



UNIVERSIDAD DE CUENCA

desde 1867



# UNIVERSIDAD DE CUENCA



## FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

### ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“DISEÑO Y ELABORACIÓN DE UN MANUAL DE TOMA, MANEJO Y  
RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUA PARA EL LABORATORIO DE  
CALIDAD DE AGUA DEL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS Y  
CIENCIAS AMBIENTALES, PERTENECIENTE A LA UNIVERSIDAD DE  
CUENCA”**

TESIS PREVIA A LA  
OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE  
INGENIERA QUÍMICA

**AUTORA:**

Erika Johanna Lituma Ríos

C.I.: 010422813-5

**DIRECTORA:**

Ing. Enmita Lucía Mora Abril

C.I.: 010284355-4

**Cuenca – Ecuador**

2016



## RESUMEN

El presente trabajo se realiza en el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, perteneciente a la Universidad de Cuenca, ubicado en Quinta Balzay, siendo el propósito principal la estandarización de los procedimientos de toma, manejo y recepción de las muestras de agua así como un manejo adecuado de los equipos dentro del laboratorio para análisis, mediante un manual que instruya al laboratorista en todos los procesos requeridos para la obtención de resultados exitosos y seguros.

El proyecto en estudio pretende identificar y analizar los parámetros que influenciarían de manera negativa en la toma, manejo y recepción de las muestras de agua como: contaminación de las mismas por mala manipulación, tiempo de conservación de las muestras, conservantes y recipientes utilizados, pudiendo así afectar los resultados obtenidos en el momento de analizar estas dentro del laboratorio, el cual se dedica netamente solo a proyectos de investigación en fuentes de agua. Y luego de identificadas y analizadas, mejorarlas en su totalidad mediante el diseño y elaboración de un manual de estandarización de procedimientos de toma, manejo y recepción de la muestra, requerido para la óptima continuación de los análisis de las muestras receptadas en el laboratorio, con información necesaria y altamente eficaz para evitar en su totalidad los errores durante el proceso de análisis; obteniendo así resultados fiables y seguros.

**PALABRAS CLAVES:** importancia de los análisis físico-químicos, objeto de un manual, toma-manejo y recepción de una muestra de agua, equipos de análisis.



## ABSTRACT

This research was made at the Water Quality Laboratory of Water Resources and Environmental Sciences Department, part of the University of Cuenca, located in Quinta Balzay, the principal purpose is the procedures standardizing of collection, handling and reception of water samples and proper handling of the equipment by a manual to instruct the laboratory technician in all processes in order to obtain successful and safe results.

The project under study aims to identify and analyze the parameters that would influence negatively on the collection, handling and receiving water samples as: contamination of the samples by poor handling, time conservation of the samples, preservatives and containers, can affect the results in the analyzing moment of the samples in the laboratory, which is dedicated only to investigation projects in water sources. After identified and analyzed, improve them entirely through the design and development of a manual to standardize procedures for collection, handling and receiving of the sample, required for the optimal analysis continuation of the water samples received in the laboratory, with necessary and highly effective information to avoid errors in its entirety during the analysis process obtaining reliable and safe results.

In a third chapter is a brief introduction to the handling and precautions on the analysis methodology of the three main laboratory equipment: FLOW ANALIZER, TOC VARIO E ICP-MS.

**KEYWORDS:** physicochemical analysis importance, manual object, collection, handling and reception water samples, equipment analysis.



## ÍNDICE GENERAL

ABSTRACT .....	- 3 -
CAPITULO I .....	- 13 -
1. INTRODUCCIÓN .....	- 14 -
1.1. OBJETIVOS DE LA TESIS .....	- 14 -
1.1.1. Objetivo General.....	- 14 -
1.1.2. Objetivos Específicos .....	- 14 -
1.2. MARCO TEÓRICO.....	- 14 -
1.3. INFORMACIÓN GENERAL DEL LABORATORIO .....	- 16 -
1.3.1. Nombre del laboratorio .....	- 16 -
1.3.2. Ubicación .....	- 16 -
1.3.3. Fecha de construcción.....	- 16 -
1.3.4. Plano del laboratorio.....	- 16 -
1.3.5. Objetivo del laboratorio .....	- 16 -
1.3.6. Situación Actual del Laboratorio .....	- 17 -
1.4. IMPORTANCIA DE LOS ANÁLISIS FÍSICOS Y QUÍMICOS REALIZADOS EN EL AGUA .....	- 19 -
1.5. TIPOS DE ANÁLISIS .....	- 21 -
1.5.1. Análisis Físicos: .....	- 21 -
1.5.2. Análisis Químicos: .....	- 21 -
1.5.3. Análisis Instrumentales: .....	- 21 -
1.6. IMPORTANCIA DE UN MANUAL DENTRO DE UN LABORATORIO .....	- 21 -
1.7 DESCRIPCIÓN EN FORMA REDUCIDA DEL FUNCIONAMIENTO DE LOS EQUIPOS DE ANÁLISIS DEL LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA DEL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS Y CIENCIAS AMBIENTALES PERTENECIENTE A LA UNIVERSIDAD DE CUENCA.....	- 22 -
1.7.1. Términos y Definiciones.....	- 23 -
1.7.2 EQUIPO FLOW ANALIZER .....	- 26 -
1.7.3 EQUIPO TOC (vario) .....	- 28 -
1.7.4. EQUIPO ICP-MS NEXION 350.....	- 32 -
CAPITULO II .....	- 42 -
2. TOMA, MANIPULACIÓN Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS DEL PARQUE NACIONAL EL CAJAS .....	- 43 -
2.1. OBJETO DEL MANUAL .....	- 43 -



2.2. APLICABILIDAD .....	- 43 -
2.3. REFERENCIAS NORMATIVAS .....	- 43 -
2.4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES .....	- 44 -
2.4.1. Muestra de Agua .....	- 44 -
2.4.2. Definición de Muestreo .....	- 45 -
2.4.3. Muestras simples .....	- 45 -
2.4.4. Muestras compuestas.....	- 46 -
2.4.5. Restricciones del Muestreo .....	- 48 -
2.5. REQUISITOS .....	- 48 -
2.5.1. Personal .....	- 48 -
2.5.2. Recipientes.....	- 48 -
2.5.3. Materiales y Reactivos.....	- 53 -
2.6. PUNTO DE MUESTREO .....	- 54 -
2.7. CONTROL Y VIGILANCIA DEL MUESTREO .....	- 57 -
2.8. MUESTREO.....	- 58 -
2.8.1. Muestreo Manual .....	- 58 -
2.8.2. Muestreo en Laguna.....	- 59 -
2.8.3. Precipitación (Agua de Lluvia) .....	- 61 -
2.8.4. Volumen de muestra necesaria .....	- 63 -
2.9. PRESERVACIÓN DE CONTAMINACIÓN DE LA MUESTRA.....	- 63 -
2.9.1. Intervalo de tiempo entre la recolección de la muestra y el análisis .....	- 67 -
2.10. CONDICIONES DE IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA .....	- 67 -
2.11. SECUENCIA DEL MUESTREO.....	- 70 -
2.11.1. Cadena de Custodia .....	- 71 -
2.11.2. Empaque .....	- 74 -
2.11.3. Transporte .....	- 74 -
2.12. ASPECTOS PARA EVITAR LA CONTAMINACIÓN DE LA MUESTRA EN EL MOMENTO DEL MUESTREO.....	- 75 -
2.13. CRITERIOS QUE SE DEBEN CUMPLIR PARA LA ACEPTACIÓN DE LA MUESTRA. ....	- 76 -
2.14. RECEPCIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA.....	- 78 -
2.15. PRECAUCIONES ADICIONALES PARA EL MUESTREADOR .....	- 79 -
2.16. NORMAS DE SEGURIDAD EN EL PROCESO DEL MUESTREO..	- 80 -
2.17. CRITERIOS PARA LA NO ACEPTACIÓN DE MUESTRAS.....	- 82 -
CAPITULO III .....	- 84 -



3. PROCEDIMIENTOS DE ANÁLISIS QUE SE LLEVAN A CABO DENTRO DEL LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS Y CIENCIAS AMBIENTALES DE LA UNIVERSIDAD DE CUENCA .....	- 85 -
3.1. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA AMONIACO.....	- 85 -
3.1.1 Nombre .....	- 85 -
3.1.2. Propósito u objetivo .....	- 85 -
3.1.3. Alcance .....	- 85 -
3.1.4. Desarrollo .....	- 85 -
3.1.5. Precauciones .....	- 89 -
3.2. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA NITRATOS, NITRITOS .....	- 89 -
3.2.1. Nombre .....	- 89 -
3.2.2. Propósito u objetivo .....	- 89 -
3.2.3. Alcance .....	- 89 -
3.2.4. Desarrollo .....	- 89 -
3.3. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA ORTO FOSFATOS.....	- 93 -
3.3.1. Nombre .....	- 93 -
3.3.2. Propósito u objetivo .....	- 93 -
3.3.3. Alcance .....	- 93 -
3.3.4. Desarrollo .....	- 93 -
3.3.5. Precauciones .....	- 96 -
3.4. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA CARBONO Y NITRÓGENO .....	- 96 -
3.4.1. Nombre .....	- 96 -
3.4.2. Propósito u objetivo .....	- 96 -
3.4.3. Alcance .....	- 96 -
3.4.4 Desarrollo .....	- 97 -
3.5. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS DE ELEMENTOS INORGÁNICOS IONIZABLES (METALES).....	- 98 -
3.5.1. Nombre .....	- 98 -
3.5.2. Propósito u objetivo .....	- 98 -
3.5.3. Alcance .....	- 98 -
3.5.4. Desarrollo .....	- 98 -
3.5.5. Precauciones .....	- 99 -
CAPITULO IV .....	- 100 -
4.1. CONCLUSIONES .....	- 101 -



4.2. RECOMENDACIONES .....	- 102 -
4.2.1. Recomendaciones para la toma de muestras.....	- 102 -
4.2.2. Recomendaciones para el manejo de las muestras .....	- 102 -
4.2.3. Recomendaciones para la recepción de muestras .....	- 103 -
4.2.4. Recomendaciones para los procesos de análisis .....	- 103 -
ANEXOS .....	- 104 -
ANEXO 1: Plano y Fotografías del Laboratorio.....	- 105 -
ANEXO 2: Fotos de los sitios seleccionados para el muestreo semanal ....	- 111 -
ANEXO 3: Momento en que el haz de iones pasa hacia el cuadrupolo ion deflector a través del TRIPLE CONO INTERFAZ .....	- 113 -
ANEXO 4: Demostración grafica de la función del CUADRUPOLO ION DEFLECTOR .....	- 113 -
ANEXO 5: Celda universal del equipo ICPS-MS NEXION 350.....	- 114 -
Bibliografía .....	- 115 -

## CONTENIDO DE TABLAS

Tabla 1. Parámetros de Análisis para el equipo Flow Analyzer.....	- 17 -
Tabla 2. Parámetros de Análisis para el equipo TOC (vario) .....	- 18 -
Tabla 3. Parámetros de Análisis para el equipo ICP-MS .....	- 18 -
Tabla 4. Especificaciones de vario cube TOC.....	- 30 -
Tabla 5. La tecnología de la celda universal .....	- 33 -
Tabla 6. Modo de operación de la celda universal .....	- 35 -
Tabla 7. Aductos formados por el argón y analito al cual interfieren .....	- 38 -
Tabla 8. Interferencias isóbaras principales .....	- 39 -
Tabla 9. Pureza del ácido.....	- 41 -
Tabla 10. Fuentes de contaminación de la muestra.....	- 41 -
Tabla 11. Recipientes utilizados para el muestreo.....	- 49 -
Tabla 12. Codificación de los lugares a muestrear.....	- 56 -
Tabla 13. Cantidad de muestra de agua que se debe tomar. ....	- 63 -
Tabla 14. Descripción de los preservantes .....	- 66 -
Tabla 15. Requisitos básicos de la muestra para la conservación .....	- 66 -
Tabla 16. Custodia de envases de muestreo.....	- 73 -
Tabla 17. Formato de cadena de custodia. ....	- 73 -
Tabla 18. Reactivos usados para el análisis de Amoniacó .....	- 86 -



Tabla 19. Elaboración de solución patrón para amoniacó.....	- 87 -
Tabla 20. Reactivos usados para el análisis de Nitratos, Nitritos.....	- 90 -
Tabla 21. Elaboración de solución patrón para Nitratos, Nitritos.....	- 91 -
Tabla 22. Reactivos usados para el análisis de Orto fosfatos.....	- 93 -
Tabla 23. Elaboración de solución patrón para orto fosfatos.....	- 94 -
Tabla 24 Alcance de análisis para el equipo TOC (vario).....	- 96 -

## TABLA DE FIGURAS

Figura 1. Equipos que se utilizan en el laboratorio para los análisis.....	- 23 -
Figura 2. Imagen del Cabezal del Equipo.....	- 27 -
Figura 3. Imagen del Flow Solution® FS 3100.....	- 28 -
Figura 4. Cuadro de proceso de determinación de TOC.....	- 29 -
Figura 5. Modelo de operación del vario TOC.....	- 31 -
Figura 6. El carbono orgánico total es una medida del contenido de carbono de las sustancias orgánicas disueltas y no disueltas en el agua.....	- 32 -
Figura 7. Conos del equipo ICP-MS NEXION 350 incluido el tercer cono skimmer hiper único.....	- 36 -
Figura 8. Tipos de interferencia y posibles formas de eliminarlas.....	- 37 -
Figura 9. Equipo de muestreo utilizado para AGUA DE PRECIPITACIÓN (AGUA DE LLUVIA).....	- 62 -
Figura 10. Etiqueta para identificación de muestras de aguas, antes de ser ...	- 69 -
Figura 11. Etiqueta para sellar la tapa de los recipientes.....	- 69 -
Figura 12. Circuito de análisis para Amoniaco.....	- 88 -
Figura 13. Circuito de análisis para Nitratos, Nitritos.....	- 92 -
Figura 14. Circuito de análisis para Orto fosfatos.....	- 95 -





## CLAUSULA DE DERECHO DE AUTOR



### UNIVERSIDAD DE CUENCA CLAUSULA DE DERECHO DE AUTOR

Erika Johanna Lituma Ríos, autora de la tesis: “Diseño y Elaboración de un manual de toma, manejo y recepción de muestras de agua en el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, perteneciente a la Universidad de Cuenca”, reconozco y acepto el derecho de la Universidad de Cuenca, en base al Art.5 literal c) de su Reglamento de Propiedad Intelectual, de publicar este trabajo por cualquier medio conocido o por conocer, al ser este requisito para la obtención de mi título de (Ingeniera Química). El uso que la Universidad de Cuenca hiciera de este trabajo, no implicará afección alguna de mis derechos morales o patrimoniales como autora.

Cuenca, 23 de febrero del 2016

Erika Johanna Lituma Rios

C.I. 0104228135



## CLAUSULA DE PROPIEDAD INTELECTUAL



### UNIVERSIDAD DE CUENCA CLAUSULA DE PROPIEDAD INTELECTUAL

Erika Johanna Lituma Ríos, autora de la tesis: “Diseño y Elaboración de un manual de toma, manejo y recepción de muestras de agua en el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, perteneciente a la Universidad de Cuenca”, certifico que todas las ideas, opiniones y contenidos expuestos en la presente investigación son de exclusiva responsabilidad de su autora.

Cuenca, 23 de febrero del 2016



---

Erika Johanna Lituma Ríos

C.I. 0104228135



## AGRADECIMIENTOS

Agradezco sobre todo a Dios mi Señor por darme una vida nueva y una segunda oportunidad para ser mejor en el camino del diario vivir, sin Él nada es posible, me dio la sabiduría y la salud para poder cumplir con uno de los muchos planes que tiene El para mi vida.

A mi familia por siempre estar conmigo, en las buenas y en las malas, siendo mi soporte para que no decaiga jamás en especial a mi madre Carmen Ríos por enseñarme a vivir con dignidad, por jamás dejarme sola aun en la lejanía, y más que nada por enseñarme el camino de Dios.

A mi esposo Alexander García y mi hija Noelia García, por impulsarme cada día a culminar exitosamente mi carrera con su amor, sacrificio, su compañía y confianza en mí.

Y un agradecimiento muy grande y merecido a la Ingeniera Enmita Lucia Mora Abril, por la ayuda y apoyo incondicional que me brindó en todo momento, con los mejores conocimientos para la culminación del presente trabajo.

Un agradecimiento muy especial también al Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, por su aceptación para que este proyecto se lleve a cabo y por toda la información brindada de manera muy gentil, así como también al Laboratorio de Calidad de Aguas perteneciente el Departamento, por permitir en todo momento mi ingreso para la adquisición de los múltiples conocimientos de sus equipos y procedimientos del manejo de muestras.



## DEDICATORIA

A mi hija Noelia Samuel García Lituma, por llegar a mi vida para hacerla más hermosa cada día, y hacerme conocer lo que es el verdadero amor.



# CAPITULO I



## 1. INTRODUCCIÓN

### 1.1. OBJETIVOS DE LA TESIS

#### 1.1.1. Objetivo General

Estandarizar los procesos del laboratorio en cuanto a toma de muestras, manejo y recepción de las mismas para su posterior análisis y obtención de resultados.

#### 1.1.2. Objetivos Específicos

- Analizar los parámetros que afectarían en la toma de muestras y mejorarlas.
- Analizar los parámetros que afectarían en el manejo de muestras desde su toma hacia el laboratorio y mejorarlas.
- Analizar los parámetros que afectarían en la recepción de muestras dentro del laboratorio y mejorarlas.
- Optimizar y estandarizar todos los procesos de toma, manejo y recepción de la muestra con la elaboración del manual al final del proyecto, obteniendo así óptimos procesos para la continuidad con el análisis de muestras, y finalizar con resultados óptimos.

### 1.2. MARCO TEÓRICO

El agua sin duda alguna es el 71% de la superficie de la corteza terrestre, donde el 2.5% es dulce y el 97.5% es salada. Siendo así que el 2.5% de agua dulce el 1.75% está en los casquetes polares, el 0.75% en aguas subterráneas y el 0.5% está distribuida en lagos, ríos, lagunas, arroyos, etc, de toda esta cantidad, sólo el 0.016% tiene uso doméstico. (Rios 2013).

Las aguas y particularmente las superficiales son susceptibles a cambios en diferente grado como resultado de las reacciones físicas, químicas o biológicas, las



cuales se llevan a cabo desde el momento en el que el agua es retirada de su fuente ósea desde el momento del muestreo hasta el análisis de la misma. La naturaleza y el rango de estas reacciones son tales que, si no se toman precauciones en la toma, manejo y recepción de las muestras, así también como durante el tiempo en el cual las muestras son conservadas en el laboratorio antes del análisis, las concentraciones determinadas en el laboratorio serán diferentes a las existentes en el momento del muestreo con lo que el resultado obtenido no definirá las características necesarias de la fuente de agua. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2169).

El procedimiento de toma de las muestras se realiza en base a la fuente de la que se hará el muestreo, y en el caso puntual de lagunas se debe realizar en todos los puntos y profundidades disponibles de ingreso y salida. En grandes masas de agua, normalmente es necesario muestrear desde un bote. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 2000-2226).

Dentro del manejo y la conservación de la muestra se citan puntos estratégicos como:

- El uso de recipientes apropiados
- La preparación previa de los recipientes
- Llenado del recipiente
- Refrigeración y congelación de las muestras
- Filtración y centrifugación de muestras
- Adición de preservantes
- Identificación de las muestras



- Transporte de las muestras
- Recepción de las muestras en el laboratorio (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2169)

### **1.3. INFORMACIÓN GENERAL DEL LABORATORIO**

#### **1.3.1. Nombre del laboratorio**

LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA DEL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS Y CIENCIAS AMBIENTALES, PERTENECIENTE A LA UNIVERSIDAD DE CUENCA.

#### **1.3.2. Ubicación**

Víctor Albornoz y Av. de los Cerezos, Quinta Balzay

#### **1.3.3. Fecha de construcción**

De julio del 2014 a Enero del 2015

#### **1.3.4. Plano del laboratorio**

El laboratorio fue diseñado por la Ingeniera Enmita Lucia Mora Abril, con una excelente distribución de los equipos para su uso óptimo, con la seguridad total de los mismos y del personal de trabajo. Se puede observar con detalle el plano y fotografías del laboratorio en el Anexo 1

#### **1.3.5. Objetivo del laboratorio**

El laboratorio tiene como por objetivos los siguientes:





## OBJETIVO GENERAL

El objetivo general del laboratorio es dar soporte en análisis de la calidad de agua al Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales. Proveyendo los datos físicos químicos necesarios para las investigaciones que en el departamento se realizan y dando soporte también en la interpretación de los mismos.

## OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar investigación y desarrollo.
- Analizar las muestras obtenidas en los proyectos de investigación del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales y proporcionar datos necesarios para las mismas.
- Análisis en las investigaciones de doctorado y masterado.
- Realizar análisis para el público en general con una visión a futuro de autofinanciamiento del mismo.

### 1.3.6. Situación Actual del Laboratorio

El laboratorio en la actualidad está diseñado para la elaboración de análisis físico químicos del agua en parámetros específicos debido a los equipos con los que cuenta de la siguiente manera:

**Tabla 1. Parámetros de Análisis para el equipo Flow Analyzer**

EQUIPO	PARÁMETRO DE MEDICIÓN	METODOLOGÍA DE ANÁLISIS DEL EQUIPO
FLOW ANALIZER	Nitratos	Método colorimétrico
	Nitritos	
	Amoniaco	
	Ortofosfato	

Elaborado por: Jhoanna Lituma

**TABLA 2. PARÁMETROS DE ANÁLISIS PARA EL EQUIPO TOC (VARIO)**

EQUIPO	PARÁMETRO DE MEDICIÓN	METODOLOGÍA DE ANÁLISIS DEL EQUIPO
TOC (vario)	Carbono orgánico total (TOC)	Método de combustión de alta temperatura
	Carbono inorgánico (TIC)	
	Carbono Total (TC)	
	Carbono Orgánico No purgable (NPOC)	
	Carbono Orgánico Purgable (POC)	
	Nitrógeno Total (TNb)	

Elaborado por: Jhoanna Lituma

**TABLA 3. PARÁMETROS DE ANÁLISIS PARA EL EQUIPO ICP-MS**

EQUIPO	PARÁMETRO DE MEDICIÓN	METODOLOGÍA DE ANÁLISIS DEL EQUIPO
ICP-MS	Metales	Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente

Elaborado por: Jhoanna Lituma

A más de los equipos mencionados en las tablas cuenta con:

- Material de vidrio de laboratorio: probetas, pipetas, vasos de precipitación, buretas, balones de aforo, varillas, desecador.
- Soporte universal
- Pipetas analíticas
- Balanza semi-analítica
- Molino
- Digestor de Muestras Solidas
- Destilador de ácidos
- Campana de gases
- Destilador de Agua Tipo I y Tipo II
- Congelador
- Refrigerador



- Peachímetro y Conductímetro

Cada uno de los equipos mencionados cuenta con un manual de operación incluyendo capacitaciones al laboratorista por parte de técnicos extranjeros en el manejo de los mismos, sin embargo no existe una manual de cómo se debe llevar a cabo la toma el manejo y la recepción de las muestras de manera óptima, siendo así el objetivo principal del proyecto en curso.

