SECRETARÍA DE ECONOMÍA

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-003/3-SCFI-2008

AGUAS RESIDUALES – MUESTREO (TODAS LAS PARTES CANCELAN AL PROY NMX-AA-003-SCFI-2006)

WATER ANALYSIS – RESIDUAL WATER SAMPLING

PARTE 3

GUÍA PARA EL MUESTREO DE AGUAS RESIDUALES

GUIDANCE ON SAMPLING OF WASTE WATERS

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB, Q.F.B. MARTHA ELENA IZAGUIRRE VILLANUEVA
- INTEMA, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.
  Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental (CITSA)
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA / SERVICIOS AMBIENTALES
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
  Facultad de Química
  Instituto de Biología

ÍNDICE DE CONTENIDO

0 INTRODUCCIÓN 2

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN 2

1.1 OBJETIVOS 3
1.1.1 Caracterización de calidad 3
1.1.2 Control de calidad 4

2 REFERENCIAS NORMATIVAS 4

3 DEFINICIONES 5

4 EQUIPO DE MUESTREO 5

4.1 RECIPIENTES DE MUESTRA 5
4.2 TIPO DE APARATOS 6
4.2.1 Equipo de muestreo manual 6
4.2.2 Equipo automático de muestreo 7

5 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO 10

5.1 LUGARES DEL MUESTREO 10
5.1.1 Descripción general 11
5.1.2 Muestreo de alcantarillas, canales y túneles. 11
5.1.3 Plantas de tratamiento de aguas de desecho 12
5.1.4 Muestreo cualitativo 14
5.2 FRECUENCIA Y TIEMPO DE MUESTREO 14
5.2.1 Aspectos generales 14
5.2.2 Número de muestras 14
5.2.3 Tiempo de muestreo 15
5.2.4 Duración de cada periodo de muestreo 17
5.3 ELECCIÓN DEL MÉTODO DE MUESTREO 17
5.3.1 Tipos de muestras 17
5.3.1.1 Muestras puntuales 18
5.3.1.2 Muestras compuestas 18
5.3.2 Mediciones continuas 19
5.4 PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA 19

6 ASPECTOS DE SEGURIDAD DEL MUESTREO 20

7 IDENTIFICACIÓN Y REGISTROS DE LAS MUESTRAS 22

8 APÉNDICE NORMATIVO 24

ANEXO A (NORMATIVO) 24

9 VIGENCIA 25

10 BIBLIOGRAFÍA 25

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES 26

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-003/3-SCFI-2008

AGUAS RESIDUALES – MUESTREO (TODAS LAS PARTES CANCELAN AL PROY NMX-AA-003-SCFI-2006)

WATER ANALYSIS – RESIDUAL WATER SAMPLING

PARTE 3

GUÍA PARA EL MUESTREO DE AGUAS RESIDUALES

GUIDANCE ON SAMPLING OF WASTE WATERS

0 INTRODUCCIÓN

El PROY-NMX-AA-003-SCFI-2006 fue publicado el día 6 de marzo de 2006 en el Diario Oficial de la Federación para consulta pública. En el año 2008 el Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales decidió volver a publicarlo, dado que cambió sustancialmente su contenido inicial.

Este proyecto de norma mexicana está formado por tres partes. Esta parte está concebida para ser usada en conjunto con las otras partes de la norma mexicana; relacionadas con el muestreo de tipos específicos de agua. Esto se debe leer en conjunto con la ISO 5667-1, ISO 5667-2 e ISO 5667-3.

La terminología general usada está de acuerdo con las diferentes partes de la ISO 6107, particularmente la ISO 6107-2.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana contiene detalles sobre el muestreo de aguas de desecho domésticas e industriales, p. ej. el diseño de programas de muestreo y técnicas para la recolecta de muestras. Esto cubre aguas de desecho en todas sus formas, p. ej. aguas de desecho industriales, crudas y aguas de desecho domésticas tratadas.

El muestreo de derrames accidentales no se incluye, aunque estos métodos que se describen en ciertos casos pueden aplicarse a los derrames.

1.1 Objetivos

Un programa de muestreo puede basarse en muchos objetivos diferentes. Algunos de los objetivos más comunes son:

- Determinar la concentración de los contaminantes en una corriente de aguas de desecho

- Determinar la carga de contaminantes llevada a cabo por una corriente de aguas de desecho

- Proporcionar datos para la operación de una planta de tratamiento de aguas de desecho

- Probar los limites de concentración esperados de una descarga

- Proporcionar datos para la recaudación por descarga de aguas de desecho

Cuando se diseña un programa de muestreo de aguas de desecho, es esencial para el objetivo del estudio mantener en mente que la información obtenida del estudio corresponde a la información requerida.

Generalmente, los objetivos de un muestreo son para la caracterización del control de calidad, como se describe en 1.1.1 y 1.1.2

1.1.1 Caracterización de calidad

La caracterización de la calidad auxilia a determinar la concentración o carga de contaminantes en corrientes con aguas de desecho, generalmente durante un periodo largo de tiempo, por ejemplo, para monitorear el cumplimiento con un

estándar, para determinar tendencias, proporcionar datos sobre eficiencia en unidades de procesos o proporcionar datos de la carga para planear y/o propósitos de diseño.

