el llenado con una nueva muestra y otro recipiente hasta que no se observen burbujas de aire (esto no es posible si el recipiente tenía preservantes antes de su llenado).

Los viales de suero con tapón tabicado (con arandela) son particularmente útiles, ya que a través de dicho tapón puede tomarse una porción de la muestra con una jeringa. Aunque el efecto de la reducción de la presión en el espacio superior debe ser considerado. La succión de la muestra con una jeringa al vacío puede resultar en datos con desviación baja para compuestos volátiles y el espacio libre resultante ocasiona que no se puedan tomar otras muestras más.

5.15.2 Intervalo de tiempo entre toma y análisis²

En general, cuanto menor sea el tiempo que transcurra entre el muestreo y el análisis, más confiable será el resultado. Para determinados componentes y valores físicos se requiere de un análisis inmediato *in situ*.

Cuando el intervalo entre la toma de la muestra y el análisis es suficientemente largo para producir cambios tanto en la concentración como en el estado físico del componente a ser medido, se deben seguir las prácticas de conservación mostradas en el cuadro 1. Se debe registrar el tiempo transcurrido entre la toma de muestra y el análisis. Si se utiliza algún preservante, también debe registrarse.

5.16 Técnicas de preservación

Para reducir al máximo la posible volatilización o biodegradación entre el momento de la toma y análisis, se debe mantener la muestra a la menor temperatura posible sin que llegue a congelarse. Lo mejor es empacar la muestra antes de enviarla, en un recipiente con hielo molido o en cubitos o con sustitutos comerciales de hielo. Cuando el envase sea de vidrio no debe utilizarse hielo seco, pues éste congelaría la muestra y podría provocar la ruptura del envase. El hielo seco puede afectar el pH de la muestra. Las muestras deben analizarse lo antes posible una vez llegadas al laboratorio. Si no es posible hacerlo de manera inmediata, deben conservarse a 4°C.

No existe ningún método de preservación que sea totalmente satisfactorio. El preservante debe elegirse en función de los análisis a realizar. Solo deben utilizarse preservantes químicos cuando se haya demostrado que no van a afectar el análisis. En caso de que se utilicen, deberán añadirse al envase antes de poner la muestra, de manera que todas las partes de ésta entren en contacto con el

² Es necesario consultar con el laboratorio de análisis cuánto tiempo es permitido que transcurra entre la toma de muestra y su análisis. Esto depende de la naturaleza de la muestra y la estabilidad de los analitos bajo condiciones de almacenamiento.

preservante en el momento en que sea recolectada. Un método de preservación útil para un análisis determinado puede ser inadecuado para otros, por lo que a veces es necesario recolectar varias veces y conservarlas por separado para someterlas a análisis múltiples. Cuando se analizan muestras con materias en suspensión es inadecuado utilizar métodos de preservación. El formaldehído no debe utilizarse porque afecta a la mayoría de los analitos.

6. FRECUENCIA DE MUESTREO

La frecuencia del muestreo tiene como objetivo definir la continuidad del seguimiento que debe efectuarse a la calidad del agua para consumo humano (*agua potable*). Durante situaciones de emergencia, la frecuencia del muestreo será establecida por la autoridad reguladora pertinente. La cantidad mínima de muestras que se deben examinar mensualmente varía de acuerdo al número de habitantes de la población abastecida según se indica en los cuadros 2 y 3.

Cuadro 2. Número mínimo de muestras mensuales para programa de análisis mínimo establecido en la norma COGUANOR NTG 29001³

Población, número de habitantes	Número mínimo de muestras mensuales	Población, número de habitantes	Número mínimo de muestras mensuales
Menos de 7600	8	160001 a 220000	140
7601 a 9400	10	220000 a 290000	160
9401 a 11100	12	290001 a 360000	180
11101 a 12900	14	360001 a 450000	200
12901 a 14600	16	450001 a 550000	220
14601 a 16300	18	550001 a 660000	240
16301 a 18100	20	660001 a 780000	260
18101 a 19800	22	780001 a 910000	280
19801 a 21500	24	910001 a 1050000	300
21501 a 23200	26	1050001 a 1230000	320
23201 a 24900	28	1230001 a 1420000	340
24901 a 28000	30	1420001 a 1630000	360
28001 a 37000	40	1630001 a 1850000	380
37001 a 46000	50	1850001 a 2060000	400
46001 a 54000	60	2060001 a 2510000	420
54001 a 64000	70	2510001 a 3020000	440
64001 a 76000	80	3020001 a 3620000	460
76001 a 90000	90	3620001 a 4310000	480
90001 a 111000	100	4310001 ó mas	500
111001 a 160000	120		

Cuadro 3. Número mínimo de muestras mensuales para el programa de análisis complementario establecido en la norma COGUANOR NTG 29001

Población, número de habitantes	Número mínimo de muestras mensuales
Menos de 7600	4
76001 a 18100	8
18101 a 46000	12
46001 a 111000	20
111001 a 450000	32
450001 a 2060000	36
Mayor de 2060000	50

NOTA para otros fines, como por ejemplo, usos industriales, las frecuencias se establecerán en función de los volúmenes y necesidades que la empresa defina.

7. CORRESPONDENCIA

Para la elaboración de la presente norma se han tomado en cuenta los siguientes documentos.

- 1) Sección 1060. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, de la American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) y Water Environment Federation (WEF), 21th Edition. 2005. Páginas 1-27 a 1-35
- 2) Norma Chilena Oficial. NCh. 409/2.Of2004. Agua potable. Parte 2. Muestreo
- 3) Norma COGUANOR NTG 29 001. Agua para consumo humano (potable).

³ Tomado de la Norma Chilena Oficial. NCh. 409/2.Of2004. Agua potable. Parte 2. Muestreo

BIBLIOGRAFIA

- [1] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, de la American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) y Water Environment Federation (WEF), 21th Edition, 2005.
- [2] ISO 5667-2 Parte 1: Calidad del agua. Muestreo. Directrices para el diseño de programas y técnicas de muestreo
- [3] ISO 5667-3 Parte 3. Calidad del agua. Muestreo. Directrices para la preservación y manejo de las muestras

--- Última Línea ---