#### **1.4. IMPORTANCIA DE LOS ANÁLISIS FÍSICOS Y QUÍMICOS REALIZADOS EN EL AGUA**

En nuestro planeta el agua es esencial para la vida de todos los seres vivos que la habitan, así como distintas actividades dentro de los ecosistemas, más aún para el uso doméstico e industrial dentro de nuestro medio. Es por ello que la contaminación del medio ambiente, ocasiona condiciones muy desfavorables para la calidad de la vida de todos los seres que habitan en el planeta, ejemplos de ello es la contaminación del agua potable, es decir agua de consumo humano, contaminación de aguas superficiales esenciales para la vida animal y vegetativa (Catalan Lafuente 1990). La composición química natural de las aguas también puede verse afectada por varias actividades humanas agrícola, ganadera e industrial, principalmente. Una consecuencia grave de estos cambios es la incorporación de sustancias de diferente naturaleza a través de aguas residuales, terrenos tratados con productos agroquímicos o contaminados que alteran no sólo la composición química natural del agua sino también la composición química natural del suelo (Vera 1996).



Estas incorporaciones ocasionan la degradación de la calidad del agua provocando diversos efectos negativos como: modificación de los ecosistemas, destrucción de los recursos hídricos, destrucción de vida animal, daños en la salud de los seres humanos, etc (Catalan Lafuente 1990).

La importancia de los análisis físicos y químicos en el agua, es el control, para observar la calidad del agua que se tiene en ese momento exacto del muestreo en el lugar de donde se desee determinar dicha calidad, así se podrá determinar el grado de contaminación, su procedencia, y las acciones que se pueden llevar a cabo para una mejora de calidad del agua, ya que las aguas contaminadas pueden presentar compuestos muy diversos como: metales pesados, nutrientes vegetales, contaminantes químicos (elementos o compuestos químicos tanto orgánicos como inorgánicos que en cantidades suficientes son capaces de entrar en contacto con un organismo vivo y ocasionar daños al mismo), contaminantes inorgánicos (cloruros, sulfatos, nitratos y carbonatos, y también óxidos de azufre y de nitrógeno, amoníaco, cloro y sulfuro de hidrógeno), y los contaminantes orgánicos (industrias procesadoras de alimentos, desechos humanos y animales, productos químicos industriales de origen natural como aceites, grasas, breas y tintura) (Luciana Colusi 2015). Los contaminantes orgánicos consumen el oxígeno disuelto en el agua y afectan a la vida acuática.

Ahora bien la selección de parámetro de control en las aguas que se requieren analizar se determina en base a la procedencia de las mismas, el tratamiento que requieren y el objetivo principal para su análisis.

Algunos de estos parámetros en específico para aguas dulces superficiales que son las que nos interesa en este manual, son: pH, conductividad, carbono total, carbono orgánico total, carbono inorgánico, carbono orgánico purgable, carbono



orgánico no purgable, nitrógeno total, metales, nitritos, nitratos, orto fosfatos y amoniaco.

## 1.5. TIPOS DE ANÁLISIS

**1.5.1. Análisis Físicos:** Análisis en los que no se altera la composición de la muestra, por lo que se mantiene su identidad, estos son: densidad, conductividad, turbidez, color, sabor, pH, temperatura, olor.

**1.5.2. Análisis Químicos:** son aquellos que alteran la estructura interna de la sustancia en la que dichos cambios son irreversibles.

**1.5.3. Análisis Instrumentales:** se basan en la medición de alguna propiedad físico-química. Su uso ha aumentado en el desarrollo de la electrónica, por la facilidad de detectar cambios en las propiedades físico-químicas y pasarlas a un lenguaje que se entienda por el analista.

Un instrumento analítico es el soporte en el cual se desarrolla esa transformación (Rios 2013).

## 1.6. IMPORTANCIA DE UN MANUAL DENTRO DE UN LABORATORIO

La importancia de un manual dentro de un laboratorio se debe principalmente a determinar las actividades que se deben realizar dentro del mismo y así conseguir la consecución de los objetivos para los cuales fue creado, y al mismo tiempo poder detectar que se necesita implementar, modificar o desechar dentro del laboratorio (DIANA ASTUDILLO VANEGAS 2011).

Con el presente manual realizado para el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, se desea lograr un ambiente de trabajo seguro tanto como para los laboratoristas y los investigadores, una conservación y seguridad absoluta para la toma, manejo y recepción de la muestra, el manejo de los equipos con los que se trabaja y la obtención de resultados seguros de los análisis que se realizaran a las muestras de agua. Otro de los objetivos del manual que destacan su importancia para el Laboratorio de Calidad de Agua es minimizar la contaminación de la muestra que puede ocasionar

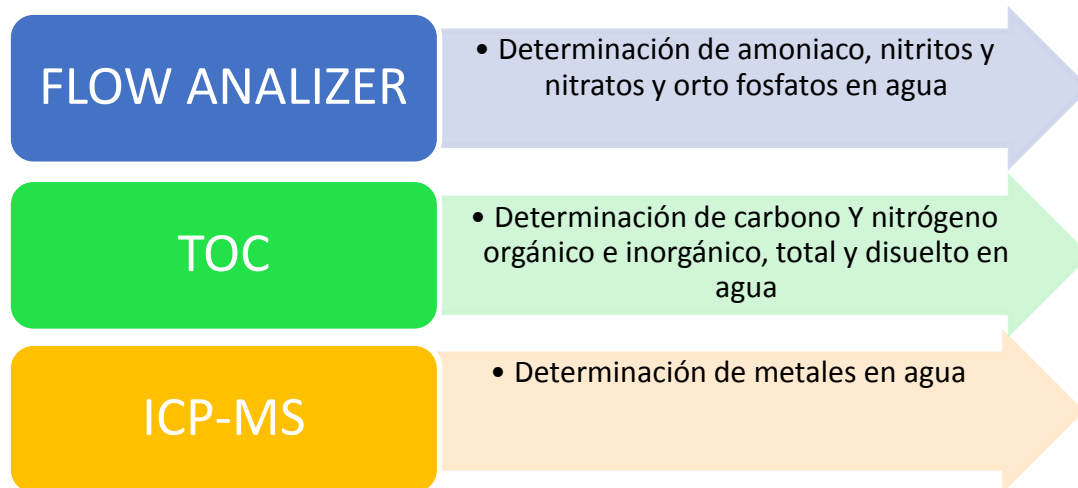


errores que no permitan un correcto análisis; estandarizando los procesos con una guía desde la toma, manejo y recepción de la misma hasta la obtención de los resultados requeridos por el analista y los investigadores con el correcto y adecuado uso de los equipos dentro del laboratorio.

## **1.7 DESCRIPCIÓN EN FORMA REDUCIDA DEL FUNCIONAMIENTO DE LOS EQUIPOS DE ANÁLISIS DEL LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA DEL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS Y CIENCIAS AMBIENTALES PERTENECIENTE A LA UNIVERSIDAD DE CUENCA**

Las actividades que se realizan en el momento de aplicar los métodos de ensayo para el análisis de una muestra de agua son algunos de los aspectos más importantes en la caracterización de la calidad del agua, debido a que la confiabilidad que se tendrá para los resultados finales a más del proceso de la toma, manejo y recepción de la muestra se los atribuye a un correcto y adecuado manejo de los métodos de ensayo para la determinación de los diferentes parámetros que se analizarán (OMS 2010). Este principio implica un orden estricto de proceder por parte del laboratorista, destrezas en el momento de usar técnicas apropiadas, correcto manejo de los equipos y conocimiento total de la manera de su uso, manejo adecuado de la muestra de forma tal que no ocurran cambios significativos en su composición antes de ser analizadas y en conjunto un adecuado control de las operaciones realizadas en el momento del análisis de una muestra.

En la Figura 1, se detalla los equipos que se utilizan dentro del laboratorio



**FIGURA 1. EQUIPOS QUE SE UTILIZAN EN EL LABORATORIO PARA LOS ANÁLISIS**

Elaborado por: Jhoanna Lituma

### 1.7.1. Términos y Definiciones

Para una mejor comprensión del capítulo en curso se adoptaron las siguientes definiciones específicas del proceso de análisis:

#### **Analito**

Es una especie química que puede ser analizada y cuantificada, con lo que se quiere decir que se puede determinar su cantidad y concentración en un proceso de medición química (Méndez 2011).

#### **Técnica**

La manera de proceder para el análisis de una muestra de agua y así poder obtener la información sobre el analito de una manera rápida, segura y eficaz. (MANUAL PARA ANÁLISIS BÁSICOS DE CALIDAD DEL AGUA DE BEBIDA)

#### **Método**

Conjunto de operaciones y técnicas aplicadas al análisis de una muestra.



## Análisis

Es el estudio de una muestra para determinar su composición o su naturaleza química. Dependiendo de la información que se desee obtener de la muestra analizada podemos citar a la QUIMICA ANALITICA CUALITATIVA que identifica la presencia o ausencia de un analito y a la QUIMICA ANALITICA CUANTITATIVA que desarrolla métodos para determinar la concentración del analito en la muestra identificada (Consumoteca 2009).

## Métodos colorimétricos

El color es la impresión ocular producida por los materiales en solución en el agua. Las causas del color en el agua se deben a la presencia de iones metálicos como Hierro (Fe) y Manganeso (Mn), restos de animales y vegetales que están en estado de descomposición debido a la presencia de humus y desechos industriales (CARLOS ALBERTO SEVERICHE 2013).

Por lo general las aguas naturales presentan colores amarillentos y verdosos, mientras que las aguas contaminadas colores rojizos (CARLOS ALBERTO SEVERICHE 2013).

Para este estudio tenemos a la colorimetría que es la que estudia la medida de los colores orientada a lo físico y mediante métodos se cuantifican los mismos, lo que quiere decir que se obtiene un valor numérico del color.

Cabe destacar también la Ley de Beer:

Esta ley expresa la relación entre absorbancia de luz monocromática (de longitud de onda fija) y concentración de un cromóforo en solución:

$$A = \log I/I_0 = \epsilon \cdot c \cdot l$$

La absorbancia de una solución es directamente proporcional a su concentración (a mayor número de moléculas mayor interacción de la luz con ellas); también depende de la distancia que recorre la luz por la solución (a igual concentración, cuanto mayor distancia recorre la luz por la muestra más moléculas se encontrará); y por último, depende de  $\epsilon$ , una constante de proporcionalidad (denominada coeficiente de extinción) que es específica de cada cromóforo. (Nieves Abril Díaz n.d.)





## Conceptos básicos para entender un ICP-MS

- **Absorción atómica** es una técnica mono elemental usa lámparas de absorción atómica, una por cada elemento, solo puede medir elementos mayoritarios. Por ejemplo: Amarillo es llama de óxido nitroso, Verde es llama de acetileno
- **Elemento Mayoritario** se determina en % peso/peso
- **Elemento Minoritario** se determina en ppm (partes por millón, 0.01%, medido en mg/l)
- **Trazas** se determina en ppb (partes por billón ug/l)
- **Ultra trazas** se determina en ppt (partes por trillón ng/l)
- **ICP OES**, los átomos deben estar en estado basal (con carga 0), a 8 000 a 10 000 grados Kelvin de temperatura se produce luz es una técnica multi elemental mide hasta ppb. Se pueden determinar 76 elementos simultáneos y el límite de detección está en ppb.
- **Plasma ICP**. Es un plasma neutro, mide desde ppm, hasta ppq (partes por cuatrillón).
- **Técnicas Espectroscópicas**: Usan un espectro de luz, la luz se produce por excitación de los átomos
- **Técnicas Espectrométricas**: Miden espectros de masa
- **El plasma** es un gas ionizado que se forma por calentamiento debido a la fricción entre átomos.
- **En ICP-MS** no usamos la medición de un espectro de luz, la espectrometría es la medición del espectro de masa.
- El Plasma ioniza a los átomos y genera un ion. Según el **potencial de ionización** de cada elemento en particular. Con la técnica de ICP-MS podemos medir sólo los isotopos estables de los elementos.
- Se puede usar un **trazador químico o físico** de los isotopos. En la técnica de ICP-MS los trazadores son metales estables, como Platino.



## 1.7.2 EQUIPO FLOW ANALIZER

### Principio de funcionamiento

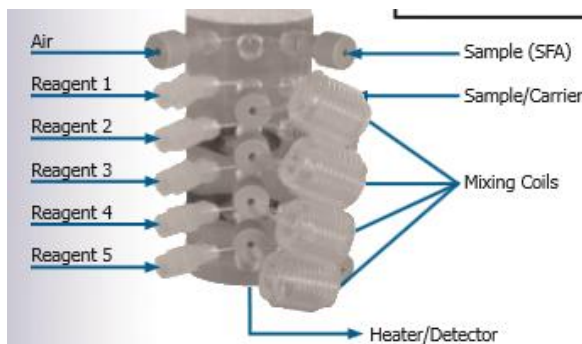
El Flow Analyzer se basa en un método colorimétrico, con un procedimiento distinto para cada uno de los tipos de análisis que se realizan, determinando la concentración de un compuesto, de manera que se mide la absorbancia que produce la muestra a un determinado color. Los métodos colorimétricos tienen como base usar un reactivo que sea específico para el parámetro que se desea analizar y se le añade a una pequeña muestra de agua. Ésta enseguida toma una coloración, que es proporcional a la concentración del parámetro que se desea determinar, es así que después se evalúa la intensidad del color para establecer la concentración.

El proceso que se usa es básicamente una suma de las respuestas de estímulos de colores, y la normalización de estos a la curva espectral de respuesta del fotorreceptor sensible al color. (Universidad Autónoma de Madrid n.d.).

Se utiliza un colorímetro, el cual está formado por discos de cristal de colores previamente calibrados, mediante soluciones patrón (APHA 1995).

El Flow Analyzer puede realizar: análisis de flujo de inyección (FIA) y análisis de flujo segmentado (SFA). En los métodos de FIA, un volumen de muestra altamente reproducible se inyecta en una corriente portadora, seguido por una mezcla de reactivos con la corriente en condiciones de flujo laminar para un tiempo de residencia preciso dentro de un cartucho de análisis. El método FIA produce picos agudos, transitorios, y casi-Gaussianos. El área del pico se utiliza para las mediciones.

En los métodos de SFA, un volumen de muestra se aspira en una corriente portadora y segmentada con aire o un gas inerte (como nitrógeno), seguido por una mezcla de reactivos con la corriente en condiciones de flujo turbulento. El gas de dispersión permite un mayor tiempo de residencia en el cartucho de análisis para alcanzar el equilibrio antes de la detección. El método SFA produce picos de cima plana, que representa la finalización de la reacción o estado estacionario. La altura del pico se utiliza para las mediciones.

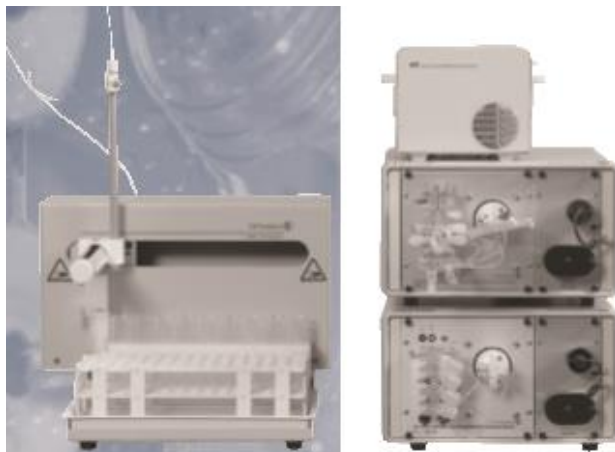


**FIGURA 2. IMAGEN DEL CABEZAL DEL EQUIPO**

Fuente: Flow Solution FS 3100, Cabezal

### Características principales del Equipo

- Realiza métodos aprobados para la supervisión reglamentaria de ambiente y aguas potables: NPDES, NPDWR, 40 CFR Parte 136, Standard Methods (APHA-AWWA-WPCF), DIN, ISO
- Realiza tanto el análisis de flujo de inyección (FIA) como el análisis de flujo segmentado (SFA), por el momento en el laboratorio solo se trabaja con el análisis de flujo segmentado, debido a su alcance de equilibrio antes de la detección.
- El Cabezal permite que se ejecute varios métodos con la misma configuración del sistema, para los análisis de nitratos, nitritos, amoníaco y orto fosfatos, variando solo las conexiones para del ingreso de la muestra para cada método.
- El Detector Ampliado Range <sup>TM</sup> soporta mediciones de analitos sobre un gran rango dinámico (3-4 órdenes de magnitud) (Analytical n.d.).



**FIGURA 3. IMAGEN DEL FLOW SOLUTION® FS 3100**

Fuente: Flow Solution FS 3100, Automated Chemistry Analyzer

### Descripción y Función

El Flow Analyzer, analizador automatizado químico es un sistema modular para la realización de los métodos de análisis de flujo continuo en muestras de agua, y suelo, o extractos de plantas utilizando las técnicas de la FIA o SFA. Consta de un muestreador automático XYZ (90 o 360 posiciones), una bomba de precisión multi-canal, una válvula de inyección de muestras accionada eléctricamente, un cabezal y un fotométrico. Soporta dos canales para los métodos de la FIA y tres canales para los métodos de SFA, minimizando el tiempo implicado en el cambio de los químicos para diferentes analitos (Analytical n.d.).

#### 1.7.3 EQUIPO TOC (vario)

El método de combustión de alta temperatura con el que se maneja el equipo TOC (vario) para medir contaminantes orgánicos tiene las siguientes ventajas.

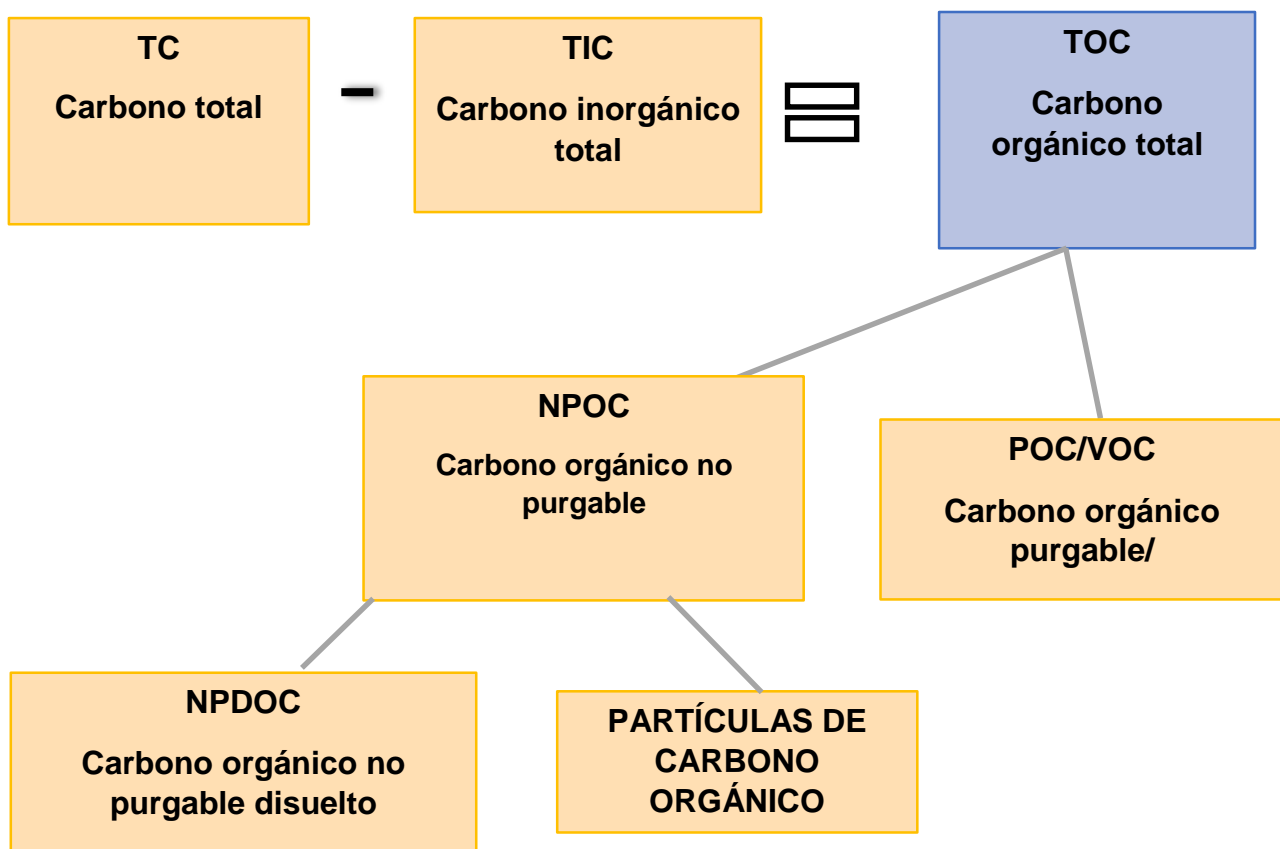
- Tiempo de Análisis de 3-4 minutos.
- Una operación segura y limpia para el medio ambiente y sin ácidos concentrados, agentes oxidantes u otros productos químicos agresivos o residuos peligrosos.
- Recuperación del 100% de C independiente del tipo de muestra y también matrices que contienen partículas o soluciones salinas.
- Análisis simultáneo de nitrógeno total (TNb) además del TOC

## Principio de Funcionamiento

El principio de medición se basa en la digestión de alta temperatura de la muestra en una corriente de aire/O<sub>2</sub> a 850°C. El Carbono Orgánico Total (TOC) se convierte en CO<sub>2</sub> que se determina cuantitativamente por medio de un detector NDIR (sensor de infrarrojo no disperso).