1.1.2 Control de calidad

El objetivo del control de calidad puede ser uno de los siguientes:

a) Proporcionar datos para control a corto o largo plazo de la operación de una planta de tratamiento de aguas de desecho (p. ej. control de crecimiento de biomasa en unidades de lodos activados, control de procesos de digestión anaerobia, control de plantas de tratamiento de efluentes industriales);

b) Proporcionar datos para la protección de plantas de tratamiento de aguas residuales (p. ej. Proporcionar protección contra los efectos tóxicos de efluentes industriales en plantas de tratamiento de aguas residuales domesticas, identificando las fuentes de residuos indeseables de efluentes industriales)

c) Proporcionar datos de control de la contaminación (p. ej. operaciones de control de la disposición a tierra, mar o corrientes de agua)

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Para la correcta aplicación de la presente norma mexicana, se deben consultar las siguientes normas vigentes:

ISO 2602:1980, Statistical interpretation of test results –Estimation of the mean- Confidence intervals, o la NMX que la adopte.

ISO 2854:1976, Statistical interpretation of data –Techniques of estimation and tests relating to means and variances, o la NMX que la adopte.

ISO 5667-1:1980, Water quality –Sampling- Part 1: Guidance on the design of sampling programmes, o la NMX que la adopte.

ISO 5667-2:1991, Water quality -Sampling- Part 2: Guidance on sampling techniques, o la NMX que la adopte.

ISO 5667-3:1985, Water quality –Sampling- Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples, o la NMX que la adopte.

ISO 5667-5:1991, Water quality –Sampling- Part 5: Guidance on sampling of drinking water and water used for food and beverage processing, o la NMX que la adopte.

NMX-AA-089/2-SCFI-1992 Protección al ambiente-Calidad del agua-Vocabulario.- Parte 2

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de la norma mexicana, aplican las siguientes definiciones tomadas de NMX-AA-089/2- SCFI-1992, aplican

3.1 Muestra compuesta: Dos o más muestras o submuestras, mezcladas en proporciones apropiadas conocidas (ya sea puntuales o continuas), de las cuales el resultado promedio de las características deseadas puede ser obtenido. Las proporciones se basan usualmente en el tiempo o en las mediciones de flujo.

3.2 Línea de muestreo: El conducto en el cual se dirige la muestra al equipo analizador (línea de succión).

3.3 Punto de muestreo: La posición precisa dentro de un sitio de muestreo de la cual se toman las muestras

3.4 Muestra puntual: Una muestra discreta tomada al azar (con registro de tiempo y/o sitio) de un cuerpo de agua

4 EQUIPO DE MUESTREO

4.1 Recipientes de muestra

Se debe consultar al laboratorio responsable del análisis de las muestras sobre el tipo de contenedor que debe ser usado para la recolecta de la muestra, almacenamiento y transporte.

La ISO 5667-2 e ISO 5667-3 contienen información detallada sobre la selección de los recipientes de muestra.

Los recipientes de muestra deben prevenir pérdidas debido a la adsorción, volatilización y contaminación por sustancias extrañas.

Los factores deseables a ser considerados cuando se selecciona un recipiente son:

- alta resistencia a romperse
- buena eficiencia de sellado
- fácil de abrir
- buena resistencia a las temperaturas extremas
- tamaño, forma y masa prácticos
- buen potencial para su limpieza y reuso
- disponibilidad y costo

Para el muestreo de aguas de desecho, los contenedores de plástico son recomendables en la mayoría de las determinaciones. Existen algunas excepciones donde solo los contenedores de vidrio deben ser usados, cuando por ejemplo se hagan los siguientes análisis:

- grasas y aceites
- hidrocarburos
- detergentes
- pesticidas

Si se esterilizan o desinfectan las muestras de desechos, se deben recolectar, se deben usar contenedores y aparatos de muestreo (p. ej. ver ISO 5667-5).

4.2 Tipo de aparatos

4.2.1 Equipo de muestreo manual

Un equipo simple des usado para tomar muestras de efluentes y consiste de una cubeta, cucharón o una botella de boca ancha que pueden ser montados manualmente en una longitud útil. El volumen no debe ser menor a 100 mL. Cuando las muestras manuales sean usadas para la preparación de las muestras compuestas, el volumen de la cubeta, cucharón o botella deberá estar definido y conocido con una precisión de ±5%. Las muestras manuales pueden tomarse también con un muestreador Rutner o Kemmerer, que consiste de un tubo de volumen de 1 litro a 3 litros con una tapa y una bisagra a cada lado extremo del tubo u otros muestreadores que operen con un principio similar.

El equipo de muestreo manual debe estar hecho de un material inerte que no influencie los análisis que se realizarán en las muestras después (ver ISO 5667-2).

