

## ANEXO I: COLECCIÓN Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

### Generalidades

Una muestra es una parte extraída de un conjunto por métodos que permiten considerarla como representativa de él<sup>1</sup>. El objetivo del muestreo es coleccionar una porción de material de volumen suficientemente pequeño para transportarlo convenientemente y lo suficientemente grande para fines analíticos de modo que represente con precisión el material que se está muestreando. Esto implica que las concentraciones (absolutas y relativas) de todos los componentes presentes en las muestras sean las mismas en la muestra que en el material muestreado y, adicionalmente, que la muestra se conserve de modo tal que no ocurran cambios significativos en su composición previa a la realización de las determinaciones analíticas.

La recolección, preservación y almacenamiento de las muestras son críticos para los resultados. La mejor técnica analítica no será capaz de corregir los errores cometidos durante el muestreo. Las condiciones físicas, químicas y biológicas de las muestras deben mantenerse inalteradas hasta el momento de la realización de los análisis.

**No existen procedimientos universales, es decir, los muestreos deben ser adecuados y diseñados para cada caso particular.** En este sentido, el procedimiento de muestreo empleado, cualquiera sea, debe garantizar la representatividad. Es conveniente detenerse en el análisis preliminar del muestreo antes que desperdiciar valioso tiempo y recursos en la toma y análisis de muestras inadecuadas.

En síntesis, la tarea de muestreo es medular: la toma de decisiones se basa en la información obtenida de las muestras. La determinación de parámetros en muestras de agua brindan información de la efectividad de medidas de gestión y tratamiento adoptadas y permite la adopción de medidas correctivas (si corresponde). Naturalmente, se debe llevar un registro de todas las muestras extraídas.

Además de la representatividad de la muestra deberán garantizarse una serie de condiciones adicionales de reproducibilidad, utilidad y tener suficiente respaldo:

#### Representatividad

Los datos obtenidos durante los análisis deben representar las características del todo muestreado

#### Reproducibilidad

Los datos obtenidos durante los análisis deben ser reproducibles realizando los mismos ensayos con las mismas muestras

#### Respaldable

Debe conocerse la precisión y la exactitud de los datos obtenidos. La información debe estar disponible.

#### Útil

Los datos deben resultar suficientes para cumplir los objetivos planteados en el plan de monitoreo

<sup>1</sup> Diccionario de la Real Academia Española

Los recolectores de muestras deben estar debidamente entrenados y conocer la importancia de la tarea realizada, deben estar familiarizados con el equipamiento empleado en la toma de muestras y deben conocer la ubicación exacta de los puntos de muestreo.

Como en cualquier tarea, los peligros asociados al muestreo deberán ser tenidos en cuenta, empleando protocolos y buenas prácticas que permitan la reducción de los riesgos y la utilización de elementos de protección personal acorde. Esto incluye, aunque obvio de mencionar, la prohibición de ingesta de alimentos y bebidas durante las tareas de muestreo.

### **Muestreo de aguas residuales**

El muestreo de aguas residuales se realiza con (y limitándose a) los siguientes objetivos: Conocer las características físicas, químicas y biológicas de las muestras y la concentración de los constituyentes presentes; determinar los medios más adecuados a ser empleados para reducir las cargas contaminantes; determinar (cuando corresponda) si los vertidos cumplen con la normativa ambiental vigente.

En general, 2 litros de muestra es suficiente para una gran variedad de análisis. Sin embargo, dependiendo del parámetro a ser determinado, las muestras deberán ser tomadas en recipientes de vidrio o plástico, empleando uno u otro método de conservación. Algunos ejemplos que presentan la especificidad del procedimiento de muestreo y preservación de las muestras según el parámetro a determinar, son:

- El parámetro DQO deberá tomarse en recipientes de polietileno, conservado a 4 °C y determinado dentro de las 24 h.
- El parámetro hidrocarburos clorados deberán tomarse en recipientes de vidrio, conservado a 4 °C y realizado en el menor tiempo posible.
- Los metales como Aluminio, Cadmio y Zinc entre otros, deberán ser colectados en recipientes de polietileno y deberán contener 1 ml de  $\text{NHO}_3$ /litro de muestra, debiendo ser analizada dentro de los 6 meses de la toma y conservación de la muestra.

Si las muestras no requieren de conservantes o fijadores, se puede lavar 2 o 3 veces el envase con el agua a muestrear y luego tomar la muestra. Recordar que las concentraciones de trazas pueden “perderse” fácilmente si no se maneja adecuadamente la muestra (o si fue mal tomada). Las muestras tomadas durante el desarrollo del presente proyecto fueron puntuales, visto que se aplicó a grandes volúmenes con una composición relativamente estable, muestras que representan la composición del efluente en lugar, tiempo y circunstancias particulares un las que se recolectó. La planificación de las mismas permitió su implementación adecuada. Las muestras fueron colocadas en los recipientes y conservadas según el parámetro a determinar.