## Rendimiento analítico

Todos los parámetros tales como TOC, NPOC (carbono orgánico no purgable), TC, TIC, DOC (carbono orgánico disuelto), POC (carbono orgánico purgable), y TNb se pueden medir con este equipo. Las detecciones que realiza el TOC (vario) van por debajo de ppb para el agua ultrapura y 60.000 ppm de agua de residuos industriales, representando un rango de medición muy alto. *Un análisis de TC toma tan solo 3 min.*



**FIGURA 4. CUADRO DE PROCESO DE DETERMINACIÓN DE TOC**

Fuente: The TOC Company, TOC- Carbono Orgánico Total  
Elaborado por: Jhoanna Lituma



## Características TOC (vario)

TABLA 4. ESPECIFICACIONES DE VARIO CUBE TOC

<b>Método de análisis:</b>	Combustión a alta temperatura catalítica a 850 ° - 950 ° C (máx. 1200 ° C). La oxidación de C a CO <sub>2</sub> que se determina cuantitativamente con un NDIR.	
<b>Parámetros de medición:</b>	TC, TOC, DOC, NPOC, TIC, POC, TNb opcional	
<b>Normas y estándares:</b>	ISO 8245, la EPA 415.1, según norma europea. la norma EN 1484, ENV 12260, la Farmacopea Europea 6.0, vol.1 (20244) 2008, p. 71, U.S.PharmacopoeiaNF, USP 30 (643) 2007; DIN 38409	
<b>Estándares de seguridad:</b>	CE, IEC 1010, EMV	
<b>Rango de medición:</b>	C	0-60.000 mg/l o ppm en líquidos
	N	0-200 mg/l (CLD)
		0 - > 50,000 mg/l (NDIR)
<b>Los límites de detección * (SD):</b>	C 6 µg / l (ppb)	(3µ g / l (ppb) para la versión traza)
	N 0,02 mg/l (ppm)	(NDIR)
<b>Precisión * (RSD):</b>	<1% a> 5 mg/l C	
<b>Análisis de tiempo *:</b>	3-4 min por parámetro	
<b>Cantidad de muestra *:</b>	Líquido: 40 ml por cada vial de análisis	
<b>Rangos de medida:</b>	C: 0 - 500 mg absolutos o 0 - 100 % N: 0 - 500 mg absolutos o 0 -100 %	
<b>Calibración:</b>	Calibración automática en puntos múltiples	
<b>La alimentación de la muestra:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Manual de muestras líquidas</li> <li>Muestreador automático para muestras líquidas con posiciones de 32 (40 ml), 50 (12 ml) u 80 (6 ml). Todas las posiciones se pueden mover.</li> </ul>	
<b>Control de instrumentos:</b>	<p>Operación y control a través de PC con Windows;</p> <p>Todas las funciones del instrumento son digitalmente controlables, el software de operación integral incluye por ejemplo, prueba automática de fugas, amplio diagnóstico de errores, etc</p> <p>La integración en las redes de datos como LIMS y la posibilidad de control remoto y diagnóstico a través del internet.</p>	
<b>Gas:</b>	Aire sintético (hidrocarburos y libre de CO <sub>2</sub> ) u oxígeno (4,5), 200 ml/min	
<b>Conexiones eléctricas:</b>	100/110/200/230 VAC, 50/60 Hz, 1,8 kW	
<b>Dimensiones*:</b>	48 x 55 x 57 cm (w x d x h)	
<b>Peso:</b>	60 g	

Fuente: TOC (vario)  
Elaborado por: Jhoanna Lituma

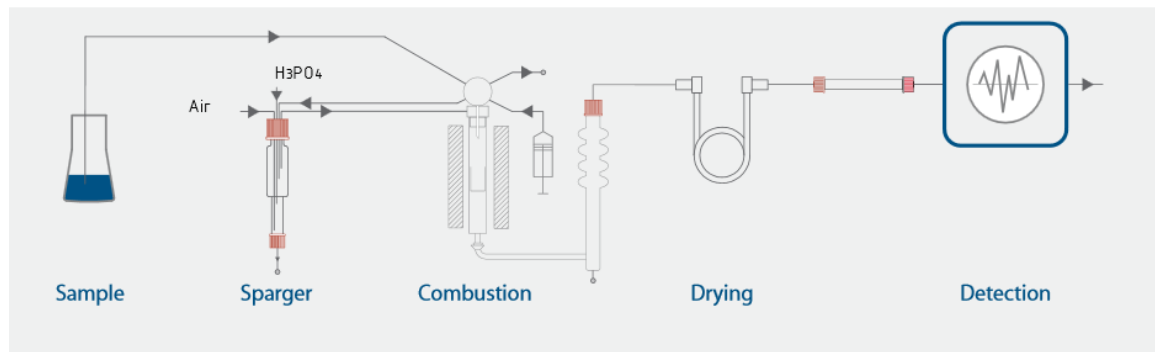
## Descripción y Función

La muestra de líquido se aspira a través de una jeringa de dosificación y es directamente inyectada en el tubo de combustión, donde la oxidación catalítica se lleva a cabo.

Un PC conectado calcula el contenido de carbono a partir del volumen y/o peso de la muestra y la señal del detector basado en una curva de calibración. El carbono inorgánico (carbonato), se puede determinar automáticamente como TIC después de la acidificación y la purga en el rociador, el TOC se calcula a partir de TC-TIC. Se tiene como aire sintetizador al oxígeno.

También se puede determinar directamente los compuestos de carbono purgable o volátil (VOC o POC). Por lo tanto, todos los parámetros de análisis del TOC (vario) son accesibles, y sin grandes modificaciones. El equipo usa un pequeño flujo del gas. Esto resulta en tiempos de análisis más cortos, límite de detección inferior, así como la capacidad para la medición de las partículas y muestras de sal que contiene.

La ecuación  $TOC = TC - TIC$  da el contenido de carbono orgánico total.

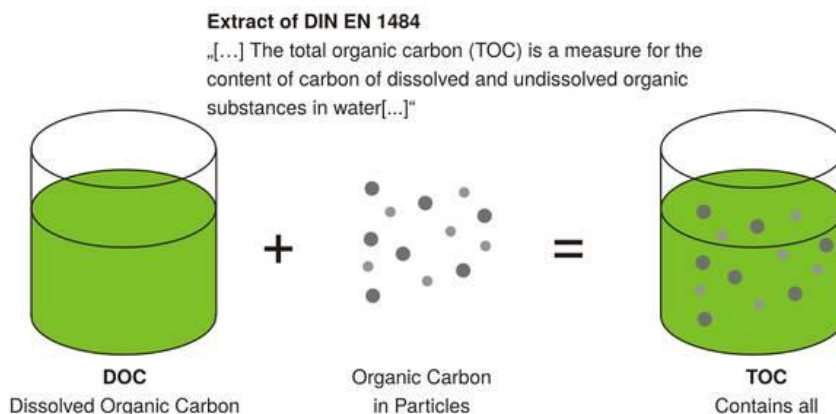


**FIGURA 5. MODELO DE OPERACIÓN DEL VARIO TOC**

Fuente: VARIO CUBE TOC, The Basic Concepts  
Elaborado por: Jhoanna Lituma

No hay limitaciones en la naturaleza de la muestra ya que con temperaturas de oxidación de hasta 1.200 ° C proporciona una recuperación completa de C incluso para compuestos muy estables.

En general, el TOC se determina oxidando la muestra de agua, y el CO<sub>2</sub> producido es detectado y cuantificado.



**FIGURA 6. EL CARBONO ORGÁNICO TOTAL ES UNA MEDIDA DEL CONTENIDO DE CARBONO DE LAS SUSTANCIAS ORGÁNICAS DISUELTAS Y NO DISUELTAS EN EL AGUA**

Fuente: The TOC Company, TOC- Carbono Orgánico Total

#### 1.7.4. EQUIPO ICP-MS NEXION 350

En un ICP-MS Nexion 350 se puede analizar cualquier tipo de muestra de agua, proviniendo de cualquier tipo de fuente con resultados rápidos y confiables, manejando tres modos de operación estándar, colisión y reacción.

##### Principio de Funcionamiento

El principio de medición se basa en la Espectrometría de Masas con Plasma acoplado Inductivamente, capaz de determinar y cuantificar todos los metales de la tabla periódica en un rango de ppb, ppt y hasta ppq.

##### Características Principales

Con sus tres modos de funcionamiento, el ICP-MS Nexion 350 permite minimizar los tiempos de análisis sin comprometer el nivel deseado de eliminación de interferencias o de los límites de detección. El instrumento de celda tecnológica universal también mejora su productividad mediante la entrega de la experiencia del operador con las siguientes facilidades que ofrece el equipo:



- No hay restricciones con los gases que se puede usar a excepción del nitrógeno.
- No existe problema de cambio de un modo a otro (la ventilación activa permite que el sistema pueda cambiar entre los modos de helio y no helio en <10 segundos).

TABLA 5. LA TECNOLOGÍA DE LA CELDA UNIVERSAL

	<b>MODO ESTÁNDAR</b>	<b>MODO DE COLISIÓN</b>	<b>MODO DE REACCIÓN</b>
<b>Técnica de extracción de interferencia</b>	ecuaciones de corrección	discriminación de energía cinética	reacción dinámica celda/exploración cuadrupolo
<b>Aplicaciones ideales</b>	aplicaciones de rutina de alto rendimiento con pocas interferencias	eliminación de cualquier interferencia desconocida	

Fuente: Nexion 300 ICP-MS Instruments Animation  
Elaborador por: Johanna Lituma

### Descripción y Función

La muestra siempre tiene que ser líquida por lo que si se desea analizar suelo, alimentos, o cualquier tipo de muestra sólida se requiere de una digestión previa para la determinación de los metales.

La muestra que ingresa se deshidrata, se atomiza, los átomos presentes se excitan y por último se ionizan, logrando esto gracias a las altas temperaturas de 6000 a 8000 K que alcanza el plasma, utilizando gas Argón para el mismo.

La muestra sigue un trayecto dirigida hacia el sistema de triple cono interfaz eliminando gran parte de interferencias para el análisis debido a la presencia de un tercer cono skimmer hiper único con una orientación más fuerte del haz de iones disponibles, hacia la celda del Ion Cuadrupolo en donde todo lo que no está ionizado es eliminado totalmente.



Luego la muestra ingresa a la celda universal donde tiene tres modos de operación el estándar, colisión y reacción, en los cuales se va a eliminar todas las interferencias que se formen como aductos, para el análisis de la muestra.

En la tabla 20 a continuación se describen los modos de operación mencionados dentro de la celda universal.

**TABLA 6. MODO DE OPERACIÓN DE LA CELDA UNIVERSAL**

	<b>MODO ESTÁNDAR</b>	<b>MODO DE COLISIÓN CON LA DISCRIMINACIÓN DE ENERGÍA CINÉTICA (KED)</b>	<b>MODO DE REACCIÓN CON UNA DIGITALIZACIÓN CUADRUPOLO</b>
<b>INTERFERENCIA</b>	BAJA	INFERIOR	MAS BAJA
<b>LIMITES DE DETECCIÓN</b>	BUENO	MEJOR	MEJOR
<b>COMO FUNCIONA</b>	El gas de la celda está apagado y el sistema funciona como un instrumento no celular, proporcionando un nivel de sensibilidad igual a la colisión o el modo de reacción para los elementos que no requieren corrección de la interferencia	Un gas no reactivo se introduce en la celda a chocar con iones que interfieren con diámetros más grandes, lo que reduce su energía cinética para que puedan ser retirados a través de discriminación de energía cinética	Un gas altamente reactivo (o gases) se introduce en la celda para crear reacciones químicas predecibles. Cualquier reacción secundaria resultante y nuevas interferencias se eliminan al instante por un cuadrupolo de barrido de modo que sólo se pasa el elemento de interés hacia el cuadrupolo de análisis y el detector.
<b>VENTAJAS</b>	Un diseño de la celda única, con ventilación activa elimina rápida y completamente los gases residuales, permitiendo que el ICP-MS se ejecute en el verdadero modo Estándar (con la celda apagada) para la sensibilidad óptima.	Con su capacidad de Rango Dinámico Extendido (EDR), el ICP-MS permite atenuar selectivamente la señal de masas específicas para que pueda medir elementos con ambas concentraciones bajas y altas en la misma muestra en el mismo plazo.	Con su dinámica única patentada de paso de banda de sintonización (DBT) elimina todas las masas dentro de un rango de 20 amu (tanto en la gama baja (rpm) y de gama alta (RPA)), así mismo también la posibilidad de reacciones y la formación de nuevos productos. Los iones fuera de los límites de su región de estabilidad definido son inestables en el cuadrupolo y son expulsados de la célula, lo que permite el uso de gases reactivos como el amoníaco, el oxígeno y el metano para la eliminación de la interferencia superior, más específico.
<b>USOS IDEALES</b>	Aplicaciones habituales que requieren un alto rendimiento que tienen pocas interferencias, lo que es popular en el laboratorio geoquímico	Las aplicaciones que pueden ser susceptibles a interferencias, o análisis en el que simplemente se desea eliminar interferencias desconocidas. El modo de colisión se utiliza comúnmente para el análisis semi-cuantitativo, pruebas ambientales, así como la prueba de muestra desconocida	Aplicaciones que exigen el mejor rendimiento y un nivel sin precedentes de la eliminación de la interferencia. Ideal para industrias que van desde los semiconductores de biomonitorio y energía renovable.

Fuente: ICP-MS UNIVERSAL CELL, Modo de Operación  
Elaborador por: Jhoanna Lituma

En el Anexo 5 se puede observar una gráfica de la celda universal en su totalidad con los nombres de las partes principales de la misma del equipo ICP-MS Nexion 350.

### Componentes Principales de un ICP-MS Nexion 350

En el ICP-MS Nexion 350 se tiene los siguientes componentes:

- Sistema de introducción de muestras
- Triple cono interfaz

Además del cono sampler y el cono skimmer que se encuentran normalmente en otros sistemas, el ICP-MS Nexion 350 también cuenta con un cono skimmer hiper único para una orientación más fuerte del haz de iones disponibles.



**FIGURA 7. CONOS DEL EQUIPO ICP-MS NEXION 350 INCLUIDO EL TERCER CONO SKIMMER HIPER ÚNICO**

Fuente: ICP-MS, Triple Cono Interfaz  
Elaborado por: Jhoanna Lituma

En el Anexo 3 se observa al triple cono interfaz en el momento de su operación en el que el haz es dirigido hacia el cuadrupolo ion deflector.

- Cuadrupolo ion deflector ( En el Anexo 4 se muestra la función principal del cuadrupolo ion deflector)
- Cuadrupolo Detector (celda Universal)
- Espectrómetro.

### Posibles causas de errores en los análisis

#### Contaminación del ambiente de trabajo y de las muestras

Además de la contaminación que se podría introducir en la muestra por una incorrecta toma de la misma, la contaminación puede venir de varias fuentes

exteriores una vez que la misma se encuentra en el laboratorio, entre ellas las principales son:

- Aire del cuarto en el que se encuentra el ICP-MS Nexion 350.
- Agua ultra pura.
- Ácido nítrico usado para la conservación de la muestra, para el lavado del material y para los frascos en donde se toma la muestra.
- Gas Argón con impurezas.
- Incorrecta optimización de la celda y otros parámetros.

### Interferencias en el análisis

La ejecución en modo de reacción, el ICP-MS Nexion 350 ofrece los límites de detección en última instancia para los elementos difíciles, que incluyen:

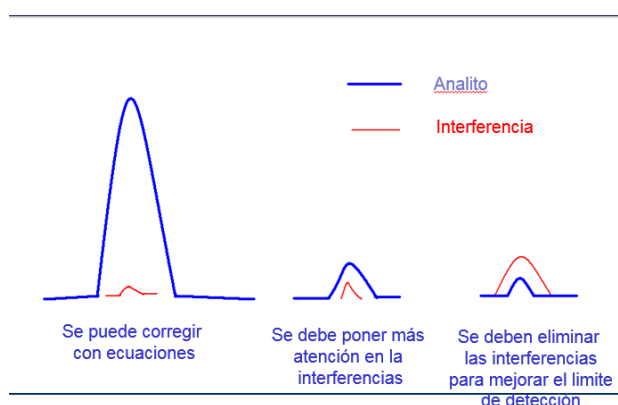
Hierro, Calcio, Arsénico, Selenio, Potasio, Magnesio, Cromo, Vanadio

Las interferencias pueden ser de varios tipos, por ejemplo:

Aductos o isotopos con número de masa atómica que corresponde a la de otro analito.

En la siguiente figura se puede observar un cuadro de las posibilidades cuando se presenta una interferencia y de la forma de eliminar la misma según el caso en el que se presente.

Nunca se quitara el 100 % de la interferencia.



**FIGURA 8. TIPOS DE INTERFERENCIA Y POSIBLES FORMAS DE ELIMINARLAS**

Fuente: PerkinElmer ICP-MS Nexion 300, Interferencias  
Elaborador por: Johanna Lituma



El **aducto** es un compuesto formado por el argón con un gas que se encuentre en el ambiente, cuando se suman sus números atómicos de masa van a coincidir con el de uno de los iones que se desea medir. Son muy difíciles de eliminar, la única forma es con un gas de colisión como el He, o con un gas de reacción como el Metano. Mediante la colisión no podemos eliminar el 100 % de estos Aductos.

En la Tabla 21 se detalla los aductos que se pueden formar y ocasionar interferencias en el momento del análisis.

**TABLA 7. ADUCTOS FORMADOS POR EL ARGÓN Y ANALITO AL CUAL INTERFIEREN**

<b>Analito</b>	<b>Aducto</b>
Fe 56	ArO
K	ArH
Se	ArAr
As	ArCl
Cr	ArC
V	CIO

Fuente: Nexion 350 ICP-MS, formación de aductos  
Elaborado por: Jhoanna Lituma

En el caso del carbono si se digiere previamente la muestra este ya no está y se evitará la formación del Aducto con el argón.

Cuando Cl y C están presentes en la matriz se puede quitar el C del agua burbujeando Nitrógeno y luego tapando inmediatamente.

### **Interferencias isobaras**

Son las cuales dos elementos que tienen la misma masa o un isótopo que coincide en masa con un analito.

En la Tabla 22 se identifica las interferencias isobaras que pueden formarse y al mismo tiempo confundirse con la masa del analito a analizar.



**TABLA 8. INTERFERENCIAS ISÓBARAS PRINCIPALES**

Masa	Elemento
32	O <sub>2</sub> , S
40	Ca, Ar
50	Cr, V, Ti
138	Ba, La, Ce

Fuente: Nexion 350 ICP-MS, interferencias isobaras  
Elaborado por: Johanna Lituma

En Modo Estándar, dan un Falso positivo, debido a que uno se sobrepone al otro.

En Modo de Discriminación de energía cinética KED:

- El equipo nunca pone el 40 para el elemento Calcio porque el Argón interfiere con él.
- Debido a que el equipo puede medir todos los isotopos de los elementos, simplemente lo cambiamos por otro.
- Por defecto el equipo siempre escoge el isotopo de mayor frecuencia en la naturaleza, excepto en el caso del calcio.

### **Iones de carga doble**

Como la medida en ICP-MS Nexio 350 se hace por la relación masa/carga, los iones de doble carga aparecerán en el espectro con la mitad de masa del ion deseado univalente, con lo que hay una pequeña pérdida de la señal y por tanto pérdida en la sensibilidad para las especies univalentes y hay la generación de un número de isotopos con la mitad de la masa de su ion de origen, ocasionando interferencias en masas semejantes

Los elementos más sensibles a esta interferencia son los alcalino térreos, algunos metales de transición y las tierras raras, por poseer bajos potenciales de ionización.

El control se realiza a través del monitoreo de la razón  $M_{2+}/M_{+}$ , que no debe exceder el 3%.



Otros parámetros importantes para eliminar esta interferencia en la lectura son:

- El flujo de gas argón
- Potencia de RF

Como vimos podemos eliminar las interferencias de dos formas:

- Modo de colisión KED
- Modo reacción DRC

### **Modo de colisión KED**

- El Helio cuando choca con los iones de los elementos interferentes les quita su energía cinética, con lo que ellos caen.

### **Modo de Reacción DRC**

- El metano tiene gran afinidad por las cargas
- El amoníaco es mejor sin embargo el laboratorio no posee por el momento el gas por lo que solo se usa metano o hidrogeno.
- Si se tiene el aducto  $ArCl$  se coloca  $O_2$ .
- Con colisión nunca se llega a ppt
- Con reacción se llega a ppt y ppq
- El Amoníaco es universal para la reacción, elimina el 100 % de las interferencias.

### **Contaminación en la preparación de muestra**

#### ***Fuentes***

- Agua (18.2 MΩ como máximo para buenos resultados)
- Ácidos, y otros reactivos deben de ser ultrapuros o con certificados internacionales.
- Contenedores y tapas no deben ser de vidrio.
- Efecto memoria (Muestras previas)
- Argón: CO, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, Xe
- Ambiente del Laboratorio
- Cualquier polvo en la atmósfera





- Personal del laboratorio

En la Tabla 9 se detalla la pureza que debe tener el ácido para poder ser utilizado en el equipo.

**TABLA 9. PUREZA DEL ÁCIDO**

Elemento	ACS Grade	Trace Metal	Ultra Pure
<b>Cr</b>	< 100 ppb	< 9.0 ppb	< 0.1 ppb
<b>Cu</b>	< 50 ppb	< 1.0 ppb	< 0.05 ppb
<b>Pb</b>	< 100 ppb	< 0.3 ppb	< 0.005 ppb
<b>Ni</b>	< 50 ppb	< 1.0 ppb	< 0.1 ppb

Fuente: Analysis of Surface Waters for Trace Elements by Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry

Elaborado por: Johanna Lituma

En la Tabla 10 se detalla algunas fuentes de contaminación de la muestra mientras se la prepara para el análisis.

**TABLA 10. FUENTES DE CONTAMINACIÓN DE LA MUESTRA**

Material	Impurezas principales
Glass test tubes	Si, B, Na
Polypropylene tubes	Cl, Mg, Ca (Cr, Zn, Ni)
LDPE	Ca, Cl, K
HDPE	Ca, Zn, Si
TCLP Filters	Ba, Si, B


Fuente: Analysis of Surface Waters for Trace Elements by Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry

Elaborado por: Johanna Lituma



# CAPITULO II



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<p><b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b></p>	<p><b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b></p> <table border="1"><tr><td data-bbox="1141 324 1252 380">1/41</td><td data-bbox="1252 324 1428 380">Versión:01</td></tr></table>	1/41	Versión:01
1/41	Versión:01			

## **2. TOMA, MANIPULACIÓN Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS DEL PARQUE NACIONAL EL CAJAS**

### **2.1. OBJETO DEL MANUAL**

Este manual establece el procedimiento correcto de toma, manejo y recepción de las muestras de aguas que serán analizadas en el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, perteneciente a la Universidad de Cuenca.

### **2.2. APLICABILIDAD**


El presente proyecto aplica para muestreos de aguas superficiales tomadas de distintas lagunas del Parque Nacional El Cajas, como parte de proyectos de: Doctorado, Masterado e Investigación pertenecientes al Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales.

### **2.3. REFERENCIAS NORMATIVAS**

Las normas expuestas a continuación, establecen los requisitos para la elaboración del manual en curso, utilizadas como referencia para los procesos de toma, manejo y recepción de las muestras de aguas, resultando indispensables para su aplicación:

NTE INEN 1:1990 - Tercera Revisión - 1990-06 - Sistema Internacional de Unidades



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1141 324 1252 380">2/41</td><td data-bbox="1252 324 1428 380">Versión:01</td></tr></table>	2/41	Versión:01
2/41	Versión:01			

NTE INEN 0: 2013 - Primera Revisión – 2013-01 - estructura, redacción y presentación de documentos normativos

NTE INEN 2176:1998 AGUA. CALIDAD DEL AGUA. MUESTREO. TÉCNICAS DE MUESTREO. 1998-08

NTE INEN 2226:2000 AGUA. CALIDAD DEL AGUA. MUESTREO. DISEÑO DE LOS PROGRAMAS DE MUESTREO.2000-01

NTE INEN 2169-98 AGUA. CALIDAD DEL AGUA. MUESTREO. MANEJO Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS. 1998-11

EPA 200.7/200.8 6010c/6020b

EPA SM 4500 NH3-B,C

EPA SM 4500 Norg B,C

EPA Sm 4500 NH3-C, 300.0/355.2

ASTM D515-88A


## 2.4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Para los efectos de este manual, se adoptan las siguientes definiciones:

### 2.4.1. Muestra de Agua

A una muestra de agua que va a ser analizada para la determinación de su calidad en cuanto a contaminación orgánica e inorgánica, se le puede considerar



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1139 331 1251 383"><b>3/41</b></td><td data-bbox="1251 331 1428 383"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>3/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>3/41</b>	<b>Versión:01</b>			

como una parte representativa del lugar a analizar, con la cual a partir de esta se podrá realizar los análisis necesarios para la determinación de lo requerido en la misma, de manera que se podrá tener una absoluta confianza en los resultados finales a partir de la muestra tomada (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2176).


#### 2.4.2. Definición de Muestreo

El muestreo es una acción que realiza la actividad de extraer una porción representativa de una masa considerable de agua con el fin de realizar análisis tanto físico químicos como microbiológicos de la muestra extraída para determinación principalmente de la calidad del agua. (Ramirez 2003)

#### 2.4.3. Muestras simples

Representa la composición del cuerpo de agua original para el lugar, tiempo y circunstancias particulares en las que se realizó su captación. Es tomada en un tiempo y lugar específicos, y siendo así, representa la composición de la fuente solo en ese tiempo y lugar que fue tomada. Sin embargo, también se puede dar el caso en el que la composición no cambie en el tiempo, y es ahí entonces donde una muestra simple que sea tomada al azar se la considera representativa. (Rodier 1981)



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1141 324 1252 380">4/41</td><td data-bbox="1252 324 1428 380">Versión:01</td></tr></table>	4/41	Versión:01
4/41	Versión:01			

La muestra tomada puede ser representativa de espacios y tiempos mayores, si conocemos con anticipación que la composición es constante con el transcurso de tiempo y no existen cambios de concentraciones espaciales.