Antes de iniciar el muestreo, el equipo debe ser lavado con detergente libre de fosfatos y agua o como lo indique directamente el fabricante, y finalmente enjuagado con agua. El equipo de muestreo debe ser enjuagado antes de su uso en la corriente de aguas de desecho en donde es tomada la muestra con objeto de minimizar el riesgo de contaminación. Se debe poner especial atención al enjuagar después de limpiar, si los analitos bajo estudio son detergentes. El equipo de muestreo no debe ser enjuagado en la corriente de desechos cuando esto pueda influenciar el análisis que se ejecutará después (p. ej. análisis para grasas y aceites y análisis microbiológicos).

4.2.2 Equipo automático de muestreo

Un número de dispositivos están comercialmente disponibles que permiten un muestreo continuo o una serie de muestras a ser recolectadas automáticamente. Estos son fácilmente transportables y se pueden usar para cualquier tipo de aguas de desecho. Dos tipos de muestreadores automáticos están primeramente disponibles, son conocidos como proporcional al tiempo y proporcional al flujo (ver ISO 5667-2), pero algunos de los muestreadores tienen posibilidades de construirse. El muestreador puede basarse en los siguientes principios de recolecta de muestras:

- una bomba de cadena (bomba hechiza)
- compresor de aire y/o vacío
- efluente de la corriente continua
- bombeo (frecuentemente por medio de bomba peristáltica)

No se puede recomendar un simple principio que sea útil para todas las situaciones de muestreo. Cuando se selecciona el equipo de muestreo, se deben tomar en consideración los siguientes aspectos y el uso debe ser determinado por la importancia relativa de cada aspecto cuando se establezcan los requerimientos para su aplicación en un muestreo específico.

a) El muestreador debe ser capaz de tomar muestras compuestas en función del tiempo, por ejemplo, muestreo en diferentes intervalos de tiempo con flujo constante.

b) El muestreador debe ser capaz de tomar una serie de muestras discretas tomadas a intervalos fijos en contenedores individuales. Por ejemplo, cuando se llevan a cabo estudios diurnos para identificar periodos de cargas pico.

c) El muestreador debe ser capaz de tomar una sucesión de muestras compuestas en periodos cortos en contenedores individuales. Esto también puede ser útil en el monitoreo de periodos específicos conocidos que son de interés.

d) El muestreador debe ser capaz de tomar muestras compuestas en función del flujo, p. ej. tomando volúmenes variables de muestra dependiendo del flujo de la corriente en un periodo fijo de tiempo. Esta facilidad puede ser útil cuando se realicen estudios de carga de sustrato.

e) El muestreador debe ser capaz de tomar una sucesión de muestras en función del flujo, cada una en contenedores individuales. Esto puede ser útil cuando se trate de identificar periodos de carga variable en el sustrato, cuando los datos necesiten ser correlacionados con la tasa variable de flujo.

Los aspectos enlistados en los apartados a) a e) se refieren al tipo de muestras a ser recolectadas de acuerdo a 5.3.1. Adicionalmente, el usuario debe también ayudar en los siguientes atributos cuando se elija el equipo de muestreo, a menos que las circunstancias dictadas por ciertos de ellos pueda no ser necesario, en particular la habilidad de tomar muestras de una forma presurizada o de la alcantarilla.

f) La capacidad del muestreador para colectar muestras de una altura requerida o para cualquier otra situación elegida

g) Una construcción resistente y poca complejidad en su funcionamiento

h) Un número mínimo de partes expuestas o sumergidas en el agua

i) El muestreador debe ser resistente a la corrosión y sus partes eléctricas deben estar protegidas contra la acción del hielo, humedad o una atmósfera corrosiva

j) El muestreador debe ser de diseño simple y de fácil mantenimiento, operable y limpio

k) La línea de muestreo en el punto de toma de muestra al punto de entrega debe ser un mínimo de diámetro interno de 9 mm para minimizar el atascamiento, y la toma debe estar protegida con objeto de prevenir el atascamiento en la línea de toma

l) La velocidad del líquido en la toma debe ser menor de 0,5 m/s con objeto de prevenir la fase de separación en la línea de muestreo y la cámara de medición

m) La capacidad de purgar las líneas de muestreo para recibir muestras frescas

n) La precisión y aseguramiento de los volúmenes entregados debe ser de al menos 5% del volumen propuesto

o) El intervalo de tiempo entre las muestras puntuales debe ser ajustado de 5 minutos a 1 hora

p) Los recipientes de muestras y los tubos de unión deben ser tales que puedan ser fácilmente separados, limpiados y reemplazados en el equipo de muestreo

q) Puede ser necesario que se provea de compartimientos integrales al muestreador para almacenar los contenedores de la muestra en la oscuridad a 0°C a 4°C durante el periodo total de muestreo, y permitir

la adición de preservadores químicos a los contenedores de muestra antes o durante el periodo de muestreo

r) Los muestreadores portátiles deben ser ligeros, capaces de ser protegidos contra la manipulación y vandalismo, ser resistentes al incremento del calor y ser capaces de operar bajo un amplio intervalo de condiciones ambientales

s) Los muestreadores deben ser capaces de operar durante periodos de tiempo suficientemente largos sin atención (varios días)

t) Los muestreadores deben ser intrínsecamente libres de chispas con objeto de disminuir el riesgo de explosión, particularmente en áreas donde el metano o los solventes orgánicos volátiles se pueden encontrar

u) Puede ser necesario para el muestreador operar mientras se muestrea en medios presurizados, y este factor debe ser considerado antes de hacer una elección final del tipo de equipo