Para más precisiones respecto al muestreo en general se recomienda fuertemente la lectura del apartado 1060 – Colección y preservación de muestras del *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (20° Ed.) y para conocer más de la preservación de las

mismas y las técnicas analíticas empleadas, referirse a los apartados específicos de cada parámetro.

### **Muestras tomadas durante el desarrollo del proyecto**

En el presente proyecto se tomaron diferentes tipos de muestras: muestras de lixiviados de las piletas 4 y 5, para caracterización y para tratamientos en las escalas laboratorio, piloto y planta y, muestras de los reactores correspondientes a los ensayos en cada una de las escalas.

#### *- Muestras de lixiviados de las piletas 4 y 5:*

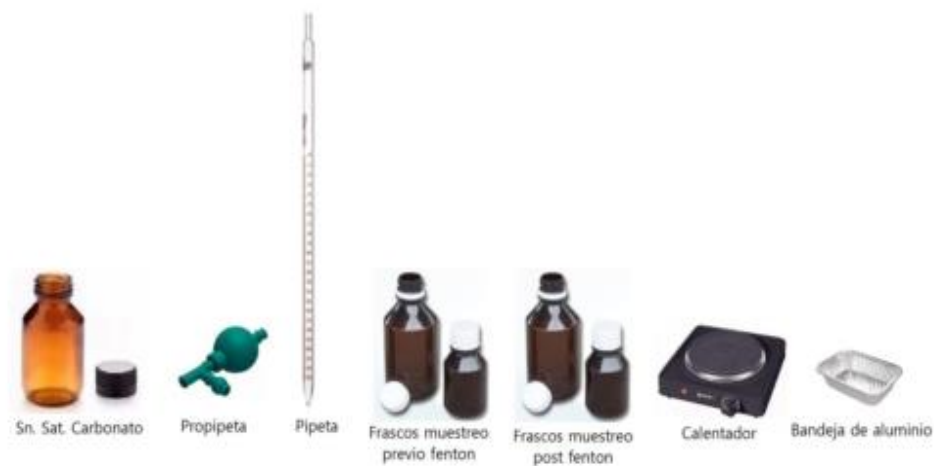
Como se ha mencionado en el Informe, las piletas 4 y 5 se hallan tapadas con membranas, y cuentan con una tubería que se inserta en el seno de las mismas, que permiten la toma de muestras de los lixiviados mediante succión por bombeo.

Para la realización de cada uno de los ensayos se ha tomado el volumen de muestra de lixiviado correspondiente a la escala en cuestión. Para los ensayos de laboratorio, las muestras de lixiviados fueron tomadas el día anterior al ensayo de las piletas 4 o 5, en los envases correspondientes de aproximadamente 2 L, trasladadas al laboratorio y conservadas refrigeradas. El día del ensayo, se las dejaba alcanzar la temperatura ambiente previo a la realización de los mismos. Para los ensayos a escala piloto y planta, los reactores se cargaron directamente por bombeo desde las piletas.

#### *- Muestras de lixiviados tratados, de los reactores:*

Los parámetros que permitieron evaluar la eficiencia de cada uno de los tratamientos realizados durante el proyecto fueron fundamentalmente: DQO, DBO, Fe soluble, Mn, ABS y N-NH<sub>3</sub>, para los que se requerían 250 ml de muestra, que eran tomados desde los reactores, previa homogenización o sedimentación, según lo preestablecido de acuerdo al objetivo de evaluación (muestra homogenizada o sobrenadante), según se ha especificado en el apartado IV.II del Informe. Las muestras se tomaban en recipientes de vidrio con tapa y al finalizar el ensayo eran trasladadas en conservadoras hasta el laboratorio de análisis.

Las muestras para determinación de DQO tomadas a cortos tiempos de reacción requerían de inhibición, tal como se ha especificado en el Informe. Para la toma de los 20 ml requeridos se utilizaba pipeta de vidrio y se le adicionaban 6 ml de carbonato de sodio saturado en frascos de muestreo que luego eran calentados a baño maría hasta 90 °C y mantenidos por 10 min.



**Figura AI.1.** Instrumental para toma de muestra e inhibición de DQO.

Para las caracterizaciones completas las muestras fueron colocadas en los recipientes y conservadas según cada uno de los parámetros a determinar y llevadas en conservadora al laboratorio de análisis correspondiente.



**Figura AI.2.** Ejemplos ilustrativos de recipientes conteniendo muestras de lixiviados tratados por tecnología Fenton rotuladas para determinaciones de diferentes parámetros.