Una muestra simple se lleva a cabo cuando se deseen analizar parámetros como el pH, el oxígeno disuelto, la temperatura, etc., que precisen una determinación rápida. Otras situaciones en las que es aconsejable un muestreo simple son:

- Cuando ocurre una descarga ocasional y se desea evaluar la misma.
- Si el efluente fluye sólo de forma intermitente.
- Si el muestreo es constante en el tiempo (Santafé n.d.).

#### 2.4.4. Muestras compuestas

Se considera muestra compuesta, a una combinación de muestras individuales de agua que se las toma a intervalos predeterminados, con el objetivo principal de minimizar los efectos de variabilidad de la muestra individual. Es por ello que se considera como la función principal de las muestras compuestas la de minimizar el efecto de las variaciones puntuales de la concentración de los elementos que se van a analizar ( Laboratorio de Química Ambiental Ideam 1997). Por lo general este tipo de muestras son recogidas in situ. La muestra compuesta puede ser de un volumen fijo o proporcional al flujo.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1139 331 1251 383">5/41</td><td data-bbox="1251 331 1428 383">Versión:01</td></tr></table>	5/41	Versión:01
5/41	Versión:01			

Una de las consideraciones principales para la toma de muestras compuestas es que no deben tomarse demasiado cerca de la orilla, sino lo que se debe realizar es tomarlas más cerca de la corriente principal, para evitar que las condiciones especiales de temperatura y de concentración de oxígeno disuelto, en el que influyen tanto la vegetación de la orilla como las algas, afecten a la muestra (IESAO 2015).


Las muestras compuestas en el tiempo se pueden usar para determinar solamente los componentes que permanecen sin alteraciones bajo las condiciones de toma de muestra, preservación y almacenamiento ( Laboratorio de Química Ambiental Ideam 1997).

Una de las ventajas más importantes del uso de este tipo de muestras es que al laboratorio le ahorra un gran costo y esfuerzo, comparando esto con el análisis por separado de un gran número de muestras y su consecuente cálculo de promedios

Los tipos de muestras que se toman para los análisis dentro del laboratorio provienen de fuentes de aguas superficiales específicamente de lagunas del Parque Nacional El Cajas.

El Parque Nacional Cajas está ubicado en la provincia del Azuay, a 33 Km al noroccidente de la ciudad de Cuenca.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1141 324 1252 380"><b>6/41</b></td><td data-bbox="1252 324 1428 380"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>6/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>6/41</b>	<b>Versión:01</b>			

### 2.4.5. Restricciones del Muestreo

Con las restricciones para el muestreo y el proceso que la muestra atraviesa hasta llegar al laboratorio para ser analizada se logrará obtener una confianza total y absoluta en los resultados finales del análisis, con lo cual también se podrá tener un control en todo momento del muestreo y una certeza de que la muestra que va a ser analizada está en las condiciones aprobadas por el laboratorio para considerarse como aceptada y así se evitarán pérdidas muy significativas tanto de tiempo como económicas por el uso de los equipos dentro de laboratorio, para dichos análisis. Evitando así mismo una posibilidad grande de daños en los equipos utilizados.

## 2.5. REQUISITOS

### 2.5.1. Personal


El proceso de muestreo que se describe a continuación debe ser realizado por personal capacitado en trabajos de campo de laguna, con conocimientos en química, capacitado y aprobado por del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales para la toma y manejo de muestras de agua.

### 2.5.2. Recipientes

Los recipientes a utilizar para el muestreo deben ser elegidos en base a dos consideraciones principales:





	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>7/41</b>	<b>Versión:01</b>

- El tipo de material de los recipientes tiene que depender del tipo de muestra que se va a recolectar en base al tipo del análisis que se va a realizar, y en el tipo de equipo que se va a utilizar dentro del laboratorio, rigiéndose a la norma INEN 2169.
- 

**TABLA 11. RECIPIENTES UTILIZADOS PARA EL MUESTREO.**

Parámetro a ser analizado	Envase de recolección de la muestra	Capacidad por una unidad de envase
Metales	Plástico (PEAD)	100 ml
Amoniaco, Nitrógeno Nitrato, Nitrógeno Nitrito, Orto fosfatos	Plástico (PEAD)	300 ml
Carbono Orgánico Total (TOC), Nitrógeno Total (Tnb)	Vidrio ámbar con tapa de (PTFE)	40 ml

Fuente: Norma INEN 2169. Agua. Calidad de Agua. Muestreo. Manejo y conservación de muestras.


Elaborado por: Jhoanna Lituma

**Nota:** para los análisis de Nitrógeno Nitrato y Nitrógeno Nitrito se puede usar un solo envase ya que tienen el mismo tipo de conservación.

- Si los recipientes a utilizar son reusables, se tiene que tener un correcto y estricto manejo de su lavado para evitar contaminación en su reutilización. Cabe mencionar también que el lavado debe ser específico para cada tipo de equipo que se vaya a utilizar en el análisis de la muestra tomada.

En el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, pertenecientes a la Universidad de Cuenca cuenta con alrededor de 10 mil a 15 mil botellas plásticas **(de polietileno de alta densidad)** para la obtención de muestras de análisis, los cuales son reusables para minimizar especialmente costos al laboratorio y también evitar la contaminación al medio ambiente.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">8/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	8/41	Versión:01
8/41	Versión:01			


Los recipientes de plástico y vidrio utilizados tienen que estar totalmente limpios para evitar cualquier tipo de contaminación de la muestra que ingrese al mismo y así evitar resultados de análisis incorrectos y que puedan alterar las investigaciones. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2176)

Es por ello que el proceder del laboratorio al momento que un frasco necesita ser utilizado para toma de muestras se realiza los siguientes procedimientos que se detallan a continuación:

#### **Lavado del material usado para el Inductor de Plasma acoplado al Espectrómetro de Masa (ICP MS)**

- El material de trabajo se enjuaga con agua de grifo inmediatamente después de que se ha usado en el análisis de metales.
- Se remueven las etiquetas y los grabados utilizando alcohol industrial y una esponja.
- Se enjuaga con abundante agua de grifo.
- Se lava con una escobilla de tamaño y forma adecuada, fregando por dentro de los tubos, viales y otras pequeñas piezas, con solución de detergente especial (Extrán neutro Merck o similar libre de fosfatos).
- Se enjuaga con abundante agua de grifo para remover los residuos de detergente. .
- Se enjuaga con porciones de agua destilada por tres veces. (AguaTipoll)



 UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>9/41</b>	<b>Versión:01</b>


- Se enjuaga con agua ultrapura por tres veces (Agua tipo I).
- Se colocan los frascos en una solución de ácido nítrico 1:3. Es aconsejable dejar los recipientes y viales en el baño de ácido durante 8 horas como mínimo.

Con este lavado detallado para el ICP MS se logra formar una capa protectora en la superficie interna de los frascos que impedirá la fijación de los analitos que queremos determinar, en dichas paredes tales como: aluminio, cadmio, cromo, cobre, hierro, plomo, manganeso, plata y zinc, que se pueden adsorber en las superficies de los recipientes usados en el muestreo.

#### **Lavado del material para el Detector de Carbono Orgánico Total (TOC)**

- El material de trabajo se enjuaga con agua de grifo inmediatamente después de que se ha usado en el análisis de carbono y nitrógeno orgánico e inorgánico, total y disuelto en agua.
- Se remueven las etiquetas y los grabados utilizando alcohol industrial y una esponja.
- Se enjuaga con abundante agua de grifo.
- Se lava con una escobilla de tamaño y forma adecuada, fregando por dentro de los tubos de vidrio neutro y otras pequeñas piezas, con solución de detergente especial (Extrán neutro Merck o similar libre de fosfatos).
- Se enjuaga con abundante agua de grifo para remover los residuos de detergente.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">10/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	10/41	Versión:01
10/41	Versión:01			


- Se enjuaga con porciones de agua destilada por tres veces. (Agua Tipo II)
- Se enjuaga con agua ultrapura por tres veces (Agua tipo I).
- Se colocan los recipientes en una solución de ácido fosfórico al 1%. Es aconsejable dejar los frascos y viales en el baño de ácido durante 8 horas como mínimo.

Con este lavado detallado para el TOC (vario) se logra formar una capa protectora en la superficie interna de los frascos que impide la fijación del carbono en dicha superficie.

#### **Lavado del material para el Flow Analicer (OI)**

- El material de trabajo se enjuaga con agua de grifo inmediatamente después de que se ha usado en el análisis de amoníaco, nitritos y nitratos y orto fosfatos en agua
- Se remueven las etiquetas y los grabados utilizando alcohol industrial y una esponja.
- Se enjuaga con abundante agua de grifo.
- Se lava con una escobilla de tamaño y forma adecuada, fregando por dentro de los frascos de (PED) y otras pequeñas piezas, con solución de detergente especial (Extrán neutro Merck o similar libre de fosfatos).
- Se enjuaga con abundante agua de grifo para remover los residuos de detergente.
- Se enjuaga con porciones de agua destilada por tres veces. (Agua Tipo II)



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>11/41</b>	<b>Versión:01</b>

- Se enjuaga tres veces con agua ultrapura por tres veces (Agua tipo I).


Cabe recalcar que para los frascos que se utilizan en el equipo Flow Analicer en su lavado no se utiliza ningún tipo de ácido debido a que podrían hacer interferencia con los reactivos utilizados en los métodos del equipo. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2169).

### 2.5.3. Materiales y Reactivos

Implementos requeridos en el momento del muestreo:

- Recipientes para cada tipo de análisis, mencionados en el punto 1.1.2
- Probetas de 100, 250, y 500 ml., para medición de alícuotas (de plástico)
- Cooler para disposición de las muestras en terreno y traslado al laboratorio
- Sistema de refrigeración (hielo, icepack) para mantención a una temperatura de 4°C y traslado de muestras.
- Picetas para agua destilada
- Caja de herramientas.
- Linterna.
- Bolsas y amarras plásticas
- Marcador permanente indeleble
- Cinta scotch



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">12/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	12/41	Versión:01
12/41	Versión:01			

- Equipo portátil para medición de pH
- Toalla de papel absorbente
- Bolsas de basura
- Tabla portapapeles
- Guantes
- Impermeable
- Botas de caucho
- Un bote
- Embudo de polietileno de alta densidad (0-20 cm)
- Soporte
- Botella de polietileno de alta densidad (2L)
- Botella de vidrio (2L)


### Reactivos

- Ácido Nítrico Concentrado (HNO<sub>3</sub>)

### 2.6. PUNTO DE MUESTREO

Se basa en el tipo de investigación y análisis que se desean hacer con las muestras que van a ser recolectadas, dependiendo netamente del trabajo del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, para el manual en



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>13/41</b>	<b>Versión:01</b>


curso a consecuencia de que los proyectos de investigación realizados tanto como para Doctorados, Masterados e Investigación, el punto de muestreo seleccionado se lo realiza en las lagunas del Parque Nacional El Cajas.

En el punto de muestreo también se tiene que tener en cuenta un lugar accesible para los muestreadores que facilite la obtención de muestras y se pueda transportar la carga de muestreo

El punto de recolección de las muestras debe ser lo más representativo posible de las características totales del cuerpo de agua, y garantizar la seguridad de las personas responsables del muestreo, especialmente en el clima del lugar por sus temperaturas muy bajas.

Cada sitio de muestreo tiene un código único basado en su ubicación, fecha, tipo y origen. Consta de dos partes: la primera se especifica el tipo de muestra, el sitio, y la fuente mientras que el segundo especifica el número de muestreo.

- Muestra Espectrómetro: (na) Para medir en Ecuador, (nb) para medirse en Alemania.
- Muestra de metal: (m) Necesidad de ser acidificadas
- Nombre de captación: (Q) Cuenca del Río Quinuas, (LI) Cuenca del Río Llaviuco
- Fuente del Lago (L)
- El agua de lluvia (P)

	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>14/41</b>	<b>Versión:01</b>

- Posición alta (TA)
- Posición media (TM)
- Posición Low (baja) (TB)
- Monitoreo (M)
- Número de Seguimiento (1,2 ...)

En la tabla 5 se detalla la Codificación y tipo de muestras tomadas en las lagunas del Parque Nacional Cajas.

**TABLA 12. CODIFICACIÓN DE LOS LUGARES A MUESTREAR**

	SITIO	NOMBRE	TIPO	COORDENADAS	ALTITUD (m a.s.l.)
1	Toreadora	QL1TA	Agua de Lago	S2 46.864 W79 13.390	3953
2	Cucheros	QL1TM	Agua de Lago	S2 47.565 W79 12.351	4002
3	Cucheros	QL1TA	Agua de Lago	S2 47.565 W79 12.351	4002
4	Cucheros	QL1TB	Agua de Lago	S2 47.565 W79 12.351	4002
5	Cucheros	QL1TM	Agua de Lago	S2 47.556 W79 12.304	3959
6	Cucheros	QL1TA	Agua de Lago	S2 47.556 W79 12.304	3959
7	Cucheros	QL1TB	Agua de Lago	S2 47.556 W79 12.304	3959
8	Cucheros	QL1TM	Agua de Lago	S2 47.549 W79 12.258	3918
9	Cucheros	QL1TB	Agua de Lago	S2 47.549 W79 12.258	3918
10	Cucheros	QL1TB	Agua de Lago	S2 47.549 W79 12.258	3918
11	Avilahuayco	QL2TA	Agua de Lago	S2 47.592 W79 11.879	4012
1	Avilahuayco	QL2TA	Agua de Lago	S2 47.592 W79 11.879	4012
2	Avilahuayco	QL2TM	Agua de Lago	S2 47.537 W79 11.884	3975
13	Avilahuayco	QL2TM	Agua de Lago	S2 47.537 W79 11.884	3975
14	Avilahuayco	QL2TB	Agua de Lago	S2 47.442 W79 11.903	3873
15	Avilahuayco	QL2TB	Agua de Lago	S2 47.442 W79 11.903	3873
15	Avilahuayco	QL2TB	Agua de Lago	S2 47.442 W79 11.903	3873
21	Llaviuco	QPTM5	Agua de Lago	S2 50.597 W79 07.540	3100
17	Virgen	QP2	Agua de Lluvia	S2 46.903 W79 11.452	3633
18	Chirimachay	QP3	Agua de Lluvia	S2 48.726 W79 09.012	3314
19	Zorrocucho	QP4	Agua de Lluvia	S2 50.828 W79 06.893	3006
20	Quinta Blazay	QP5	Agua de Lluvia	S2 53.539 W79 02.175	2615

Fuente: Dpto. Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, Codificación de lagunas del Cajas  
Elaborado por: Johanna Lituma





 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 389"><b>15/41</b></td><td data-bbox="1236 315 1430 389"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>15/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>15/41</b>	<b>Versión:01</b>			

En el Anexo 2 podemos apreciar imágenes de los lugares seleccionados, para las tomas de muestras de agua que serán analizadas con sus respectivos códigos.

## 2.7. CONTROL Y VIGILANCIA DEL MUESTREO

Esta es una operación que se la debe realizar con el mayor cuidado y vigilancia posible en lo que amerite, con lo cual se podrá tener una gran confianza de que la muestra tomada sea homogénea y que ésta sea representativa del lugar donde fue tomada, y se debe evitar en su totalidad una contaminación accidental debido a condiciones inadecuadas, o cualquier otro descuido durante el momento de la obtención y envío de la muestra al laboratorio, ya que como consecuencia de una contaminación de la muestra durante este proceso se podría modificar los resultados de los análisis.

Este proceso es definitivamente muy esencial para asegurar la integridad de las muestras desde su toma hasta la obtención del reporte de los resultados de los análisis de las mismas. Dentro del control y la vigilancia también se incluye actividades importantes que son: el monitoreo de las condiciones de cada actividad durante el muestreo, la preservación de la misma, su identificación con el respectivo código designado para el laboratorio, el transporte, la recepción de la muestra y para finalizar el análisis respectivo para cada tipo de muestra.

Con este proceso de control y vigilancia se tiene un importante respaldo en el caso de que existan denuncias o controles de rutina para las muestras.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">16/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	16/41	Versión:01
16/41	Versión:01			

Una muestra se considera bajo custodia de una persona en el momento en que la misma se encuentra a vista de la persona, bajo su posesión física, individual y en un sitio seguro (Rojas 2002, Rodier 1981).

La calidad de la vigilancia en la toma de las muestras de agua comprende:

- Toma de muestras en sitios establecidos por el Laboratorio de Calidad de Agua Del Departamento De Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, pertenecientes a la Universidad de Cuenca.
- Codificación para los lugares del muestreo.
- Preservación, manipulación y transporte de muestras al laboratorio.
- Control inmediato en el momento en el que las muestras llegan al laboratorio para ser analizadas, en su manejo y conservación adecuada.
- Análisis de las muestras realizada por el analista en el laboratorio.


Las técnicas de toma y preservación de las muestras son de una gran importancia, debido a la necesidad de verificar la precisión, exactitud y representatividad de los datos que resultan de los análisis, con lo cual se garantiza la calidad de los mismos.

## 2.8. MUESTREO

### 2.8.1. Muestreo Manual

El muestreo manual requiere de un mínimo de equipo y se lo realiza cuando se tienen sitios de fácil acceso o aquellos que por medio de ciertas adaptaciones puedan facilitar la toma de muestras. La ventaja de este tipo de muestreo es permitir al muestreador poder observar los cambios en las características del



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>17/41</b>	<b>Versión:01</b>

agua como: sustancias flotantes, color, olor, materia orgánica presente, etc. siendo así ésta la principal característica para tomar al muestreo manual como el seleccionado para este proyecto, sin embargo una de las desventajas es que para programas de muestreo a gran escala o de rutina puede ser excesivamente costoso y de manejo dispendioso. (GARAY 1993) (Fuquene.M 2013)

El muestreo realizado será para aguas superficiales de laguna y agua lluvia, con sus procedimientos bajo la normalización INEN y la conservación de las muestras será en base del tipo de análisis que se realizará en el laboratorio y de la misma manera bajo la normalización INEN.


### 2.8.2. Muestreo en Laguna

El muestreo debe realizarse en todos los puntos y profundidades disponibles de ingreso y salida y en grandes masas de agua, normalmente es necesario muestrear desde un bote. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 2000-2226)

A continuación se detalla cómo se debe tomar una muestra de agua de una laguna:

- Para análisis de nitritos, nitratos, amoníaco y ortofosfatos se usan los recipientes de polietileno de alta densidad (PEAD) que tienen que ser homogenizados de 2 a 3 veces previa a la recolección de la muestra,



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392"><b>18/41</b></td><td data-bbox="1236 315 1430 392"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>18/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>18/41</b>	<b>Versión:01</b>			

llenando el frasco al tope y botando el agua más lejos del lugar de donde se está muestreando corriente abajo para que no vuelva a caer en el mismo lugar de donde vamos a tomar la muestra, el mismo proceso se realiza con la tapa del recipiente.

- Para análisis de metales y TOC, Tnb se usan los recipientes de polietileno de alta densidad (PEAD) y de vidrio ámbar con tapa de politetrafluoroetileno (PTFE) respectivamente sin homogenización previa ya que poseen una capa ácida protectora en la superficie interna para evitar la fijación del analito que deseamos analizar y la modificación del contenido de dióxido de carbono.
- Sujetar el recipiente por el fondo en posición invertida, sumergiéndolo completamente.
- Desplazar el recipiente horizontalmente en la dirección de la boca del frasco.
- Llenar los recipientes completamente y taparlos de tal forma que no exista aire sobre la muestra. Esto limita la interacción de la fase gaseosa y la agitación durante el transporte (así se evita la modificación del contenido de dióxido de carbono y la variación en el valor del pH, los bicarbonatos no se conviertan a la forma de carbonatos precipitables; el hierro tienda a oxidarse menos, limitando las variaciones de color, etc.). (Instituto Nacional de Normalización 1998-2169)



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<p><b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b></p>	<p><b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b></p> <table border="1"> <tr> <td data-bbox="1125 324 1236 392">19/41</td> <td data-bbox="1236 324 1428 392">Versión:01</td> </tr> </table>	19/41	Versión:01
19/41	Versión:01			

- **Nota:** no se debe tener ningún contacto con la parte interna del frasco y de las tapas antes del muestreo.


Se sugiere el uso de guantes quirúrgicos durante la toma de la muestra.

### 2.8.3. Precipitación (Agua de Lluvia)

Los colectores de lluvia tienen que ser de polietileno de alta densidad (PEAD) y previamente homogenizados de 2 a 3 veces para el caso de análisis de nitritos, nitratos, amoníaco y ortofosfatos.

Los colectores de lluvia para análisis de metales y TOC, Tnb tienen que ser de polietileno de alta densidad (PEAD) o en vidrio ámbar con tapa de politetrafluoroetileno (PTFE) sin homogenización previa ya que poseen una capa ácida protectora en la superficie interna para evitar la fijación del analito que deseamos analizar y la modificación del contenido de dióxido de carbono.

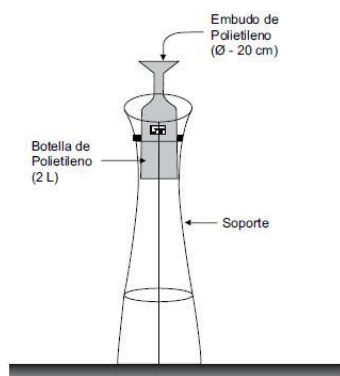
Cuando se recoge agua lluvia para análisis químico, se debe seleccionar el sitio de muestreo, para evitar la contaminación con materia extraña, por ejemplo, polvo, fertilizantes, insecticidas, etc. Los equipos de muestreo deben ser colocados preferiblemente en un campo abierto. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 2000-2226). Como ejemplo de esto, el colector ubicado en Quinta Balzay

 UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>20/41</b>	<b>Versión:01</b>

Los datos sobre las precipitaciones y la temperatura del aire son importantes durante el período de muestreo. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 2000-2226)

En los sitios seleccionados, el muestreo de la precipitación total se efectuara a través de un embudo acoplado a una botella de polietileno de alta densidad mediante un orificio en la tapa, rellenando el espacio libre, entre el embudo y la tapa, con silicona caliente para evitar la contaminación de la muestra. (Jorge Herrera Murillo 2008)


Se recomienda hacer este tipo de muestreo en la época que va desde mediados de octubre hasta inicios de mayo, debido a la mayor cantidad de precipitaciones en estas fechas para la localidad seleccionada de los muestreos. (DELGADO 2105).