Cuando se seleccione el equipo de muestreo, el usuario debe también tener en mente que la operación manual debe ser fácil de leer y enlenguaje que se entienda por cualquier operador. La disponibilidad del servicio después de la compra y las refacciones también deben ser consideradas. Finalmente, es imperativo que los requerimientos del equipo por el proveedor de electricidad o compresor de aire corresponda a la disponibilidad de los servicios en la localidad donde el equipo es usado.

PRECUACIONES DE SEGURIDAD –Los requerimientos locales para la seguridad se deben observar todo el tiempo.

5 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

5.1 Lugares del muestreo

PRECAUCIONES DE SEGURIDAD –En todos los casos cuando se seleccionen los lugares de muestreo, los aspectos de seguridad y salud se deben observar. Ver Clausula 6.

5.1.1 Descripción general

Esta norma mexicana discute las técnicas de muestreo que pueden realizarse en varios lugares de muestreo, por ejemplo:

a) Dentro de plantas industriales (p. ej. entre corrientes de desechos no tratados)

b) Puntos de descarga de plantas industriales (desechos combinados no tratados)

c) En sistemas urbanos de desechos, incluyendo partes presurizadas y sistemas de gravedad

d) Dentro de plantas de tratamiento de aguas de desecho

e) Salidas de plantas de tratamiento de aguas de desecho

En todos los casos, es esencial que el lugar sea seleccionado como representativo de la corriente de desechos a ser examinados.

Para la selección de las localidades con alcantarillas, un estudio del sistema de alcantarillas debe ser realizado inicialmente. Al estudiar el diseño del sistema de alcantarillado, se pueden identificar los posibles lugares. Subsecuentemente, un sitio de inspección, incluyendo el uso de estudio de trazadores químicos será necesario, y debe ser ejecutado con objeto de asegurar que los lugares de las alcantarillas y el paso de la corriente de desechos corresponde al diseño, y estar seguro de que la localidad seleccionada es representativa para el propósito del muestreo.

La referencia se debe hacer a la ISO 5667-1, para la guía sobre la planeación de programas de muestreo.

5.1.2 Muestreo de alcantarillas, canales y túneles.

Antes de muestrear, el sitio elegido debe ser saneado con objeto de remover láminas, lodos, película bacteriana, etc, de las paredes.

El lugar debe ser elegido donde el efluente tenga un flujo con alta turbulencia, para asegurar una buena mezcla. Frecuentemente la accesibilidad, carencia de sitios seguros, o no disponibilidad de energía pueden evitar el uso de mejores sitios.

Ya que los canales del efluente son generalmente diseñados para abastecerse con el efluente y condiciones de descarga de aguas de lluvia, y/o flujos altos de los que actualmente ocurren, el flujo laminar puede ocurrir frecuentemente. En la ausencia de una localidad con condiciones de flujo turbulento, tales condiciones deben ser inducidas por restricción en el flujo, por ejemplo con una vertedero de desviación. La restricción puede ser hecha en tal forma que la sedimentación agua arriba de la restricción no ocurra. El punto de toma de la muestra siempre se localizará agua debajo de la restricción y, como regla general, debe ser localizado al menos 3 veces del diámetro del tubo aguas debajo de la restricción. La entrada de la línea de muestreo debe estar preferiblemente contra la dirección del flujo, pero contracorriente aguas abajo si resultan obstrucciones [ver también 4.2.2l)].

NOTA 1 Si la mezcla es buena justo aguas arriba del obstáculo, entonces la toma se puede localizar ahí, teniendo cuidado de que el sedimento no sea muestreado y asegurando que la toma permanece debajo del nivel del líquido.

Cada vez que sea práctico, se deben establecer localidades de muestreo permanentes, cuidando que se asegure las condiciones reproducibles del muestreo.

Antes del procedimiento con el muestreo de descargas industriales, las condiciones dentro de la planta (p. ej. procesos y tasa de producción) se deben anotar y registrar a lo largo con cualquier peligro potencial, por ejemplo pisos excesivamente húmedos.

Como regla general, el punto de muestreo debe ser un tercio de la profundidad del agua del efluente debajo de la superficie del agua.

5.1.3 Plantas de tratamiento de aguas de desecho

Cuando se eligen las localidades de muestreo para plantas de tratamiento de aguas de desecho, es otra vez importante referirse al objetivo del programa de recolección de datos, que es parte del programa de muestreo.

Los objetivos típicos son:

- Control de la ejecución total de la planta de tratamiento: las muestras deben ser recolectadas en la entrada principal y en los puntos principales de salida

- Control en la operación de las unidades individuales del proceso o grupo de unidades; las muestras deben ser recolectadas en la entrada y salida de las unidades en cuestión

Cuando se muestree en los influentes de las plantas, el objetivo del programa de muestreo debe ser considerado cuidadosamente. En algunas situaciones, puede haber la necesidad de muestrear desechos crudos en la mezcla con líquido de proceso recirculado (p. ej. en la evaluación del tanque de sedimentación primario con carga y eficiencia). En otros casos, puede ser necesario excluir el efecto de estos líquidos (p. ej. cuando la recolecta de datos diseñados para evaluar las cargas doméstica/industrial de una planta o para ayudar a un control de un efluente industrial).

Los dispositivos de medición facilitan a que el muestreo sea representativo (p. ej. Medidores tipo Parshall o Vertedores ver 5.1.2).

Cuando los efluentes muestreados del proceso emplean más de una unidad de tratamiento individual (p. ej. varios tanques de sedimentación), debe de asegurarse que la muestra es representativa en toda la corriente del efluente y no solo en una unidad de tratamiento específica (a menos que las unidades formen la base de un estudio específico).

Se deben hacer revisiones frecuentes de los sitios de muestreo de las plantas, para asegurar que cualquier cambio relevante en la operación de la unidad del proceso es tomada en cuenta cuando se muestrea. Por ejemplo, la operación del filtro percolador puede ser cambiada de una operación de “paso-simple” a una operación de “recirculación” o “filtración con alternación doble”: la operación de la planta de tratamiento puede incluir cambios en la manera en la cual se alimenta o se retorna el licor que es introducido a la planta (p. ej. retorno del desecho de los tanques, cambios en la posición en la cual se procesa el licor y que es retornado a la planta de tratamiento).

Siempre que se muestreen aguas residuales, tener gran cuidado de ejercitar para minimizar la heterogeneidad sustancial causada por los sólidos suspendidos que se presentan frecuentemente. Similarmente, la estratificación térmica de las corrientes del efluente industrial separadas se puede encontrar cuando los efluentes o

descargas muestreados de un proceso industrial y las mediciones se han tomado para promover la mezcla de cada corriente antes del muestreo.

5.1.4 Muestreo cualitativo

Puede ser necesario muestrear la superficie con espuma, con objeto de obtener información cualitativa acerca del material emulsificado y flotante. Los vasos de boca ancha son contenedores útiles, pero la guía debe ser consultada al laboratorio receptor.

5.2 Frecuencia y tiempo de muestreo

5.2.1 Aspectos generales

Esta subcláusula se relaciona con la frecuencia de muestreo, p. ej. el número de muestras a ser tomadas, la duración del periodo de muestreo y el tiempo en el cual el muestreo debe hacerse.

5.2.2 Número de muestras

La sección tres de la ISO 5667-1:1980 muestra los lineamientos generales sobre el tiempo y la frecuencia de muestreo. Esta subcláusula contiene especificaciones para el muestreo de aguas de desecho.

La concentración de los diferentes parametros en una corriente de efluente puede variar debido al azar y cambios sistemáticos. La mejor solución técnica para determinar los valores verdaderos puede ser usando un instrumento automático en línea que realice análisis continuos del parametro de interés. Sin embargo, esta consideración es raramente aplicable, debido a que la disponibilidad de la instrumentación para los diferentes parámetros requeridos es inapropiada para su aplicación en campo, no está disponible o es muy cara.

Por esta razón, los análisis de agua se deben basar sobre muestras tomadas en intervalos regulares durante un cierto periodo (p. ej. el periodo de control). Las muestras deben ser muestras compuestas, a menos que los parámetros que se vayan a analizar prohiban el uso de una muestra compuesta. La elección del número necesario de muestras tomadas durante cada periodo de control se debe decidir con base en las técnicas estadísticas (ver ISO 2602, ISO 2854 e ISO 5667-1).

5.2.3 Tiempo de muestreo

El objetivo del programa de muestreo dictamina cuando y como se recolecta la muestra.

Generalmente, cuando se muestrean desechos y efluentes, es normal pedir autorización para las siguientes variaciones en la calidad:

a) Variaciones diurnas (p. ej. variabilidad dentro del día)

b) Variaciones entre días de la semana

c) Variaciones entre semanas

d) Variaciones entre meses y estaciones

e) Tendencias

Si hay poca o no hay variación diurna, o variaciones día a día, cuando en un tiempo particular del día o día de la semana para el muestreo no es relativamente importante. La solución es muestrear aun a través del año, pero en cualquier momento del día o día a día de la semana (esto se elige por conveniencia).

Si la identificación de la naturaleza y magnitud del pico de la carga es importante, el muestreo se debe restringir a estos periodos del día, semana o mes cuando los picos de las cargas se sabe que se presentarán.