**FIGURA 9. EQUIPO DE MUESTREO UTILIZADO PARA AGUA DE PRECIPITACIÓN (AGUA DE LLUVIA)**

Fuente: [http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0188-49992009000200001](http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0188-49992009000200001)  
Elaborado por: Johanna Lituma



	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>21/41</b>	<b>Versión:01</b>

#### 2.8.4. Volumen de muestra necesaria

**TABLA 13. CANTIDAD DE MUESTRA DE AGUA QUE SE DEBE TOMAR.**

Parámetro a ser analizado y equipo en el cual se realiza el análisis	Volumen de muestra necesaria	Método en el cual se basa
<b>Metales (ICP-MS)</b>	250 ml	200.7/200.8 6010c/6020b
<b>Amoniaco (FLOW ANALICER)</b>	400 ml	SM 4500 NH3-B,C
<b>Nitrógeno nitrato (FLOW ANALICER)</b>	250 ml	300.0/355.2
<b>Nitrógeno nitrito (FLOW ANALICER)</b>	100 ml	300.0/355.2
<b>Orto fosfatos (FLOW ANALICER)</b>	100 ml	ASTM D515-88A
<b>Carbono orgánico total (TOC), Nitrógeno Total (TNb)</b>	40 ml	5310 B


Fuente: Normas EPA y ASTM

Elaborado por: Johanna Lituma

## 2.9. PRESERVACIÓN DE CONTAMINACIÓN DE LA MUESTRA

Es prácticamente imposible la preservación completa e inequívoca de las muestras de aguas naturales. Independientemente de la naturaleza de la muestra, nunca puede lograrse la completa estabilidad de todos sus constituyentes; en el mejor de los casos, las técnicas de preservación solamente pueden retardar los cambios químicos, que continúan inevitablemente después de que la muestra se retira de su fuente ( Laboratorio de Química Ambiental Ideam 1997).



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>22/41</b>	<b>Versión:01</b>

El tiempo que transcurre desde que se toma la muestra hasta su llegada al Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, perteneciente a la Universidad de Cuenca, puede conducir a cambios físico químicos, dentro del envase, lo que producirá un cambio en la calidad intrínseca de la muestra.

Los métodos de preservación que se usarán en las muestras al momento del muestreo aceptados por el laboratorio tienen por objetivo:

- Retardar la hidrólisis de compuestos y complejos químicos.
- Reducir la volatilidad de los constituyentes sobre todo gaseosos, por lo que se debe llenar completamente la botella y tapar herméticamente

Las técnicas de preservación para las muestras incluyen:


- *Protección contra la incidencia de la luz solar.*
- *Adición de preservantes químicos.*
- *Disminución de la temperatura para retardar las reacciones.*

***Hay que tener en cuenta que los preservantes químicos solo deben ser usados cuando ellos no interfieran con los análisis a realizarse.***

Las técnicas de preservación solamente retardan los cambios químicos que sobrevienen inevitablemente al remover la muestra de la fuente original a los que se puede mencionar como: cationes metálicos pueden precipitarse como hidróxidos o formar complejos con otros constituyentes; los cationes y aniones pueden cambiar su estado de valencia bajo ciertas condiciones de reducción u





 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 324 1236 392">23/41</td><td data-bbox="1236 324 1428 392">Versión:01</td></tr></table>	23/41	Versión:01
23/41	Versión:01			


oxidación; otros constituyentes pueden disolverse o volatilizarse con el transcurso del tiempo. (Instituto Nacional de Normalización 1998-2169).

Ciertos cationes están sujetos a pérdidas por adsorción o intercambio iónico por parte de las paredes del recipiente, estos incluyen el aluminio, cadmio, cromo, cobre, hierro, plomo, manganeso, plata, zinc, etc los cuales son mejor preservados por la adición de ácido nítrico hasta lograr un pH menor de 2.0 con lo que se logra minimizar la precipitación y adsorción en las paredes del recipiente.

La adición de preservantes debe agregarse previamente a la botella de muestra de tal manera que todas las porciones de muestra se preserven de inmediato.

Los resultados analíticos son más exactos en la medida que el tiempo transcurrido entre la toma de la muestra y su análisis sea menor, hecho cierto cuando las concentraciones de los analitos están en el orden de mg/L.

Todos los métodos de preservación pueden ser inadecuados cuando se aplican a la materia en suspensión, es por ello que el requisito básico para la recepción de muestras en el laboratorio es que éstas lleguen perfectamente filtradas para el análisis.

	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>24/41</b>	<b>Versión:01</b>

**TABLA 14. DESCRIPCIÓN DE LOS PRESERVANTES**

ACCIÓN Y APLICACIÓN DE LOS PRESERVADORES QUE SE USAN EN EL LABORATORIO		
PRESERVACIÓN	ACCIÓN	APLICACIÓN
ACIDO NÍTRICO HNO <sub>3</sub>	Solvente de Metales, previene la precipitación	Metales a pH<2
ACIDO SULFÚRICO H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Inhibidor Bacteriano o formador de sales con bases orgánicas	Amoniaco, Nitrógeno Kjeldahl (pH<2), Grasas y Aceites. TOC (pH<2), Tnb (pH<2)
REFRIGERACIÓN 4°C	Inhibidor Bacteriano	Nitratos, Nitritos, Ortofosfatos,

Fuente: Norma Técnica Ecuatoriana INEN 2169:98

Elaborado por: Johanna Lituma


**TABLA 15. REQUISITOS BÁSICOS DE LA MUESTRA PARA LA CONSERVACIÓN**

Parámetro a ser analizado y equipo en el cual se realiza el análisis	Homogenización antes de toma de la muestra	Tiempo máximo de conservación de la muestra después de la toma y preservación	Preservación de la muestra	Norma aplicada
<b>Metales (ICP-MS)</b>	No	6 meses	frio 4 grados C	200.7/200.8 6010c/6020b INEN nte 2169
			ácido nítrico hasta pH menor a dos	
<b>Amoniaco (FLOW ANALICER)</b>	Si	28 días	frio 4 grados C	SM 4500 NH <sub>3</sub> -B,C
			ácido sulfúrico hasta pH menor a dos	
<b>nitrógeno nitrato (FLOW ANALICER)</b>	Si	48 horas	frio 4 grados C	300.0/355.2
<b>nitrógeno nitrito (FLOW ANALICER)</b>	Si	48 horas	frio 4 grados C	INEN nte 2169
<b>orto fosfatos (FLOW ANALICER)</b>	Si	48 horas	filtrar inmediatamente	INEN nte 2169, ASTM D515-88A
			frio 4 grados C	
<b>Carbono orgánico total, Nitrógeno total (Tnb) (TOC (vario))</b>	No	28 días	frio 4 grados C	INEN nte 2169, 5310 B
			ácido sulfúrico hasta pH menor a dos	

Fuente: Normas EPA,ASTM e INEN 2169

Elaborado por: Johanna Lituma



 UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>25/41</b>	<b>Versión:01</b>

### 2.9.1. Intervalo de tiempo entre la recolección de la muestra y el análisis


En general, mientras más corto sea el tiempo que transcurre entre la recolección de la muestra y el análisis, más confiables serán los resultados analíticos. Para ciertos constituyentes y valores físicos, se requiere realizar la evaluación analítica en el campo (Ministerio de Salud, El Salvador 2001).

Es imposible establecer exactamente cuánto tiempo de intervalo se puede permitir entre la recolección de la muestra y su análisis ya que ella depende del carácter de la muestra, el tipo de determinación a ser efectuado y las condiciones de almacenaje. Los cambios causados por el crecimiento de los microorganismos son retardados al mantener las muestras en la oscuridad y a baja temperatura. (Instituto Nacional de Normalización 1998-2169). Cuando el intervalo entre la recolección y el análisis es tan grande que puede producir cambios en la concentración y el estado físico del constituyente a ser medido, se delimita un tiempo máximo entre la recolección y el tiempo de análisis, este lo podemos identificar en la tabla 8.

### 2.10. CONDICIONES DE IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Una vez envasada la muestra deberá ser identificada adecuadamente y de modo inmediato, para prevenir confusiones en su identificación, pegar al recipiente antes o en el momento de muestreo etiquetas adhesivas en las que se



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">26/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	26/41	Versión:01
26/41	Versión:01			


anote, con tinta a prueba de agua, la siguiente información, para poder ser recibida en el laboratorio: (Instituto Nacional de Normalización 1998-2169)

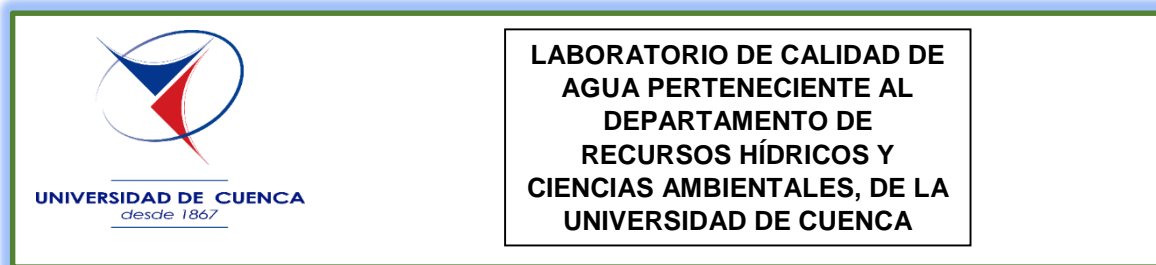
- Número de muestra
- Nombre del muestreador
- Fecha y hora de muestreo
- Lugar y dirección del sitio de muestreo
- Técnica de preservación realizada
- Análisis requerido
- Código de la muestra
- Tipo de Muestra

Debido a las condiciones climáticas las etiquetas deben cubrirse con una capa adicional de cinta para evitar el contacto con agua y un posible desvanecimiento.

Además, las anotaciones deben ser perfectamente legibles sin que haya posibilidad de confusión.




	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>27/41</b>	<b>Versión:01</b>



**FIGURA 10. ETIQUETA PARA IDENTIFICACIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS, ANTES DE SER**


Elaborado por: Johanna Lituma

 <b>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</b>		<b>N de muestra</b>		
		<b>Fecha</b>		
		<b>Hora</b>		
<b>Código de la Muestra</b>			<b>Análisis Requerido</b>	
<b>Nombre del Muestreador</b>				
<b>Tipo de Muestra</b>	<b>Simple</b>	<b>Compuesta</b>		
<b>Preservación previo a la llegada al laboratorio</b>				

**FIGURA 11. ETIQUETA PARA SELLAR LA TAPA DE LOS RECIPIENTES.**

Elaborado por: Johanna Lituma



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<p><b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b></p>	<p><b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b></p>	
<p><b>28/41</b></p>		<p><b>Versión:01</b></p>	

## 2.11. SECUENCIA DEL MUESTREO

En esta unidad de trabajo se tratan un conjunto de aspectos previos al análisis de calidad de agua en sí. Se referirá a la secuencia adecuada de manejo, transporte y recepción de las muestras al laboratorio. La importancia de estas


técnicas no debe ser subestimada, pues un defecto en cualquiera de ellas puede invalidar los resultados del análisis de calidad del agua.

Dentro del proceso analítico, la influencia del muestreo se le podría considerar como una de las partes cruciales que influenciarán en el resultado, ya que de nada sirve un análisis riguroso de la muestra, si esta no representa para nada al sistema que se quiere medir. Como un ejemplo de ello, si se quiere analizar el contenido de un recipiente, se debe de agitar el mismo antes de tomar la muestra, ya que de no hacerlo, parte del contenido del mismo puede haber sedimentado. Si lo que se busca analizar se encuentra sobre todo en esa fracción, el resultado del análisis, por preciso y exacto que sea, informará sobre una cantidad muy inferior (ELENA LALINDE n.d.).

En la cadena de custodia que se detalla a continuación se debe registrar el tiempo que transcurre entre el muestreo y el análisis y el tipo de preservante empleado.

Para el laboratorio se exige que las muestras lleguen en un tiempo máximo de 6 HORAS, para evitar la contaminación de las mismas desde el momento que fue tomada hasta la llegada al laboratorio por factores como manejo y transporte incluso una vez preservadas.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>29/41</b>	<b>Versión:01</b>


### 2.11.1. Cadena de Custodia

Es un documento en donde se registra toda la información relevante para asegurar la integridad de la muestra desde la recolección hasta el reporte de resultados por parte de laboratorio. La importancia de contar con este documento radica en prevenir la falsificación y/o alteración de los datos de campo, así como para definir la cantidad y tipos de análisis requeridos, el tipo de pre tratamiento al que ha sido sometido, la fecha, hora de muestreo, el número de frascos remitidos por punto de muestreo, la fecha y hora de remisión, la identificación del responsable del muestreo y todo lo relacionado con la recepción por parte del laboratorio. (SENA 2011)

Una muestra es evidencia física, por lo tanto, tiene que haber control y vigilancia desde que se toma en la descarga, hasta que el laboratorio analiza y reporta el resultado (Rojas 2002).

Ese seguimiento se conoce como cadena de custodia y asegura la rastreabilidad de la muestra. La cadena de custodia incluye el monitoreo de las condiciones de toma de muestra, manipulación, preservación, codificación, transporte, recepción en el laboratorio y su posterior análisis. Este proceso es necesario para demostrar el control y confiabilidad de las muestras, así como para el control de rutina de éstas. Cada muestra deberá ser registrada en el formato de cadena de custodia. Además, el muestreador firmará la cadena de custodia para garantizar la inviolabilidad de la información registrada y otorgarle la validez legal a la muestra.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392"><b>30/41</b></td><td data-bbox="1236 315 1433 392"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>30/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>30/41</b>	<b>Versión:01</b>			


Cuando las muestras formen parte de un proceso legal, además del sello individual se tendrá que sellar el contenedor donde son transportadas las muestras. De ser posible, se sugiere seguir este procedimiento aunque se trate de un monitoreo de rutina.

En caso de que las muestras sean manejadas por terceros durante el transporte hasta el laboratorio, los individuos involucrados deberán firmar y anotar la fecha y hora en el registro de cadena de custodia, así como el motivo del cambio de posesión. La cadena de custodia se depositará dentro del contenedor en que se transportan las muestras.


Una de las partes fundamentales dentro de la cadena de custodia son los recipientes para muestreo, que se entregan al muestreador antes de salir al campo, siguiendo el protocolo de recipientes en el punto 1.1.2. En la tabla 3 se indica el formato a seguir especificando el número de recipientes que se recibe de cada tipo, así como la fecha y la persona que los recibe.






 UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>31/41</b>	<b>Versión:01</b>

**TABLA 16. CUSTODIA DE ENVASES DE MUESTREO.**

 N° RECIPIENTES	TIPO DE RECIPIENTE		FECHA QUE SE RECIBE EL RECIPIENTE	PERSONA QUE RECIBE EL RECIPIENTE
	PLÁSTICO	VIDRIO		


Fuente: Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales,  
[http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/Fundamentos\\_Tecnicos.pdf](http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/Fundamentos_Tecnicos.pdf)  
 Elaborado por: Johanna Lituma

**TABLA 17. FORMATO DE CADENA DE CUSTODIA.**

		FORMATO CADENA DE CUSTODIA DE ENTREGA Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS			
NOMBRE DEL PROYECTO					
IDENTIFICACIÓN DEL PUNTO DE MUESTREO					
NOMBRE DE QUIEN ENTREGA:		CARGO:			
FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRAS:		HORA DE RECEPCIÓN DE MUESTRAS:			
NOMBRE DE QUIEN RECIBE:		CARGO:			
NUMERO DE HILERA EN EL TRANSPORTE		CANTIDAD DE ENVASES DE LA HILERA			
DESCRIPCIÓN DE LAS MUESTRAS					
TIPO DE MUESTRA	Código	N Frascos	PLÁSTICO/VIDRIO	VOL. APROX. DE LA MUESTRA	PRESERVADOR EMPLEADO
SIMPLE					
COMPUESTA					
OBSERVACIONES					
FIRMA DE QUIEN ENTREGA		FIRMA DE QUIEN RECIBE			

Fuente: Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales,  
[http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/Fundamentos\\_Tecnicos.pdf](http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/Fundamentos_Tecnicos.pdf)  
 Elaborado por: Johanna Lituma



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<p><b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b></p>	<p><b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b></p> <table border="1" data-bbox="1125 324 1428 392"> <tr> <td data-bbox="1125 324 1236 392">32/41</td> <td data-bbox="1236 324 1428 392">Versión:01</td> </tr> </table>	32/41	Versión:01
32/41	Versión:01			

### 2.11.2. Empaque

Las hieleras deberán sellarse con etiquetas adhesivas y marcarse con la fecha y hora en que se guardaron las muestras y con la firma del encargado. En el formato de cadena de custodia se debe anotar el número correspondiente de hielera y la cantidad de envases que contiene.

Los datos de EMPAQUE de la cadena de custodia, deben de coincidir con los datos de transporte y entrega.


### 2.11.3. Transporte

Es indispensable, antes de efectuar el transporte de las muestras recolectadas, verificar que el etiquetado de las mismas corresponda con los datos de la cadena de custodia, lo que permitirá la rápida y correcta identificación de todas y cada una de las muestras en el momento de su recepción; adicionalmente se debe cuidar que los envases estén perfectamente cerrados para evitar pérdida de muestra y mantener los recipientes con bastante hielo a una temperatura de 4°C, durante el tiempo que dure su traslado hasta el laboratorio.

Los frascos deben ser transportados o enviados en una caja resistente para evitar roturas. Esta caja puede ser de plástico, madera o metal. La caja tendrá suficiente espacio para colocar las bolsas con la mezcla refrigerante que permitirá mantener las muestras a temperaturas (4°C) durante el tiempo de almacenamiento.

El empaque debe proteger los recipientes de la posible contaminación externa y de la rotura, especialmente de la cercana al cuello y no deben ser causa de contaminación. (Instituto Nacional de Normalización 1998-2169)



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>33/41</b>	<b>Versión:01</b>

En la cubierta de caja de transporte se debe colocar una etiqueta que, de manera impresa o con tinta indeleble, muestre de un modo muy claro las inscripciones **“Frágil”, “Muestras de agua, urgente” y “Este lado hacia arriba”**.

En la parte interna de la caja también irá el formulario detallado con los datos de la recolección de las muestras, su descripción y el nombre de la persona que las recolectó y las envió.

Durante la transportación, las muestras deben guardarse en ambiente fresco y protegidas de la luz; de ser posible cada muestra debe colocarse en un recipiente individual impermeable. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2169)


## **2.12. ASPECTOS PARA EVITAR LA CONTAMINACIÓN DE LA MUESTRA EN EL MOMENTO DEL MUESTREO.**

La veracidad y calidad de los resultados de los análisis reportados por el Laboratorio de Calidad de Agua del Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales, perteneciente a la Universidad de Cuenca, dependen básicamente de la integridad de la muestra. Es por ello que el muestreador necesita tomar las precauciones necesarias para proteger la muestra de contaminación o deterioro de la misma.

A continuación se detallan los siguientes aspectos de prevención por parte del muestreador para las muestras:

- Las mediciones de campo deben ser siempre hechas en una alícuota de la muestra de agua
- Una vez realizado el análisis, esta alícuota, debe ser descartada
- Los recipientes que se utilizarán para el muestreo sean nuevos o usados, obligadamente sólo se pueden lavar en el laboratorio con el proceso especificado en el punto 1.1.2.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">34/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	34/41	Versión:01
34/41	Versión:01			

- Solo se utilizarán los recipientes especificados para cada grupo o tipo de parámetro en el muestreo
- Obligadamente solo se utilizarán los métodos mencionados para el transporte que se han establecido para las muestras.
- La parte interna de los recipientes de muestreo y tapas no deben ser tocados con la mano, guantes etc.
- Los recipientes que han sido esterilizados deben permanecer estériles hasta que la muestra sea colectada. Descartar el recipiente si el sello o cubierta de papel se encuentra rota. (Instituto Ecuatoriano de Normalización 1998-2176)


### 2.13. CRITERIOS QUE SE DEBEN CUMPLIR PARA LA ACEPTACIÓN DE LA MUESTRA.

El objetivo del muestreo es recoger una muestra representativa para el análisis, de forma que el resultado obtenido proporcione un diagnóstico realista del universo investigado.

Las muestras deben ser recogidas, preservadas, acondicionadas, manipuladas y transportadas de acuerdo a lo siguiente:


- Las muestras no deben incluir partículas grandes, desechos, hojas u otro tipo de material accidental, salvo cuando se trate de muestras de sedimentos; además, deben ser filtradas.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">35/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	35/41	Versión:01
35/41	Versión:01			

- Para minimizar la contaminación de la muestra, conviene recogerla con la boca del frasco de recolección contra la corriente.
- Se recomienda tomar un volumen suficiente de muestra para eventuales necesidades de repeticiones.
- Se recomienda la realización de todas las determinaciones de campo, tales como pH y conductividad, en alícuotas de muestras separadas de las que serán enviadas al laboratorio, evitando así el riesgo de contaminación.
- Se deben mantener siempre los recipientes de muestreo listos con el tratamiento de lavado que corresponda según el punto 1.1.2. Es importante recordar que en gran parte de los casos la contaminación de los recipientes no es visible ni siquiera al microscopio.
- La parte interna de los recipientes no debe ser tocada con la mano ni quedar expuesta al polvo, humo u otras impurezas.
- Los muestreadores deben mantener las manos limpias y usar guantes.
- Los recipientes deben ser llenados completamente e, inmediatamente después de la recolección las muestras deben ser mantenidas fuera del alcance de la luz solar.
- Las muestras que exijan refrigeración para su preservación deben ser acondicionadas en cajas de polietileno con hielo inmediatamente después de la recolección. No debe añadirse sal al hielo para evitar una posible contaminación de las muestras.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">36/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	36/41	Versión:01
36/41	Versión:01			

- Se debe mantener un registro de todas las informaciones de campo, llenando una ficha de recolección por muestra o conjunto de muestras de la misma característica.

El muestreo en pequeños cursos de agua debe hacerse aguas arriba y aguas debajo de las fuentes de contaminación, con la inclusión opcional de puntos adicionales para evaluar el grado de contaminación o asimilación de carga orgánica a lo largo del tramo en estudio (Gallaghe and Parka 2004)


## 2.14. RECEPCIÓN Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

El laboratorista recibe la muestra en el laboratorio, luego de ello, verifica que no haya transcurrido más de 6 horas, y revisa el formato completo de cadena de custodia. Al entregar la muestra en recepción del laboratorio, el laboratorista debe firmar el formato de cadena de custodia y hora de entrega.

**Recepción y registro de la muestra:** En el laboratorio el laboratorista inspecciona la condición y el sello de la muestra, compara la información de la etiqueta con el formato de cadena de custodia para su ingreso al laboratorio y la registra en el libro del mismo.

Una vez recibida la muestra y aceptada con las respectivas condiciones de la cadena de custodia y demás normas explicadas anteriormente, se las coloca en los lugares asignados para cada muestra.




 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392"><b>37/41</b></td><td data-bbox="1236 315 1433 392"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>37/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>37/41</b>	<b>Versión:01</b>			

En el Laboratorio de Calidad de Agua perteneciente al Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales de la Universidad de Cuenca, al llegar las muestras, éstas son separadas en un cuarto de recepción en el cual son almacenadas para su posterior análisis, de tal manera que van al refrigerador a una temperatura de 4<sup>o</sup>C donde por pisos se las coloca clasificándolas para qué tipo de análisis han sido designadas y en qué equipo se van a realizar dichos análisis, para poder tener en cuenta que análisis se realizarán primero debido al tiempo de preservación máximo que se dispone, como en el caso de nitratos, nitritos y orto fosfatos que solo se tiene un máximo de 48 horas de preservación para empezar a analizarlos.

## 2.15. PRECAUCIONES ADICIONALES PARA EL MUESTREADOR

- Nunca hacer las mediciones de campo en la misma muestra de agua que entregará al laboratorio para su análisis químico. Éstas siempre deberá efectuarlas en una sub-muestra separada, la cual se descartará una vez efectuada la medición.
- Poner especial cuidado en no tocar el interior de los frascos para las muestras o sus tapas.
- Guardar los recipientes que se van a utilizar para la recolección de las muestras en un ambiente limpio, libre de polvo, suciedad, gases y basura (la limpieza de los vehículos es un factor importante para evitar problemas de contaminación).



 UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b>	
		<b>38/41</b>	<b>Versión:01</b>

- Nunca exponer las muestras al sol, guardarlas en un lugar fresco (heladeras y conservadoras), y trasladarlas sin demoras al laboratorio (en lo posible 6 horas luego del muestreo).
- Asegurarse de la correcta identificación de las muestras antes de remitirlas al Laboratorio.

***El laboratorio no se responsabiliza de las posibles pérdidas, mala manipulación, ruptura o retrasos en la entrega de la muestra, por tanto el encargado del muestreo o usuario será responsable de que las muestras se encuentren en condiciones óptimas entre la toma de la misma y la llegada al laboratorio.***


## **2.16. NORMAS DE SEGURIDAD EN EL PROCESO DEL MUESTREO**

En el momento del muestreo se requieren de ciertas normas de seguridad para las personas que recojan o manejen las muestras, estas son:

- No deben trabajar solas
- Tomar todas las precauciones de seguridad para la prevención de daños físicos y enfermedades, las cuales podrían resultar de ingestión o agentes infecciosos, inhalación o absorción de sustancia corrosivas o tóxicas, a través del contacto con la piel.
- El contacto con los sedimentos debe ser minimizado de la siguiente forma:





 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392"><b>39/41</b></td><td data-bbox="1236 315 1433 392"><b>Versión:01</b></td></tr></table>	<b>39/41</b>	<b>Versión:01</b>
<b>39/41</b>	<b>Versión:01</b>			

Uso de guantes, Uso de mandiles, Uso de lentes de seguridad, Uso de mascarillas y botas


Así mismo se tiene que poseer un plan de emergencia y contactos de emergencia en caso de que suceda algún tipo de accidente durante todo el proceso de toma y manejo de la muestra.

Otro punto muy importante que se debe tener en cuenta es que, el equipo que realice la actividad de la toma de muestras debe necesariamente saber nadar y trepar las orillas de las lagunas. De la misma manera todos deben contar con un conocimiento de los protocolos, las posibles amenazas, el uso de los equipos y los procedimientos de seguridad.

Se recomienda seguir un protocolo con los siguientes puntos de control para minimizar los riesgos durante el proceso del muestreo:

- Seleccionar sitios que sean de fácil acceso y al mismo tiempo seguros, con el trabajo previo de inspección del terreno luego de que se hayan seleccionado los puntos sobre un mapa para verificar el acceso razonable y libre de peligros de cualquier tipo.
- Usar ropa apropiada para el clima y el lugar del muestreo, como: calzado apropiado que no resbalen en las rocas, ropa caliente para el frío, usar protección solar para evitar lesiones en la piel, y siempre ir precavidos con ropa extra por si se presenta un accidente.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1125 315 1236 392">40/41</td><td data-bbox="1236 315 1433 392">Versión:01</td></tr></table>	40/41	Versión:01
40/41	Versión:01			

- Llevar un kit de primeros auxilios, con todo lo necesario para posibles lesiones leves en caso de una emergencia. Se recomienda también que alguna persona del grupo este entrenado en primeros auxilios.


Se puede también tener presente que al momento de muestrear, las actividades que se realicen no ocasionen daños al lugar ni contaminación por parte de los muestreadores, y al mismo tiempo que ningún integrante del grupo que vaya se separe a ejecutar actividades a una distancia tal del resto, que no se lo pueda tener a la vista o escuchar con facilidad. (Ana Luisa Arce Velázquez n.d.)

## 2.17. CRITERIOS PARA LA NO ACEPTACIÓN DE MUESTRAS

Las muestras no serán aceptadas para efectuar los ensayos en las siguientes situaciones:

- Cuando no se haya conservado la integridad de las muestras hasta su llegada al laboratorio, el envase se encuentre roto, abierto, agujereado o la muestra presente evidentes signos de deterioro o la cantidad de muestra no sea la adecuada (menos del 90% de la capacidad del frasco o 100%)
- Cuando se verifique una temperatura inapropiada durante el transporte, o la temperatura en el momento de la recepción no sea adecuada.
- Falta de información o incongruencias de datos en la cadena de custodia.
- No se procederá el análisis de muestras cuyas solicitudes de ensayo no indiquen toda la información requerida.



 <p>UNIVERSIDAD DE CUENCA desde 1867</p>	<b>MANUAL PARA LA TOMA, MANEJO Y RECEPCIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES.</b>	<b>DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS</b> <table border="1"><tr><td data-bbox="1123 322 1240 394">41/41</td><td data-bbox="1240 322 1447 394">Versión:01</td></tr></table>	41/41	Versión:01
41/41	Versión:01			

- Muestras que se encuentren fuera de su periodo de vigencia o próximos a su fecha de expiración (la fecha de expiración deberá proporcionar un margen de tiempo adecuado para la realización de los ensayos). (Ramirez 2003).



# CAPITULO III



### **3. PROCEDIMIENTOS DE ANÁLISIS QUE SE LLEVAN A CABO DENTRO DEL LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS Y CIENCIAS AMBIENTALES DE LA UNIVERSIDAD DE CUENCA**

#### **3.1. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA AMONIACO**

##### **3.1.1 Nombre**

Determinación de AMONIACO

##### **3.1.2. Propósito u objetivo**

Determinar la concentración de Amoniacó presente en muestras de agua.

##### **3.1.3. Alcance**

Los límites de detección (MDL) de este método son de 0.003 mg/L en amoniacó con un rango de aplicabilidad de 0.01-25 mg/L de amoniacó.

##### **3.1.4. Desarrollo**

#### **INSTRUMENTOS Y EQUIPOS**

Flow Analyzer



## REACTIVOS

**TABLA 18. REACTIVOS USADOS PARA EL ANÁLISIS DE AMONIACO**

ALMACENAJE	
<b>REACTIVOS</b>	Agua Desgasificada
	Reactivos Destilados
	Solución de NaOH 1N
	Buffer de Borato (1L)
	Solución de H2SO4 0.1 N (1L)
	Reactivo de Análisis Colorimétrico
	Start up solución (1L)
	Reactivo stock 5% EDTA (1L)
	Reactivo complejo de Trabajo (250ml)
	Buffer alternativo de citrato (1L)
Solución stock de NaOH 10 N (1L)	Guardar en un contenedor de polietileno a temperatura ambiente. Guardado adecuadamente es estable de 4 a 6 meses
Fenol Alcalino (1L) NOTA: La solución debe tener un ligero color. Descarte si tiene un fuerte color ámbar	Guardar en polietileno ámbar a 4 C. Guardado correctamente es estable de 4 a 6 meses
Solución de trabajo de hipoclorito de sodio (200ml)	Preparar esta solución cada día
Solución de nitroferricianato (1L)	Guardar en polietileno ámbar a 4 C. Guardado correctamente es estable de 4 a 6 meses

Fuente: Ammonia Nitrogen, USEPA by Segmented Flow Analysis (SFA)

Elaborado por: Jhoanna Lituma

**TABLA 19. ELABORACIÓN DE SOLUCIÓN PATRÓN PARA AMONIACO**

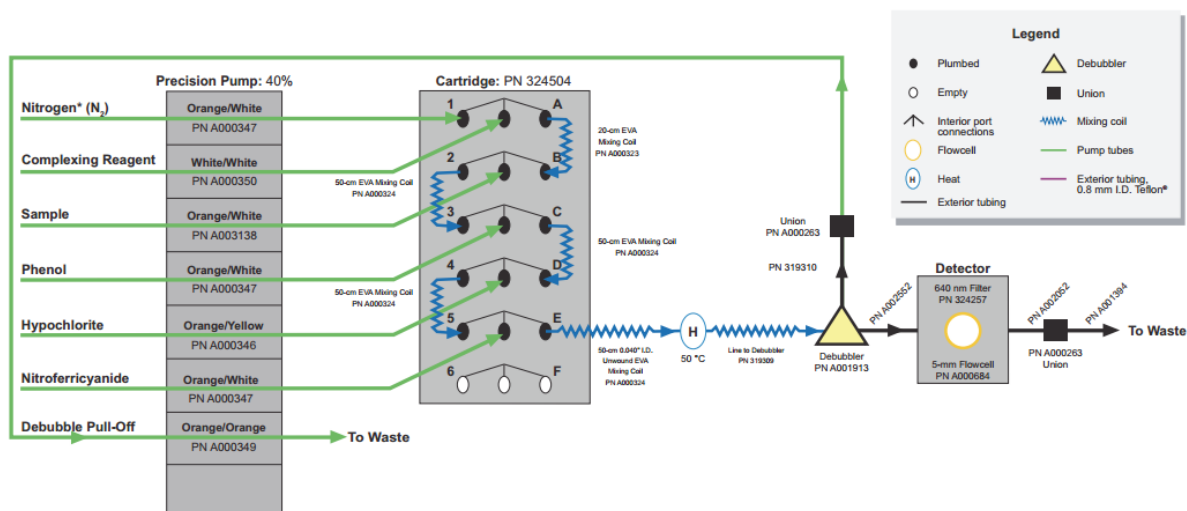
AMONIACO		
REACTIVO	PROCEDIMIENTO	ALMACENAJE
<b>Calibrante Stock 1000 mg/l Nitrógeno amoniacal (1L)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Disolver 4.717 g de sulfato de amonio (secado a 100 grados centígrados) en aproximadamente 800 ml de agua des gasificada en un balón de aforo de 1 L</li> <li>Disolver a 1000 ml con agua des gasificada y mezcle bien</li> <li>Preservar la solución con 100 µL de cloroformo</li> </ul>	NOTA: Guardar en una botella ámbar a 4 grados centígrados. Si es guardada apropiadamente esta solución es estable de 4 a 6 semanas.
<b>Calibrante intermedio (100 mg/L de nitrógeno amoniacal (100 ml))</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Usar una pipeta volumétrica para adicionar 10 ml de calibrante stock a aproximadamente 80 mL de agua des gasificada en un balón de aforo de 100 ml</li> <li>Diluir a 100 ml con agua des gasificada y mezclar bien</li> </ul>	NOTA: Preparar esta solución cada día.
<b>Soluciones calibradoras de trabajo</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Adicionar los volúmenes designado de solución intermedia stock calibrante al número de balones de aforo de 100 ml requeridos, conteniendo cada uno aproximadamente 40 ml de agua des gasificada.</li> <li>Diluir cada solución hasta la marca con agua des gasificada y mezcle</li> </ul>	NOTA: Preparar soluciones de calibrado el día que van a ser usadas. Preparar las soluciones de calibración dentro del rango del análisis usando la siguiente tabla

Final Concentration (mg/L)	Calibrant Volume (µL)	Calibrant Concen. (mg/L)	Final Volume (mL)
0.01	10	100	100
0.05	50	100	100
0.10	100	100	100
0.50	500	100	100
1.0	1,000	100	100
5.0	500	1,000	100
10	1,000	1,000	100
25	2,500	100	100

Fuente: Ammonia Nitrogen, USEPA by Segmented Flow Analysis (SFA)

Elaborado por: Jhoanna Lituma

## PROCEDIMIENTO



**FIGURA 12. CIRCUITO DE ANÁLISIS PARA AMONIACO**

Fuente: Flow Solution FS 3100, Automated Chemistry Analyzer

- Preparar los reactivos necesarios y realizar la dilución de los estándares para la curva de calibración.
- Armar el circuito como se muestra en la figura
- Prender la computadora
- Prender el autosampler
- Prender la bomba peristáltica
- Prender el modulo auxiliar
- Prender el modulo principal
- Abrir el software WinFlow
- Colocar las muestras
- Colocar los reactivos en las líneas correspondientes
- Programar la corrida de muestras en el software
- Correr el análisis
- Realizar el análisis estadístico de los resultados y validarlos





### 3.1.5. Precauciones

- El análisis del amoniaco es extremadamente sensible a la contaminación con gases de amonio. Guardar los reactivos y estándares completamente sellados cuando no estén en uso, y no sustituir el aire por nitrógeno
- El pH de la línea que va a la celda debe de ser aproximadamente de 12. Chequear con papel sensible a pH.

## 3.2. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA NITRATOS, NITRITOS

### 3.2.1. Nombre

Determinación de NITRATOS, NITRITOS

### 3.2.2. Propósito u objetivo

Determinar la concentración de Nitratos, Nitritos presentes en muestras de agua

### 3.2.3. Alcance

Los límites de detección (MDL) de este método es de 0.0005 mg/L en nitrito más nitrato con un rango de aplicabilidad de 0.0005-10.0 mg/L de nitrato más nitrito nitrógeno

### 3.2.4. Desarrollo

## INSTRUMENTOS Y EQUIPOS

Flow Analyzer

## REACTIVOS

**TABLA 20. REACTIVOS USADOS PARA EL ANÁLISIS DE NITRATOS, NITRITOS**

Almacenaje		
<b>REACTIVOS</b>	Agua Desgasificada	
	Solución Buffer Stock de Cloruro de Amonio/EDTA, pH 8.5 (1L)	
	Buffer alternativo, solución de Imidazole, pH 7.5 (1L)	
	Reactivo de color (500 ml)	NOTA: Guárdela en frascos ámbar y en un lugar oscuro cuando no la use. Si se guarda adecuadamente, el reactivo de color es estable por 2 o 3 meses.
	Reactivos para la activación del Reactor Tubular de Cadmio (OTCR)	Solución stock buffer de imidazole, pH 7.5 (1L)  Solución de sulfato de cobre (1L)  HCl 0.5 N (250ml)

Fuente: Ammonia Nitrogen, USEPA by Segmented Flow Analysis (SFA)

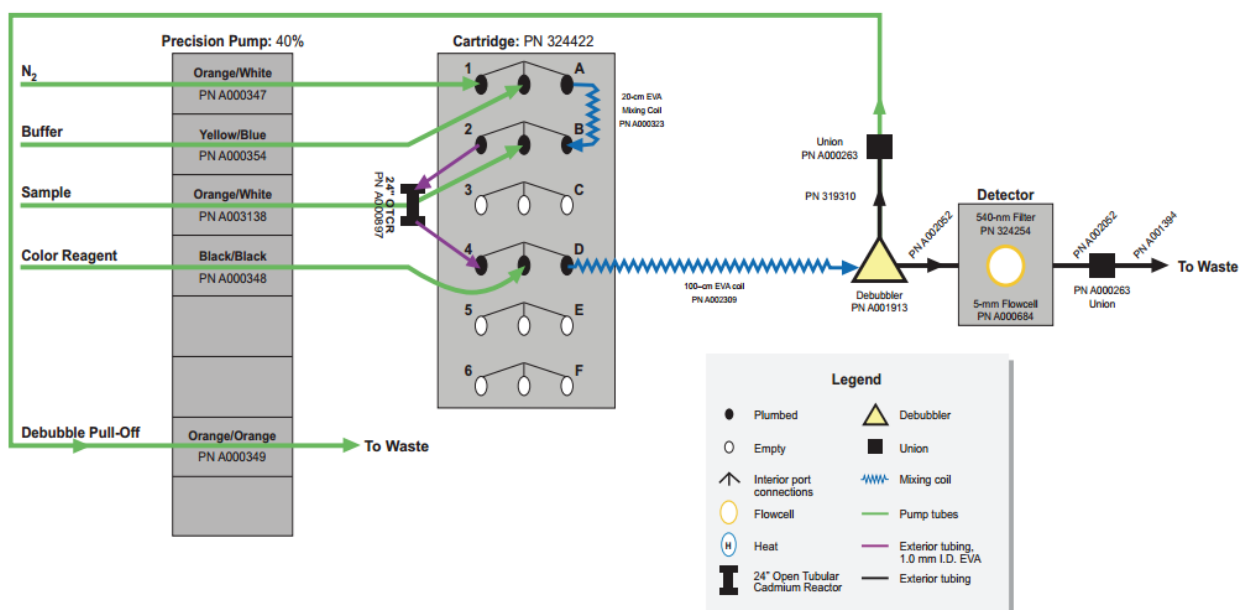
Elaborado por: Jhoanna Lituma

**TABLA 21. ELABORACIÓN DE SOLUCIÓN PATRÓN PARA NITRATOS, NITRITOS**

NITRITOS Y NITRATOS																																						
REACTIVO	PROCEDIMIENTO	ALMACENAJE																																				
<b>Preparación del calibrante</b>	<p>Disolver nitrato de potasio y nitrito de sodio secado a 110 grados centígrados en agua des gasificada a 800 ml para aforar a 1l.</p> <p>Solución Stock de nitrato nitrógeno, (1000 mg/L) (1L)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Disolver 7,218 g de Nitrato de potasio (KNO<sub>3</sub>), secados a 110 grados centígrados en aproximadamente 800 ml de agua des gasificada en un balón de aforo de 1L</li> <li>Diluir esta solución con agua des gasificada 1000 ml y presérvela adicionando 2 ml de cloroformo (por litro)</li> </ul> <p>Solución Stock de nitrito nitrógeno, (1000 mg/L) (1L)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Disolver 6,076 g de Nitrito de potasio (NO<sub>2</sub>K) secados a 110 grados centígrados, en aproximadamente 800 ml de agua des gasificada en un balón de aforo de 1L</li> <li>Diluir esta solución con agua des gasificada a 1 L y presérvela adicionando 2 ml de cloroformo (por litro)</li> </ul>	<p>NOTA: Guardar a 4 grados centígrados. Si se guarda adecuadamente, esta solución es estable de 4-6 semanas.</p>																																				
<b>Solución de calibración Intermedia nitrato nitrógeno o nitrito nitrógeno 100 mg/L (100mL)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Usar una pipeta volumétrica para adicionar 10 mL de Solución stock nitrato nitrógeno o nitrito nitrógeno a aproximadamente 80 ml de agua des gasificada en un balón de aforo de 100 mL</li> <li>Diluir a 100 ml con agua des gasificada y mezcle bien</li> </ul>	<p>NOTA: Preparar la solución de calibración intermedia el día que va a usarla.</p>																																				
<b>Soluciones calibradoras de trabajo</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Adicionar los volúmenes designados de solución intermedia stock calibrante al número de balones de aforo de 100 ml requeridos, conteniendo cada uno aproximadamente 40 ml de agua des gasificada.</li> <li>Diluir cada solución hasta la marca con agua des gasificada y mezcle bien</li> </ul>	<p>NOTA: Preparar soluciones de calibrado el día que van a ser usadas. Preparar las soluciones de calibración dentro del rango del análisis usando la siguiente tabla</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Final Concentration (mg/L)</th> <th>Calibrant Volume (µL)</th> <th>Calibrant Concentr. (mg/L)</th> <th>Final Volume (mL)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.005</td> <td>5</td> <td>100</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>0.010</td> <td>10</td> <td>100</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>0.050</td> <td>50</td> <td>100</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>0.100</td> <td>100</td> <td>100</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>0.500</td> <td>500</td> <td>100</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>1.00</td> <td>1,000</td> <td>100</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>5.00</td> <td>500</td> <td>1,000</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>10.0</td> <td>1,000</td> <td>1,000</td> <td>100</td> </tr> </tbody> </table>	Final Concentration (mg/L)	Calibrant Volume (µL)	Calibrant Concentr. (mg/L)	Final Volume (mL)	0.005	5	100	100	0.010	10	100	100	0.050	50	100	100	0.100	100	100	100	0.500	500	100	100	1.00	1,000	100	100	5.00	500	1,000	100	10.0	1,000	1,000	100
Final Concentration (mg/L)	Calibrant Volume (µL)	Calibrant Concentr. (mg/L)	Final Volume (mL)																																			
0.005	5	100	100																																			
0.010	10	100	100																																			
0.050	50	100	100																																			
0.100	100	100	100																																			
0.500	500	100	100																																			
1.00	1,000	100	100																																			
5.00	500	1,000	100																																			
10.0	1,000	1,000	100																																			

Fuente: Nitrate plus Nitrite Nitrogen and Nitrite Nitrogen, USEPA by Segmented Flow Analysis  
Elaborado por: Jhoanna Lituma

## PROCEDIMIENTO



**FIGURA 13. CIRCUITO DE ANÁLISIS PARA NITRATOS, NITRITOS**

Fuente: Flow Solution FS 3100, Automated Chemistry Analyzer

- Preparar los reactivos necesarios y realizar la dilución de los estándares para la curva de calibración.
- Armar el circuito como se muestra en la figura
- Prender la computadora
- Prender el autosampler
- Prender la bomba peristáltica
- Prender el modulo auxiliar
- Prender el modulo principal
- Abrir el software WinFlow
- Colocar las muestras
- Colocar los reactivos en las líneas correspondientes
- Programar la corrida de muestras en el software
- Correr el análisis
- Realizar el análisis estadístico de los resultados y validarlos

### 3.3. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA ORTO FOSFATOS

#### 3.3.1. Nombre

Determinación de ORTO FOSFATOS

#### 3.3.2. Propósito u objetivo

Determinar la concentración de Orto fosfatos presentes en muestras de agua

#### 3.3.3. Alcance

Los límites de detección (MDL) de este método es de 0.001 mg/L como fósforo con un rango de aplicabilidad de 0.01-2.0 mg/L de fósforo

#### 3.3.4. Desarrollo

### INSTRUMENTOS Y EQUIPOS

Flow Analyzer

### REACTIVOS

**TABLA 22. REACTIVOS USADOS PARA EL ANÁLISIS DE ORTO FOSFATOS**

Almacenaje		
<b>REACTIVOS</b>	Agua Des gasificada	
	Solución Buffer Stock de ácido sulfúrico 5N (1L)	
	Solución Stock de tartrato de antimonio y potasio, (1L).	NOTA: Guardar en frascos ámbar a 4 grados centígrados. Este reactivo es estable de 4 a 6 semanas guardado adecuadamente.
	Solución Stock de molibdato de amonio (1 L)	NOTA: Guardar en frascos ámbar a 4 grados centígrados. Este reactivo es estable de 4 a 6 semanas guardado adecuadamente
	Solución Stock de ácido ascórbico, (1 L)	NOTA: Guardar en frascos ámbar a 4 grados centígrados. Este reactivo es estable 1 semana guardado adecuadamente
	Reactivo de color (200 ml)	NOTA: Prepare la solución cada día
	Ácido Clorhídrico 0.1 N (500 mL)	

Fuente: Orthophosphate, USEPA by Segmented Flow Analysis (SFA)

Elaborado por: Jhoanna Lituma

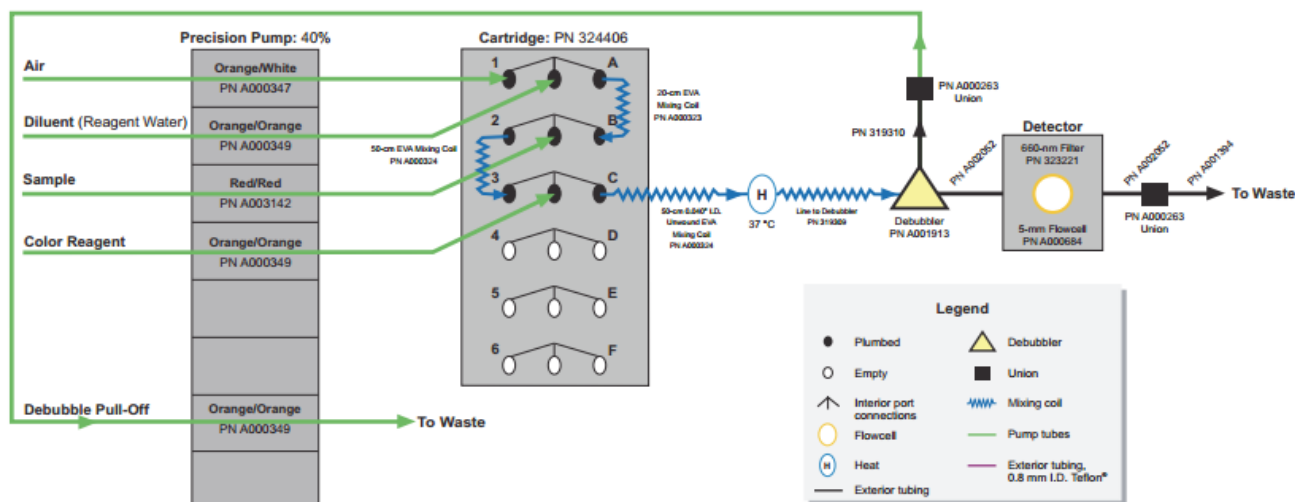
**TABLA 23. ELABORACIÓN DE SOLUCIÓN PATRÓN PARA ORTO FOSFATOS**

ORTO FOSFATOS																																						
REACTIVO	PROCEDIMIENTO	ALMACENAJE																																				
<b>Preparación de las soluciones calibrante</b>	<p>Solución Stock de fosforo, (1000 mg/L) (1L)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Disolver 4.393 g de fosfato monobásico de potasio secado a 100 grados centígrados por dos horas, en aproximadamente 800 ml de agua des gasificada en un balón de aforo de 1L</li> <li>Diluir esta solución con agua des gasificada a 1000 ml y mezcle</li> </ul>	<p>NOTA: Guardar a 4 grados centígrados. Si se guarda adecuadamente, esta solución es estable de 4-6 semanas.</p>																																				
<b>Calibrante intermedio (100 mg/L de nitrógeno amoniacal (100 ml))</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Usar una pipeta volumétrica para adicionar 10 ml de calibrante stock a aproximadamente 80 mL de agua des gasificada en un balón de aforo de 100 ml</li> <li>Diluir a 100 ml con agua des gasificada y mezcle bien</li> </ul>	<p>NOTA: Preparar estas soluciones cada día.</p>																																				
<b>Soluciones calibradoras de trabajo</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Adicionar los volúmenes designado de solución intermedia stock calibrante número de balones de aforo de 100 ml requeridos, conteniendo cada uno aproximadamente 40 ml de agua des gasificada.</li> <li>Diluir cada solución hasta la marca con agua des gasificada y mezcle bien</li> </ul>	<p>NOTA: Preparar soluciones de calibrado el día que van a ser usadas. Preparar las soluciones de calibración dentro del rango del análisis usando la siguiente tabla</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Final Concentration (mg/L)</th> <th>Inter. or Stock Cal. Volume (µL)</th> <th>Inter. or Stock Cal. Conc. (mg/L)</th> <th>Final Volume (mL)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>0.01</td><td>10</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>0.025</td><td>25</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>0.05</td><td>50</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>0.10</td><td>100</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>0.25</td><td>250</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>0.50</td><td>500</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>1.0</td><td>1,000</td><td>100</td><td>100</td></tr> <tr><td>2.0</td><td>2,000</td><td>100</td><td>100</td></tr> </tbody> </table>	Final Concentration (mg/L)	Inter. or Stock Cal. Volume (µL)	Inter. or Stock Cal. Conc. (mg/L)	Final Volume (mL)	0.01	10	100	100	0.025	25	100	100	0.05	50	100	100	0.10	100	100	100	0.25	250	100	100	0.50	500	100	100	1.0	1,000	100	100	2.0	2,000	100	100
Final Concentration (mg/L)	Inter. or Stock Cal. Volume (µL)	Inter. or Stock Cal. Conc. (mg/L)	Final Volume (mL)																																			
0.01	10	100	100																																			
0.025	25	100	100																																			
0.05	50	100	100																																			
0.10	100	100	100																																			
0.25	250	100	100																																			
0.50	500	100	100																																			
1.0	1,000	100	100																																			
2.0	2,000	100	100																																			

Fuente: Orthophosphate, USEPA by Segmented Flow Analysis (SFA)

Elaborado por: Jhoanna Lituma

## PROCEDIMIENTO



**FIGURA 14. CIRCUITO DE ANÁLISIS PARA ORTO FOSFATOS**

Fuente: Flow Solution FS 3100, Automated Chemistry Analyzer

- Preparar los reactivos necesarios y realizar la dilución de los estándares para la curva de calibración.
- Armar el circuito como se muestra en la figura
- Prender la computadora
- Prender el autosampler
- Prender la bomba peristáltica
- Prender el modulo auxiliar
- Prender el modulo principal
- Abrir el software WinFlow
- Colocar las muestras
- Colocar los reactivos en las líneas correspondientes
- Programar la corrida de muestras en el software
- Correr el análisis
- Realizar el análisis estadístico de los resultados y validarlos



### 3.3.5. Precauciones

- La solución stock de ácido ascórbico debe ser un líquido claro, de incoloro a ligeramente ámbar. Un color muy oscuro indica baja calidad de reactivos o reactivos expirados. En ambos casos rehaga la solución o cambie el ácido ascórbico.

## 3.4. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS PARA CARBONO Y NITRÓGENO

### 3.4.1. Nombre

Determinación de TOC, TC, TIC, y TNb.

### 3.4.2. Propósito u objetivo

Determinar la concentración de TOC, TC, TIC, y TNb presentes en muestras de agua

### 3.4.3. Alcance

**TABLA 24** ALCANCE DE ANÁLISIS PARA EL EQUIPO TOC (VARIO)

<b>C</b>	6 µg/l (ppb)	(3 µg/l (ppb) para la versión traza)
<b>N</b>	0,02 mg/l (ppm) (NDIR)	

Fuente: TOC (vario)  
Elaborado por: Jhoanna Lituma





### 3.4.4 Desarrollo

#### INSTRUMENTOS Y EQUIPOS

TOC (vario)

#### REACTIVOS

Ácido Fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) al 1%

#### PROCEDIMIENTO

- Preparar la solución estándar y colocarla en el número de tubos que necesitemos para la curva de calibración, normalmente entre 6 y 10 tubos.
- Abrir la válvula del aire/O<sub>2</sub>
- Encender el equipo y el PC, verificar que el PC este detectando al equipo mediante el software
- Colocar las muestras en los tubos de análisis de 40 ml, en donde las 10 primeras posiciones más o menos se usan para estándares y las 30 restantes para las muestras que se van a analizar.
- Adicionar el H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> al 1% en la columna del interior del equipo en caso que se quiera analizar carbono inorgánico, en caso contrario no es necesario.
- Realizar la programación de las muestras, escogiendo la curva de calibración y los parámetros que se quiera que el equipo determine.
- A través del software controlar el manejo del proceso de análisis de las muestras, donde se puede determinar todos los parámetros del proceso.

**Carbono Inorgánico Total-** Necesita acidificación de la muestra con ácido fosfórico seguida de burbujeo con aire sintético.

- Se usa este proceso para remover el carbono inorgánico que viene de la atmosfera en forma de CO<sub>2</sub>.
- Este carbono disuelto se puede remover con aire sintético.
- En caso de muestras pre acidificadas, no se adiciona otra vez.

**TC/TIC** se hace dos inyecciones en la primera mide TIC en la segunda TC se conoce como carbono total. Este método toma más tiempo. Con la formula

$$TC - TIC = TOC$$



## PRECAUCIONES

Verificar que la concentración del ácido fosfórico sea al 1%, caso contrario éste puede contaminar la muestra y obtener resultados erróneos.

## 3.5. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS DE ELEMENTOS INORGÁNICOS IONIZABLES (METALES)

### 3.5.1. Nombre

Análisis de elementos inorgánicos ionizables

### 3.5.2. Propósito u objetivo

Determinar la concentraciones en trazas de elementos inorgánicos ionizables (metales) en muestras líquidas.

### 3.5.3. Alcance

#### Límites de detección.

Basado en tres veces la desviación estándar del blanco usando un tiempo de integración de 3 segundos y salto de pico de un punto por masa:

- ${}^9\text{Be} < 1 \text{ ppt (ng/L)}$
- ${}^{59}\text{Co} < 1 \text{ ppt (ng/L)}$
- ${}^{115}\text{In} < 0.5 \text{ ppt (ng/L)}$
- ${}^{238}\text{U} < 0.5 \text{ ppt (ng/L)}$

### 3.5.4. Desarrollo

## INSTRUMENTOS Y EQUIPOS

ICP-MS NEXION 350

## REACTIVOS

- Ácido Nítrico
- Argón
- Helio



## PROCEDIMIENTO

- Prender el equipo
- Prender el RFG
- Abrir los gases, argón y helio
- Prender la bomba de los extractores
- Prender computadora
- Abrir software singistix
- Abrir software de automuestreador
- Prender la bomba de vacío, desde el software syngistics
- Prender el enfriador, primero el swich de atrás y luego el de adelante
- Prender el automuestreador
- Poner inicializate en el software del automuestreador
- Esperar a un vacío entre  $10^{-7}$  o  $10^{-8}$  para prender el plasma.
- Colocar los estándares previamente diluidos en las proporciones necesarias para la curva de calibración que necesitemos
- Colocar las muestras en las gradillas
- Programar el análisis en el software y cuando se alcance el vacío necesario correr el programa.
- Luego de obtenidos los resultados, realizar el análisis estadístico y la validación de los datos.

### 3.5.5. Precauciones

Verificar que exista suficiente argón para el análisis de todas las muestras

En caso de falta de electricidad, la batería del UCP tiene una duración de media hora, en la cual se deberá guardar los datos que se hayan obtenido y apagar correctamente el equipo

Mientras el equipo esté funcionando, se debe tener encendido el aire acondicionado



# CAPITULO IV



## 4.1. CONCLUSIONES

Los procesos de toma, manejo y recepción de las muestras de agua que llegan al laboratorio para los análisis físico-químicos, son unas de las principales acciones que se implantan en los proyectos de investigación para determinar los diferentes grados de contaminación que contiene un agua, la escases de algo vital para el desarrollo de un ecosistema o el control de un proceso correcto de potabilización del agua para consumo humano.

Es por ello que las muestras que llegan al laboratorio para ser analizadas, deben ser conservadas desde el momento de su toma hasta su recepción, para que su composición e identidad permanezcan inalteradas hasta el momento de su análisis, de tal manera que los resultados de los mismos representen la composición en su totalidad del lugar que fueron tomadas, y sean precisos y correctos.

La metodología empleada para la identificación de parámetros que afectan la toma, manejo y recepción de las muestras de agua previas a ser analizadas, pudiendo contaminarlas y así perder su composición original resultó satisfactoria ya que proporcionó a este proyecto la información necesaria para una visualización clara y concisa del estado actual del proceso de toma, manejo y recepción de muestras. Mediante este análisis se pudo plantear y definir los correctos procedimientos para la conservación de las muestras

Las metodologías seleccionadas que se deben llevar a cabo para la toma, manejo y recepción de las muestras de agua de manera correcta, permitieron una estandarización de los procesos que evita al máximo la contaminación de las muestras hasta sus análisis basándose en las normas INEN, EPA Y ASTM, teniendo un control total del manejo de las mismas desde su toma hasta su recepción logrando así que el laboratorio pueda brindar resultados confiables y correctos de los análisis ofrecidos por el mismo.



## 4.2. RECOMENDACIONES

### 4.2.1. Recomendaciones para la toma de muestras

Los lugares seleccionados para el muestreo tienen que basarse en su fácil accesibilidad, o adaptaciones que permitan llegar de manera segura y rápida, para que la muestra pueda ser enviada en el menor tiempo posible al laboratorio y así empezar con su análisis.

Los frascos utilizados en el muestreo para análisis de TOC, Tnb, y Metales no deben ser homogenizados, antes de tomar la muestra ya que perderán la capa protectora de ácido con la cual fueron previamente revestidos durante su lavado, y permite conservar la muestra de manera adecuada.

El procedimiento correcto de la toma de la muestra, garantiza que la misma represente a la composición de todo el lugar de donde se muestreo, es por ello que es una de las partes más importantes de un análisis de agua, y su proceso aunque no sea complicado no debe ser subestimado.

Durante el proceso de muestreo se debe tomar todas las medidas de seguridad adecuada para evitar accidentes del personal encargado del muestreo.

### 4.2.2. Recomendaciones para el manejo de las muestras

Una vez tomadas las muestras de su fuente, deben ser inmediatamente conservadas según las especificaciones mencionadas en el presente proyecto, en base al análisis que se van a realizar en las mismas.

De los parámetros seleccionados para el manejo de la muestra hasta su recepción, no se debe pasar por alto ninguno de ellos ya que son básicos y necesarios al momento de evitar una confusión entre muestras con su correcta identificación y una contaminación de la misma al momento de empacarlas y transportarlas hacia el laboratorio



#### 4.2.3. Recomendaciones para la recepción de muestras

Colocar siempre las muestras en refrigeración a la temperatura que se necesita para su conservación adecuada, mencionada en el Capítulo II.

Revisar siempre que la hoja de la cadena de custodia sea verídica, bajo la revisión de que las muestras cumplan con los parámetros requeridos de conservación y manejo, ahí mencionados.

#### 4.2.4. Recomendaciones para los procesos de análisis

Tener presente siempre el momento antes de empezar a utilizar los equipos, las precauciones mencionadas en cada uno de los procesos, evitando así más que nada un posible daño de los mismos, o de llevar a cabo un proceso de análisis inequívoco que nos dará como resultado datos erróneos que no satisfacen las necesidades requeridas.

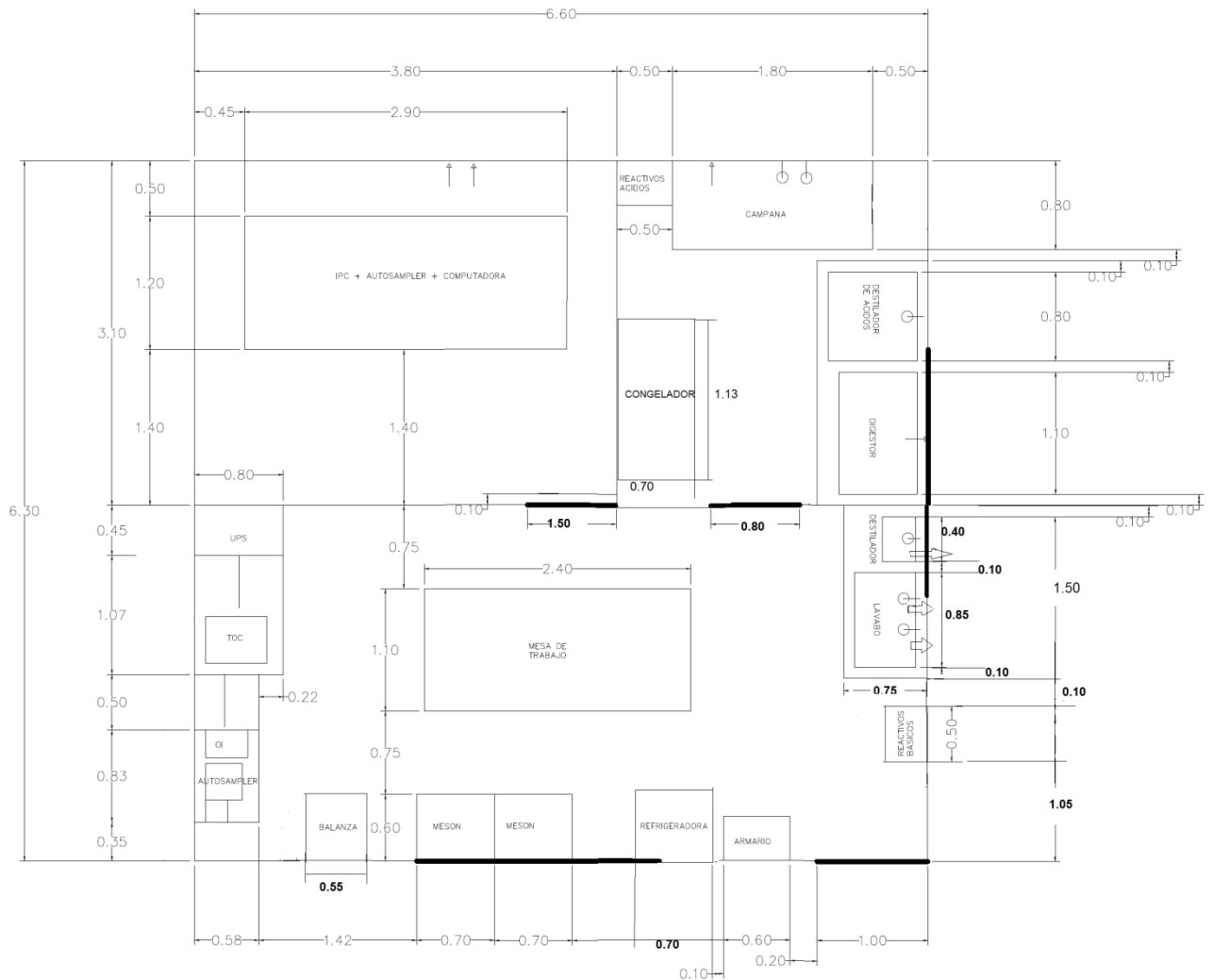
Las preparaciones de los estándares siempre se deben realizar con la precisión más exacta posible.



# ANEXOS



## ANEXO 1: PLANO Y FOTOGRAFÍAS DEL LABORATORIO

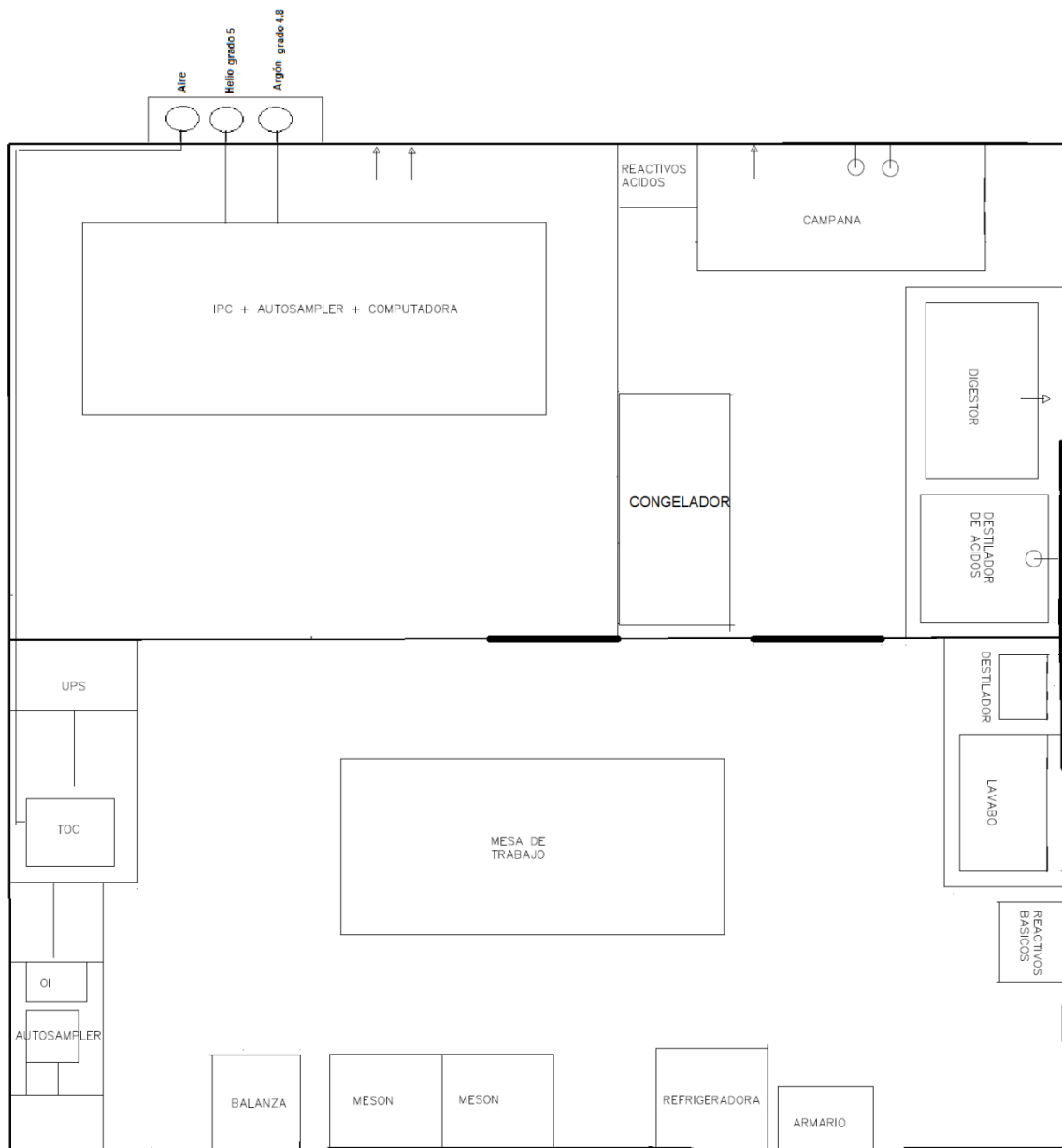


**Figura 15. Plano de la ubicación del laboratorio**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS

Elaborado por: Ing. Enmita Mora

### Diagrama de líneas de gases



**Figura 16. Ubicación de los gases para el funcionamiento de los equipos**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS

Elaborado por: Ing. Enmita Mora



**Figura 17. Material de vidrio del laboratorio**

**FUENTE:** Laboratorio de calidad de agua perteneciente al departamento de recursos HÍDRICOS - Material de vidrio

Elaborado por: Johanna Lituma



**Figura 18. Destilador de agua (Tipo II y Tipo I)**

**FUENTE:** LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS - DESTILADOR DE AGUA

Elaborado por: Johanna Lituma



**Figura 19. Destilador de ácidos**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS - DESTILADOR DE ÁCIDOS

Elaborado por: Johanna Lituma



**Figura 20. Digestor de muestras sólidas**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS - DIGESTOR

Elaborado por: Johanna Lituma



**Figura 21. Equipo ICP-MS para análisis de metales**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS – EQUIPO ICP MS NEXION 300

Elaborado por: Johanna Lituma



**Figura 22. Equipo TOC para análisis de Carbono Orgánico Total**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS – EQUIPO TOC VARIO

Elaborado por: Johanna Lituma

















**Figura 23. Equipo Flow Analizar para análisis de Nitratos, Nitritos, Amoniaco, Ortofosfatos**

FUENTE: LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA PERTENECIENTE AL DEPARTAMENTO DE RECURSOS HÍDRICOS – EQUIPO FLOW ANALIZER

Elaborado por: Johanna Lituma

## ANEXO 2: FOTOS DE LOS SITIOS SELECCIONADOS PARA EL MUESTREO SEMANAL

1 QSW1 	2 QP1 	3 QL1 
4 QQ1 	5 QSW2 	6 QT1A 
9 QT1M 	12 QT1B 	15 QT2A 
18 QT2M 	21 QT2B 	24 QQ12 
25 QQ2 	26 QP2 	27 QSW3 



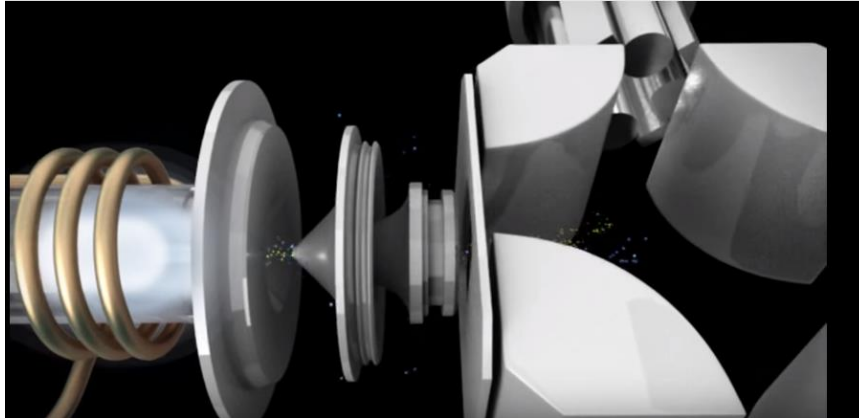
		
28 QQch	29 QSch	30 QQrc
		
31 QSrc	32 QQ3	33 QP3
		
34 Qsai	35 Qset	36 QQ4
		
40 QP5		

Fuente: Departamento de Recursos Hídricos y Ciencias Ambientales perteneciente a la Universidad de Cuenca.