La relación de los tiempos de muestreo con un proceso particular ha sido monitoreado y puede ser muy importante cuando se consideren descargas de efluentes industriales que son estacionales u operadas en base a intermitencias. En este caso, la descarga no debe ser continua y el programa de muestreo necesita tomar en cuenta este hecho.

El muestreo para la detección de tendencias necesita planearse cuidadosamente. Por ejemplo, cuando se detectan tendencias sobre la base de mes a mes, es apropiado que siempre se muestree el mismo día de la semana, con objeto de que cualquier variación diurna y diaria sea eliminada de la variabilidad total de los datos, permitiendo que se detecten más eficientemente las tendencias.

Cuando el número de muestras ha sido decidido de acuerdo a 5.2.2, los tiempos de muestreo deben ser determinados. Las muestras normalmente son tomadas en intervalos fijos durante todo el periodo de control. El periodo de control puede ser un año, un número de meses o semanas, o aún en periodos cortos de tiempo.

Si el periodo de control cubre un año, los días de muestreo pueden ser determinados de la fórmula (1) para un número de muestras, *n*, que serán cerca de 25 y de la fórmula (2) para el número de muestras menores de 25.

La fórmula (1) indica el número por día durante el cual el muestreo debe realizarse:

$$A + \frac{365}{n}, A + \frac{365\ X\ 2}{n}, A + \frac{365\ X\ 3}{n}, A + \frac{365\ X\ n}{n} \qquad (1)$$

donde:

n es el número de muestras
A es el número al azar en el intervalo entre -365/*n* y 0

La fórmula (2) indica el número de semanas durante las cuales se debe hacer el muestreo. El día de cada semana debe ser determinado para que las muestras sean tomadas cada día de la semana.

$$B + \frac{52}{n}, B + \frac{52\ X\ 2}{n}, A + \frac{52\ X\ 3}{n}, A + \frac{52\ X\ n}{n} \qquad (2)$$

donde:

n número de muestras
B número al azar en el intervalo entre -52/*n* y 0

Se pueden usar fórmulas similares para otros periodos de control, por ejemplo, tres meses, 6 meses, etc. El periodo elegido debe cubrir cualquier variación estacional.

Después de determinar los intervalos y el número de días o semanas, se debe asegurar que el muestreo no conducirá a ningún riesgo de error sistemático, por ejemplo porque siempre se tomen muestras de un día en particular, o por omitir sistemáticamente días particulares de la semana.

5.2.4 Duración de cada periodo de muestreo

Esta subcláusula se ocupa del periodo sobre el cual será tomada una muestra compuesta. Cuando se seleccione este periodo, dos factores se deben considerar.

a) El objetivo del muestreo. Por ejemplo, puede ser necesario evaluar el promedio de la carga orgánica en un flujo en un periodo de 24 horas, en cuyo caso el flujo diurno proporcional de las muestras compuestas debe ser adecuado.

b) La estabilidad de la muestra. En el ejemplo dado en a), puede no se necesario ni práctico extender el periodo de la composición por más de 24 horas, ya que el componente orgánico en la muestra bajo estudio puede deteriorarse.

El periodo de muestreo puede variar en pocas horas, donde los estudios traza de compuestos orgánicos volátiles hayan sido monitoreados por varios días, donde las especies inorgánicas estables sean monitoreadas.

La estabilidad de la muestra puede frecuentemente limitar la duración del periodo de muestreo. En tales casos, se debe hacer referencia a las técnicas analíticas específicas a ser empleadas y el laboratorio receptor debe ser consultado, con objeto de corregir las medidas preventivas a ser usadas. La ISO 5667-3 y 5.4 dan mayores detalles sobre la preservación y almacenamiento de las muestras.

5.3 Elección del método de muestreo

5.3.1 Tipos de muestras

Es común distinguir entre dos tipos de muestras:

a) Muestras puntuales
b) Muestras compuestas

5.3.1.1 Muestras puntuales

En una muestra puntual, el volumen total de la muestra es tomado una sola vez. Las muestras puntuales son útiles para determinar la composición de las aguas de desecho en cierto tiempo. En casos con pequeñas variaciones en el volumen y composición de la corriente de desechos, una muestra puntual puede ser representativa de la composición durante un periodo largo.

Las muestras puntuales son esenciales cuando el objetivo de un programa de muestreo es estimar el cumplimiento de estándares no relacionados con el promedio de la calidad. En casos donde el cumplimiento de la calidad es juzgado con base en el promedio de la calidad del efluente, las muestras compuestas deben ser siempre usadas.

Para ciertas determinaciones, solo las muestras puntuales pueden ser usadas. Por ejemplo, es el caso con aceites y grasas, oxígeno disuelto, cloro y sulfuro. Aquí el resultado puede diferir si el análisis no es realizado (o iniciado) inmediatamente después de la recolección de la muestra, y si el volumen total de la muestra no es usado en tiempo. Las muestras puntuales son usualmente tomadas manualmente, pero también pueden se tomadas con un equipo automático de muestreo.

5.3.1.2 Muestras compuestas

Las muestras compuestas son preparadas por la mezcla de un número de muestras puntuales o por recolección de una fracción continua de desechos de la corriente. Hay dos tipos de muestras compuestas:

a) Muestras de tiempo

b) Muestras de flujo

Las muestras compuestas de tiempo consisten de muestras puntuales de igual volumen tomadas a intervalos constantes durante un periodo de muestreo.

Las muestras compuestas de tiempo son apropiadas cuando la calidad del efluente del desecho es de interés (p. ej. cuando se determina el cumplimiento con un estándar basado en la calidad promedio o cuando se determina la longitud promedio del agua de desecho para propósitos de diseño del proceso, y en casos con un flujo constante de aguas de desecho).

Las muestras compuestas de flujo consisten de muestras puntuales tomadas y mezcladas en tal sentido que el volumen de la muestra durante el periodo de muestreo (ver ISO 5667-2). Las muestras compuestas de flujo deben ser usadas cuando la determinación de la carga de los contaminantes es el objetivo del muestreo [p. ej. Demanda Bioquímica de Oxígeno, (DBO)], carga en la planta de tratamiento de las aguas de desecho, porcentaje de remoción de sólidos, carga de nutrientes y otros determinandos hacia el ambiente].

Una muestra compuesta de flujo puede ser tomada a intervalos constantes, pero con volúmenes variables de la muestra que son proporcionales al flujo en el momento del muestreo, o como muestra puntual de igual volumen que son tomadas en el momento cuando se fijan cantidades de efluente que ha pasado a través del punto de muestreo.

En ambos muestreos, de tiempo y flujo, cada una de las muestras puntuales debe ser mayor a 50 mL en volumen. Frecuentemente es aconsejable que la muestra puntual sea de 200 mL a 300 mL en volumen, con objeto de ser capaces de recolectar muestras representativas.

5.3.2 Mediciones continuas

Como una alternativa de muestreo y análisis, las mediciones continuas pueden ser efectuadas en un número de casos. Las mediciones continuas pueden ser hechas directamente en la corriente del agua de desecho o en un remanso. Las mediciones son hechas usando electrodos o un equipo analítico automático provisto con un registrador o un capturador de datos. Cuando sea técnicamente posible y económicamente justificable, el uso de esta técnica puede proporcionar información considerable sobre las aplicaciones de tratamiento en las aguas de desecho, ya que las amplias variaciones en la calidad presentes en las aguas de desecho puede ser generalmente bien cuantificado. Aunque el intervalo de equipo disponible para un monitoreo continuo es limitado, hay un número de aplicaciones donde esta técnica puede ser competitiva con las técnicas de muestreo (p. ej. mediciones de pH, temperatura, oxígeno disuelto).

5.4 Preservación, transporte y almacenamiento de la muestra

La ISO 5667-3 da detalles de cómo preservar, transportar y almacenar muestras para análisis de aguas.

La forma más común de preservar muestras de aguas de desecho es enfriar a una temperatura entre 0°C y 4°C. Cuando se enfría a esta temperatura y se almacena en la oscuridad, la mayoría de las muestras son normalmente estables por 24 horas. Detalles posteriores se encuentran en ISO 5667-3.

Para algunos determinandos, la estabilidad a largo plazo puede ser obtenida por congelamiento muy bajo (debajo de -18°C).

Cuando se recolectan muestras compuestas durante periodos largos, la preservación debe ser una parte integral de la operación del muestreo.

Puede ser necesario usar más de un aditamento de muestreo, para permitir preservar y no preservar las muestras no tomadas.

El responsable del laboratorio para análisis de la muestra debe ser consultado siempre con relación a la selección del método de preservación y su subsecuente transporte y almacenamiento.

6 ASPECTOS DE SEGURIDAD DEL MUESTREO

La cláusula 7 de la ISO 5667-1:1980 presenta las guías generales de precauciones de seguridad. Sin embargo, estas guías y las de esta norma mexicana no pueden ser sustituidas por reglas o regulaciones locales y/o nacionales.

6.1 Cuando se trabaja con alcantarillados, letrinas, estaciones de bombeo y plantas de tratamiento de aguas de desecho, se debe advertir lo siguiente:

a) Peligro de explosión causada por mezclas de gas explosivo en el sistema de alcantarillado

b) Riesgo de envenenamiento causado por gases tóxicos, por ejemplo sulfuro de hidrógeno (H_2S) y monóxido de carbono (CO)

c) Riesgo de sofocación causada por la carencia de oxígeno

d) Riesgo de enfermedades causadas por organismos patógenos en las aguas de desecho

e) Riesgo de daño físico debido a una caída o resbalón

f) Riesgo de ahogamiento

g) Riesgo de un impacto de objetos que caen

6.2 Antes de entrar a un espacio confinado, se deben observar los siguientes procedimientos, desde el principio hasta el final.

a) Checar si hay cualquier riesgo de explosión con el uso de un explosímetro o un dispositivo similar

b) Checar la presencia de H_2S y CO, y cualquier otros gases tóxicos como sea necesario, por el uso de un detector de gas apropiado

c) Checar que el nivel de oxígeno en el aire sea suficiente [p. ej. cerca de 20% (V/V)]