Elaborado por: Johanna Lituma



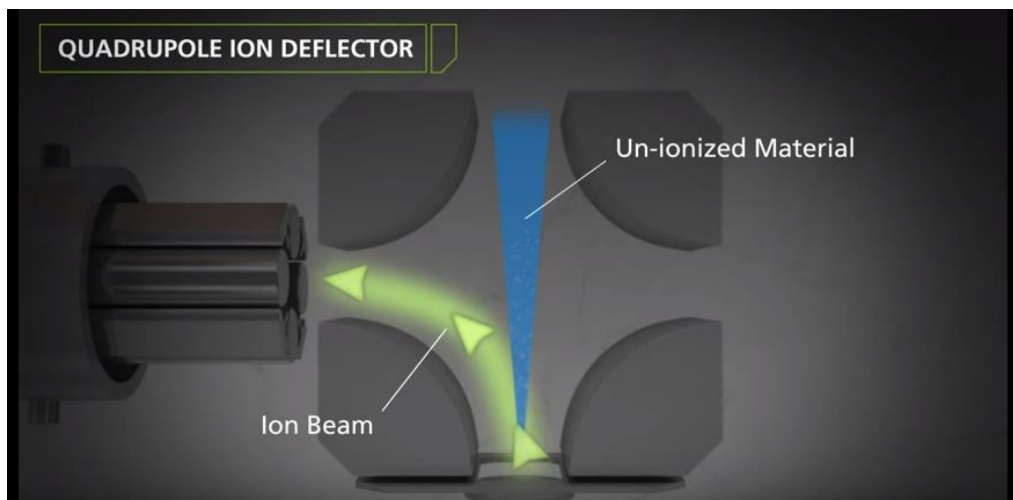
### ANEXO 3: MOMENTO EN QUE EL HAZ DE IONES PASA HACIA EL CUADRUPOLO ION DEFLECTOR A TRAVÉS DEL TRIPLE CONO INTERFAZ



FUENTE: NEXION 300 ICP-MS INSTRUMENTS ANIMATION  
<https://www.youtube.com/watch?v=L-FYh2z9mi0>

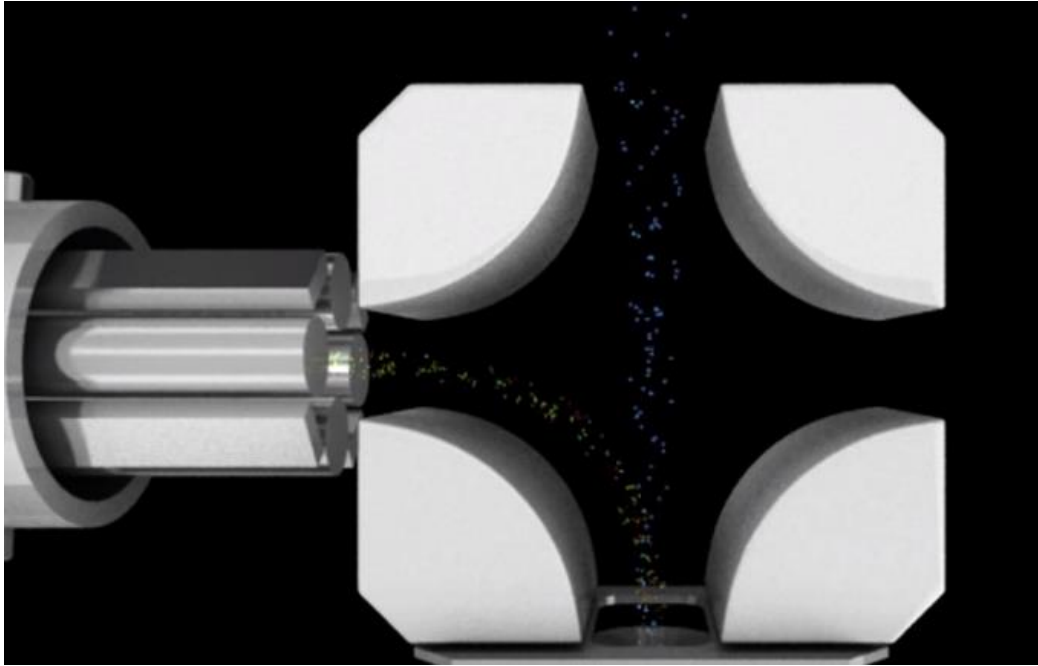
Elaborado por: Jhoanna Lituma

### ANEXO 4: DEMOSTRACIÓN GRAFICA DE LA FUNCIÓN DEL CUADRUPOLO ION DEFLECTOR



FUENTE: NEXION 300 ICP-MS INSTRUMENTS ANIMATION  
<https://www.youtube.com/watch?v=L-FYh2z9mi0>

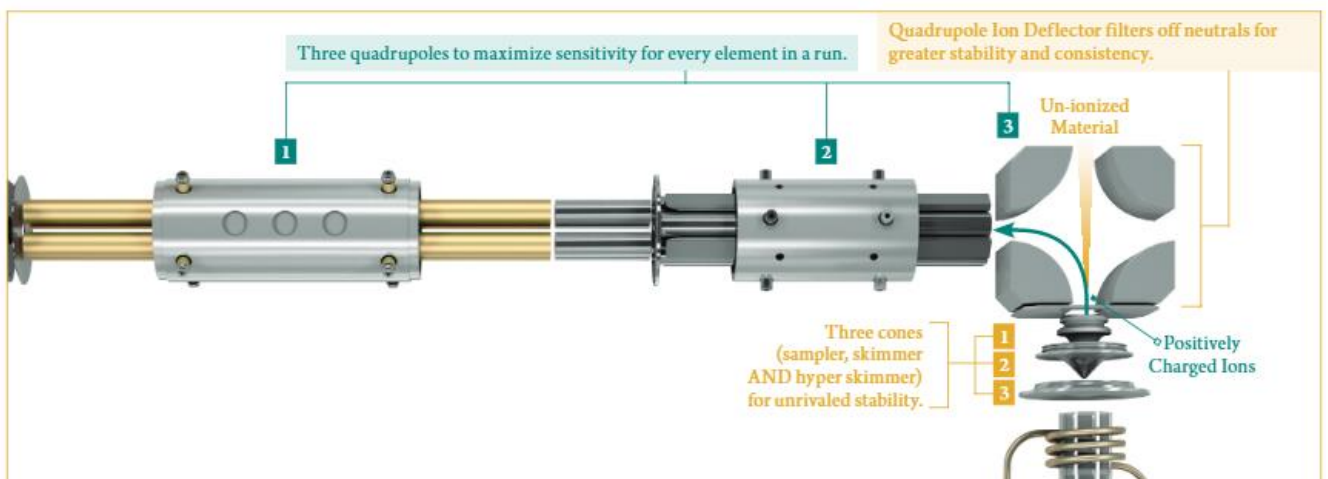
Elaborado por: Jhoanna Lituma



FUENTE: NEXION 300 ICP-MS INSTRUMENTS ANIMATION  
<https://www.youtube.com/watch?v=L-FYh2z9mi0>

Elaborado por: Johanna Lituma

### ANEXO 5: CELDA UNIVERSAL DEL EQUIPO ICPS-MS NEXION 350



FUENTE: ICP-MS NEXION 350, CUADRUPOLO ION DEFLECTOR  
Elaborado por: Johanna Lituma



## BIBLIOGRAFÍA

- Laboratorio de Química Ambiental Ideam. «Toma y Preservación de Muestras.» Julio de 1997. [http://www.drcalderonlabs.com/Metodos/Analisis\\_De\\_Aguas/Toma\\_De\\_Muestras.htm](http://www.drcalderonlabs.com/Metodos/Analisis_De_Aguas/Toma_De_Muestras.htm) (último acceso: septiembre de 2015).
- Aguamarket. *Cotice todos los Productos y Servicios para la Industria del Agua que necesita a lo largo de todo Latinoamérica.* 2015. <http://www.aguamarket.com/diccionario/terminos.asp?Id=3185&termino=Muestra+simple> (último acceso: agosto de 2015).
- Ana Luisa Arce Velázquez, César G. Calderón Mólgora, Ana Cecilia Tomasini Ortiz. «Serie Autodidáctica de la Medición de la Calidad de Agua.» *Fundamentos técnicos para el muestreo y análisis de aguas residuales.* s.f. [http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/Fundamentos\\_Tecnicos.pdf](http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/Fundamentos_Tecnicos.pdf) (último acceso: Agosto de 2015).
- Analytical, O-I-. Flow Solution FS 3100. Texas Patente 26010808. s.f.
- Antonio Rico, Rosa Elba Perez, Maria Jose Castellanos. *Química I, Agua y Oxígeno.* Mexico DF: Mexico, 2008.
- APHA. «Standard methods for the examination of water and waste water.» 1995. <http://arturobola.tripod.com/color.htm> (último acceso: noviembre de 2015).
- AWWA. *Standar Methods for the examination of water and waste water.* Washington D.C. Patente 21st Edition. 2005.
- . «Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.» 1999. [http://www.mwa.co.th/download/file\\_upload/SMWW\\_10900end.pdf](http://www.mwa.co.th/download/file_upload/SMWW_10900end.pdf) (último acceso: Octubre de 2015).
- CARLOS ALBERTO SEVERICHE, MARLON ENRIQUE CASTILLO, ROSA LEONOR ACEVEDO. *Manual de Métodos Analíticos para la Determinación de Parámetros FísicoQuímicos Básicos en Aguas.* Cartagena de Indias: Fundación Universitaria Andaluza Inca Garcilaso para eumed.net, 2013.
- Catalan Lafuente, J. *Química del Agua.* Madrid: Bellisco, 1990.
- Consumoteca. «Análisis químico.» 14 de septiembre de 2009. <http://www.consumoteca.com/alimentacion/seguridad-alimentaria/analisis-quimico/> (último acceso: septiembre de 2015).
- Cruz, Diana Santa. «Agua.» 2014. <https://quizlet.com/46518518/info> (último acceso: julio de 2015).
- DELGADO, JOSÉ LUIS SÁNCHEZ. *COMPORTAMIENTO DE LAS VARIABLES CLIMÁTICAS EN UNA GRADIENTE ALTITUDINAL DE LA VERTIENTE DEL PACÍFICO DURANTE LOS AÑOS 2011-2014.* Cuenca- Ecuador Patente 1. Marzo de 2105.
- Departamento de Recursos Hidricos. *Toma de Muestras de Aguas.* Control de la calidad del Agua, Cuenca: Universidad de Cuenca, 2015.



DIANA ASTUDILLO VANEGAS, ADRIANA GÓMEZ BRAVO. Diseño y Elaboración de un manual de procedimientos de control para la empresa Agroinsur. Cuenca-Ecuador. 2011.

EcuRed. «Colorimetría.» 8 de Mayo de 2012. <http://www.ecured.cu/Colorimetr%C3%ADa> (último acceso: noviembre de 2015).

ELENA LALINDE, TERESA MORENO GARCIA. «Operación de Básico de Laboratorio.» *Área de Química Inorgánica.* s.f. <https://www.unirioja.es/dptos/dq/docencia/material/obl/OBLFINAL.PDF> (último acceso: Septiembre de 2015).

Fuquene.M. «Sistemas de Abastecimiento de Agua.» *Tecnicología de Muestreo.* Bogotá: UNAD, 2013.

Gallagher, P.A, Schewegel, C., y A, Gamble, B.M., Wymer, L., Creed, J.T Parka. *Preservation of As(III) and As(V) in drinking water supply samples from across the United States using EDTA and acetic acid as a means of minimizing iron-arsenic coprecipitation.* 2004.

GARAY, J., PANIZZO, L., LESMES, L., RAMIREZ, G., SANCHEZ, J. «Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-químicos.» CARTAGENA: Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas., 1993.

IESAO. «Toma de Muestras.» *Simple, Compuestas.* España, 2015.

Instituto Ecuatoriano de Normalización. «NTE INEN 2176:1998.» *Técnicas de muestreo.* 1998-2176. <https://law.resource.org/pub/ec/ibr/ec.nte.2176.1998.pdf> (último acceso: agosto de 2015).

Instituto Nacional de Normalización. «NTE INEN 2169:98.» 1998-2169. <https://law.resource.org/pub/ec/ibr/ec.nte.2169.1998.pdf> (último acceso: 3 de Enero de 2016).

Instituto de Toxicología de la defensa. «Análisis de Agua.» *Condiciones generales para la toma de muestras.* Noviembre de 2013. [http://www.defensa.gob.es/itoxdef/Galerias/documentacion/protocolos/ficheros/ANALISIS\\_DE\\_AGUASx\\_TOMA\\_DE\\_MUESTRAS.pdf](http://www.defensa.gob.es/itoxdef/Galerias/documentacion/protocolos/ficheros/ANALISIS_DE_AGUASx_TOMA_DE_MUESTRAS.pdf) (último acceso: Julio de 2015).

Instituto Ecuatoriano de Normalización. «NTE INEN 2169:98.» *Manejo y conservación de muestras.* 1998-2169. <https://law.resource.org/pub/ec/ibr/ec.nte.2169.1998.pdf> (último acceso: Agosto de 2015).

Instituto Ecuatoriano de Normalización. «NTE INEN 2176:1998.» *Diseño de los programas de muestreo.* 1998-2176. <https://law.resource.org/pub/ec/ibr/ec.nte.2226.2000.pdf> (último acceso: Agosto de 2015).



- . «NTE INEN 2 226:2000.» AGUA. CALIDAD DEL AGUA. MUESTREO. DISEÑO DE LOS PROGRAMAS DE MUESTREO. 2000-2226. <https://law.resource.org/pub/ec/ibr/ec.nte.2226.2000.pdf> (último acceso: 3 de Enero de 2016).
- Jorge Herrera Murillo, Susana Rodriguez Roman. «Determinación de la concentración de aniones en muestras de precipitación.» *Revista internacional de contaminación ambiental*, Octubre 2008.
- Jorge Washigton, Andrea Edith Pellegrini, Valeria Marcela Cattani. *Contenidos de Edafología*. Buenos Aires: Universidad de La Plata, 2014.
- Laboratorios de SAV. «Muestreo, Transporte y Conservacion de Muestras de Agua.» 15 de Septiembre de 2010. (último acceso: septiembre de 2015).
- LAR, PROCESS ANALYSERS. «Análisis de COT.» 2006-2015. <http://www.lar.com/es/productos/analisis-de-cot/toc.html> (último acceso: noviembre de 2015).
- LENNTECH. «pH y Alcalinidad.» 1991. <http://www.lenntech.es/ph-y-alcalinidad.htm#ixzz3r3kghvIV> Métodos instrumentales de análisis. Willard, H., Merrit L., y otros. Grupo ed. Iberoamericana, Mexico, 1991. (último acceso: noviembre de 2015).
- LLU, y CARLOS MILLÁN, GEORGINA BLANES IS GARRIGÓS. «COLORIMETRIA EMPLEADA EN EL SIGLO XIX: COLORIMETROS DE BALANCE.» 2002. <file:///C:/Users/user/Downloads/Documat-HaciaUnaClasificacionDelUtillajeColometricoEmplead-1091081.pdf> (último acceso: NOVIEMBRE de 2015).
- Luciana Colusi, Mónica Hedrera. «Contaminantes quimicos del agua.» 2015. [http://escritoriocentros.educ.ar/datos/Contaminantes\\_quimicos\\_del\\_agua.html](http://escritoriocentros.educ.ar/datos/Contaminantes_quimicos_del_agua.html) (último acceso: agosto de 2015).
- Mendez Silvia. «Elementar.» *Vario Cube TOC*. 8 de AGOSTO de 2014.
- Méndez, Ángeles. «La Guia-Quimica.» *Analigto*. 31 de octubre de 2011. <http://quimica.laguia2000.com/general/analito> (último acceso: septiembre de 2015).
- Ministerio de Salud, El Salvador. «Manual de toma y envio de Muestras.» 2001. [http://usam.salud.gob.sv/archivos/pdf/agua/Manual\\_Toma\\_Envio\\_Muestras.pdf](http://usam.salud.gob.sv/archivos/pdf/agua/Manual_Toma_Envio_Muestras.pdf) (último acceso: septiembre de 2015).
- Nieves Abril Díaz, J. Antonio Bárcena Ruiz, Emilio Fernández Reyes. «Espectrofometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas.» s.f. [http://www.uco.es/dptos/bioquimica-biolmol/pdfs/08\\_ESPECTROFOTOMETR%C3%8DA.pdf](http://www.uco.es/dptos/bioquimica-biolmol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETR%C3%8DA.pdf) (último acceso: 9 de febrero de 2016).
- OMS. Buenas practicas de la OMS para laboratrios. Patente 957. 2010.





- Perkim Elmer. «Nexion 350 ICP-MS.» *Enviromental Health*. Waltham, MA: USA, 2014.
- Ramirez, F. «El muestreo del agua, toma y conservación de las muestras.» 29 de Julio de 2003. <http://www.elaguapotable.com/El%20muestreo%20de%20los%20distintos%20tipos%20de%20agua.pdf> (último acceso: Diciembre de 2015).
- Recursos Hidricos de España. «Contaminacion de las Aguas.» Junio de 2015. [http://roble.pntic.mec.es/lorg0006/dept\\_biologia/archivos\\_texto/ctma\\_t5\\_hidrosfera\\_contaminacion.pdf](http://roble.pntic.mec.es/lorg0006/dept_biologia/archivos_texto/ctma_t5_hidrosfera_contaminacion.pdf) (último acceso: Julio de 2015).
- Rios, Jhoanna Lituma. «Análisis Aplicado I.» *EL AGUA*. Cuenca, julio de 2013.
- Rodier, J. «Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar.» Barcelona: Omega, 1981.
- Rodriguez, Carlos Eduardo. *ENCICLOPEDIA EGB*. Buenos Aires: Colombiana S.A, 2000.
- Rojas, Ricardo. «GUIA PARA LAVIGILANCIA Y CONTROL DE LA CALIDAD DEL AGUA .» 2002. [http://www.bvsde.paho.org/bvsacg/guialcalde/2sas/d25/075%20vigilanciaycontrol\\_calidaddeagua/cepis\\_guia\\_vigilanciaycontrol\\_calidaddeagua.pdf](http://www.bvsde.paho.org/bvsacg/guialcalde/2sas/d25/075%20vigilanciaycontrol_calidaddeagua/cepis_guia_vigilanciaycontrol_calidaddeagua.pdf) (último acceso: 7 de ENERO de 2016).
- Santafé, Marta Félez. Situación actual del estado de la depuración biológica. Explicación de los métodos y sus fundamentos. Barcelona. s.f.
- SENA. «Manual de Procedimiento de toma de muestra de agua.» *Centro agroempresarial y minero de Bolivar*. Julio de 2011. <http://tecnologosencontrolambientalsenacicuc.blogspot.com/p/manual-de-procedimiento-de-toma-de.html> (último acceso: 20 de Julio de 2015).
- Skoog, D. A., Holler, J. H., Nieman. *Principios de Análisis Instrumental*. Madrid: Madrid, 2001.
- SlideShare. «AGUA.» *El Agua*. 2015. <http://es.slideshare.net/fehyo/el-agua-2036211> (último acceso: julio de 2015).
- . «Ley de Beer.» 29 de marzo de 2009. <http://es.slideshare.net/jasd27/ley-de-beer> (último acceso: noviembre de 2015).
- Troncoso, Junan Carlos. *Análisis de Muestras Químicas-Ensayos de Caracterización de Muestras Químicas*. Bogota: Bogota D.C, 2008.
- UNAD. «Técnicas de muestreo.» *Sistemas de abastecimiento de agua*. 2013. [http://datateca.unad.edu.co/contenidos/358002/Abastecimiento\\_Contentido\\_en\\_linea/leccin\\_27\\_tcnicas\\_de\\_muestreo.html](http://datateca.unad.edu.co/contenidos/358002/Abastecimiento_Contentido_en_linea/leccin_27_tcnicas_de_muestreo.html) (último acceso: Agosto de 2015).



- Universidad Autónoma de Madrid. *Colorimetría- Ley de Lambert Beer*. s.f.  
[https://www.uam.es/docencia/qmapcon/QUIMICA\\_GENERAL/Practica\\_4\\_Colorimetria\\_Ley\\_de\\_Lambert\\_Beer.pdf](https://www.uam.es/docencia/qmapcon/QUIMICA_GENERAL/Practica_4_Colorimetria_Ley_de_Lambert_Beer.pdf) (último acceso: septiembre de 2015).
- Universidad de Salamanca. «Toma de Muestras de Aguas para Análisis Microbiológicos.» 2015.  
[http://virus.usal.es/Web/demo\\_fundacua/demo2/toma\\_muestra/toma\\_muestras.html#2](http://virus.usal.es/Web/demo_fundacua/demo2/toma_muestra/toma_muestras.html#2) (último acceso: noviembre de 2015).
- Universidad Politécnica de Cartagena. «Análisis de Aguas.» 2015.  
[http://www.upct.es/~minaees/analisis\\_aguas.pdf](http://www.upct.es/~minaees/analisis_aguas.pdf) (último acceso: octubre de 2015).
- Vaconcelos. *Curso de amostragem e análise ambiental de água*. Sao Paulo: Sao Paulo, 2005.
- Velasquez, Giovanna Paola. «Procedimiento de muestras de agua.» 19 de Mayo de 2001.  
[http://www.tacna.minsa.gob.pe/uploads/desa/2011/Proc\\_Recepcion\\_Muestras.pdf](http://www.tacna.minsa.gob.pe/uploads/desa/2011/Proc_Recepcion_Muestras.pdf) (último acceso: Diciembre de 2015).
- Vera, Ing. Antonio Guevara. *Metodos de Analisis para la Calidad de Agua*. Lima-Peru. 1996.
- Wikipedia. *Colorimetría*. 21 de Julio de 2014.  
<https://es.wikipedia.org/wiki/Colorimetr%C3%ADa> (último acceso: noviembre de 2015).
- . «Muestra compuestas (agua).» 3 de Noviembre de 2014.  
[https://es.wikipedia.org/wiki/Muestra\\_compuesta\\_\(agua\)](https://es.wikipedia.org/wiki/Muestra_compuesta_(agua)) (último acceso: septiembre de 2015).
- . «Parque Nacional El Cajas.» 2 de Diciembre de 2015.  
[https://es.wikipedia.org/wiki/Parque\\_nacional\\_El\\_Cajas](https://es.wikipedia.org/wiki/Parque_nacional_El_Cajas) (último acceso: septiembre de 2015).