Si estos chequeos muestran que las condiciones de trabajo no son aceptables, el alcantarillado y la boca de acceso deben ser ventilados hasta alcanzar las condiciones aceptables de trabajo. Se puede proceder al trabajo, tomando en cuenta lo siguiente:

d) No entrar a espacios confinados a menos que haya suficientes personas fuera del espacio para efectos de rescate. Cada persona entrará al espacio confinado cuando lleve arneses de rescate completos y fijos por una línea de seguridad hacia el exterior. Todo el personal debe tener comunicación directa en todo momento.

e) Cualquier persona que entre a la boca de acceso o espacio confinado debe llevar aparatos de respiración de escape, aun cuando la atmósfera en le espacio haya sido checada antes de entrar. Al menos dos miembros del equipo de rescate deben también tener aparatos de respiración de cara completa en la mano, si se presenta un evento de rescate.

f) Llevar ropa de protección, incluyendo, botas de goma, guantes y cascos de seguridad

g) Mientras cualquier persona esté en un espacio confinado, se debe llevar un equipo de monitoreo atmosférico apropiado. Si este equipo indica que se han desarrollado condiciones atmosféricas inseguras,

entonces las personas en el espacio confinado deben salir inmediatamente. El espacio confinado debe ser ventilado hasta que se pueda mostrar que la atmósfera es apta para la respiración.

h) Altos estándares de higiene personal se deben observar en todo momento mientras haya posibilidad de contacto con el desecho. Ninguna persona debe comer, beber o fumar hasta que todo sea lavado. El vestuario y el equipo deben también ser lavados y desinfectados después de su uso.

6.3 En muchos países hay requerimientos legales sobre la vacunación de los trabajadores que están en contacto con aguas de desecho. Tales requerimientos deben ser aplicados completamente por el personal involucrado en el muestreo de aguas de desecho.

6.4 El muestreo en áreas urbanas frecuentemente toma lugar en alcantarillados y coladeras en las calles. En tales lugares el tráfico es un peligro serio. Es necesario interferir con el tráfico, con acuerdos útiles que se hagan con la policía o la autoridad local. Es esencial que existan señales de precaución apropiadas y luces. Aun cuando todas las precauciones se tomen, el personal de muestreo debe tener precaución ante el peligro.

7 IDENTIFICACIÓN Y REGISTROS DE LAS MUESTRAS

Un registro impreso para el reporte de muestreo debe incluir la siguiente información donde sea aplicable:

- Punto de muestreo
- Designación abreviada del punto de muestreo
- Fecha, inicio y final del muestreo
- Tiempo, inicio y final del muestreo
- Duración del periodo de muestreo
- Propósito del muestreo

- Detalles del método de muestreo

- Detalles de las pruebas de campo

Los aspectos característicos de cada caso individual debe ser registrado bajo “comentarios” (ver anexo A). Como regla, el investigador responsable debe determinar el programa de prueba, el volumen de la muestra y designación del punto de muestreo.

El reporte de muestreo debe aplicarse permanentemente y en puntos de muestreo ocasionales.

En casos apropiados, el reporte de muestreo debe ser acompañado por una cédula que identifique el sitio, mostrando detalles importantes que influencían la calidad del muestreo como rutas de tráfico, edificios y disposición de la planta, etc.

Bajho “comentarios”, se deben dar detalles sobre tema como condiciones de preservación y almacenamiento antes de enviar al laboratorio, cambios subsecuentes observados, muestras control tomadas por otros investigadores, presencia de testigos, y también (en el caso de incidentes de contaminación o emergencia) naturaleza, origen y volumen de las sustancias dañinas esperadas y partes dañadas.

El anexo A da un ejemplo de una forma de reporte de muestreo para muestras de aguas de desecho domésticas e industriales.

8 APÉNDICE NORMATIVO

ANEXO A (normativo)

Reporte - Muestreo de aguas de desecho domésticas e industriales

Localidad (es): *Nombre(s) del Código:*	
Método de muestreo:	*Puntual. .....* *Compuesta por tiempo .....* *Compuesta por flujo .....* *Equipo usado .....*
Intervalo o flujo entre muestras ..... min o m^3 *Volumen de las muestras puntuales..... mL*	
Inicio del muestreo..... (fecha y hora) *Término del muestreo..... (fecha y hora)*	
Método de preservación:	

Mediciones de campo:

Prueba	*Resultado*	*Unidad*	*Tiempo*

Procedimientos de control de calidad:
Comentarios sobre el muestreo:
Nombre, fecha y firma:

9 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

10 BIBLIOGRAFÍA

- ISO 5667-10:1992.- Water quality - Sampling -Part 10: Guidance on sampling of waste waters

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma coincide totalmente con la Norma Internacional ISO 5667-10:1992.- Water quality - Sampling -Part 10: Guidance on sampling of waste waters

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS