



UF0231: Toma de muestras y análisis in-situ

Certificado de Profesionalidad

QUIE0108 - Operaciones básicas en planta química



QUIE0108 > MF0047_2 > UF0231

Toma de muestras y análisis in-situ.

QUIE0108

Francisco Javier Caparrós Ruiz

ic editorial

Toma de muestras y análisis in-situ. QUIE0108
Autor: Francisco Javier Caparrós Ruiz

1ª Edición

© IC Editorial, 2014

Editado por: IC Editorial

C.I.F.: B-92.041.839

Avda. El Romeral, 2. Polígono Industrial de Antequera

29200 ANTEQUERA, Málaga

Teléfono: 952 70 60 04

Fax: 952 84 55 03

Correo electrónico: iceditorial@iceditorial.com

Internet: www.iceditorial.com

IC Editorial ha puesto el máximo empeño en ofrecer una información completa y precisa. Sin embargo, no asume ninguna responsabilidad derivada de su uso, ni tampoco la violación de patentes ni otros derechos de terceras partes que pudieran ocurrir. Mediante esta publicación se pretende proporcionar unos conocimientos precisos y acreditados sobre el tema tratado. Su venta no supone para **IC Editorial** ninguna forma de asistencia legal, administrativa ni de ningún otro tipo.

Reservados todos los derechos de publicación en cualquier idioma.

Según el Código Penal vigente ninguna parte de este o cualquier otro libro puede ser reproducida, grabada en alguno de los sistemas de almacenamiento existentes o transmitida por cualquier procedimiento, ya sea electrónico, mecánico, reprográfico, magnético o cualquier otro, sin autorización previa y por escrito de INNOVACIÓN Y CUALIFICACIÓN, S. L.; su contenido está protegido por la Ley vigente que establece penas de prisión y/o multas a quienes

intencionadamente reprodujeran o plagiaran, en todo o en parte, una obra literaria, artística o científica.

ISBN: 978-84-16207-08-4

Nota de la editorial: IC Editorial pertenece a Innovación y Cualificación S. L.

A Esther, gracias por tu constante apoyo.

Presentación del manual

El **Certificado de Profesionalidad** es el instrumento de acreditación, en el ámbito de la Administración laboral, de las cualificaciones profesionales del Catálogo Nacional de Cualificaciones Profesionales adquiridas a través de procesos formativos o del proceso de reconocimiento de la experiencia laboral y de vías no formales de formación.

El elemento mínimo acreditable es la **Unidad de Competencia**. La suma de las acreditaciones de las unidades de competencia conforma la acreditación de la competencia general.

Una **Unidad de Competencia** se define como una agrupación de tareas productivas específica que realiza el profesional. Las diferentes unidades de competencia de un certificado de profesionalidad conforman la **Competencia General**, definiendo el conjunto de conocimientos y capacidades que permiten el ejercicio de una actividad profesional determinada.

Cada **Unidad de Competencia** lleva asociado un **Módulo Formativo**, donde se describe la formación necesaria para adquirir esa **Unidad de Competencia**, pudiendo dividirse en **Unidades Formativas**.

El presente manual desarrolla la Unidad Formativa **UF0231: Toma de muestras y análisis in-situ**,

perteneciente al Módulo Formativo **MF0047_2: Control local en planta química**,

asociado a la unidad de competencia **UC0047_2: Realizar el control local en planta química**,

del Certificado de Profesionalidad **Operaciones básicas en planta química.**

Índice

Portada

Título

Copyright

Presentación

Índice

Capítulo 1 Toma de muestra: importancia para el control de la planta

1. Introducción
 2. Metodología y técnicas de toma de muestras representativas en proceso
 3. Aspectos de seguridad. Plan de muestreo
 4. Resumen
- Ejercicios de repaso y autoevaluación

Capítulo 2 Ensayos fisicoquímicos y calidad en planta química

1. Introducción
 2. Importancia de los ensayos fisicoquímicos
 3. Ensayos fisicoquímicos en el laboratorio químico
 4. Control de procesos mediante la técnica de análisis online
 5. Resumen
- Ejercicios de repaso y autoevaluación

Capítulo 3 Planes de análisis y control. Registro y tratamiento de resultados

1. Introducción
 2. Plan de análisis
 3. Registro y tratamiento de datos
 4. Resumen
- Ejercicios de repaso y autoevaluación

Bibliografía

Capítulo 1

Toma de muestra: importancia para el control de la planta

1. Introducción

Los resultados analíticos obtenidos en la actualidad son muy superiores en calidad gracias, principalmente, a una mayor precisión en los datos obtenidos y a una reducción progresiva en los límites de detección. Ambos cambios se han producido como consecuencia del progreso en las técnicas instrumentales de análisis. Pero, aun con estas enormes mejoras tecnológicas, en los ensayos de intercomparación es habitual encontrarse con diferencias destacables entre los resultados obtenidos por distintos laboratorios, especialmente cuando participan en la etapa de la toma de muestras. Con la ayuda de un correcto control de calidad, los errores metodológicos son fácilmente reducibles. Sin embargo, los errores más importantes suelen venir causados por una incorrecta toma y tratamiento de la muestra. De hecho, se pueden encontrar errores en la etapa de medida de entre el 0,1% y el 1%; mientras que para el caso de muestras de características muy heterogéneas, se pueden encontrar errores asociados que llegan hasta el 1.000%.

La toma de muestra es la primera etapa de cualquier actividad de medida química y consiste en pasar de un material total a analizar a una porción analizable a nivel de laboratorio. El problema surge cuando se tiene que controlar un todo muy heterogéneo, pues existe la obligación de tomar

pequeñas muestras que sean representativas de ese todo heterogéneo.

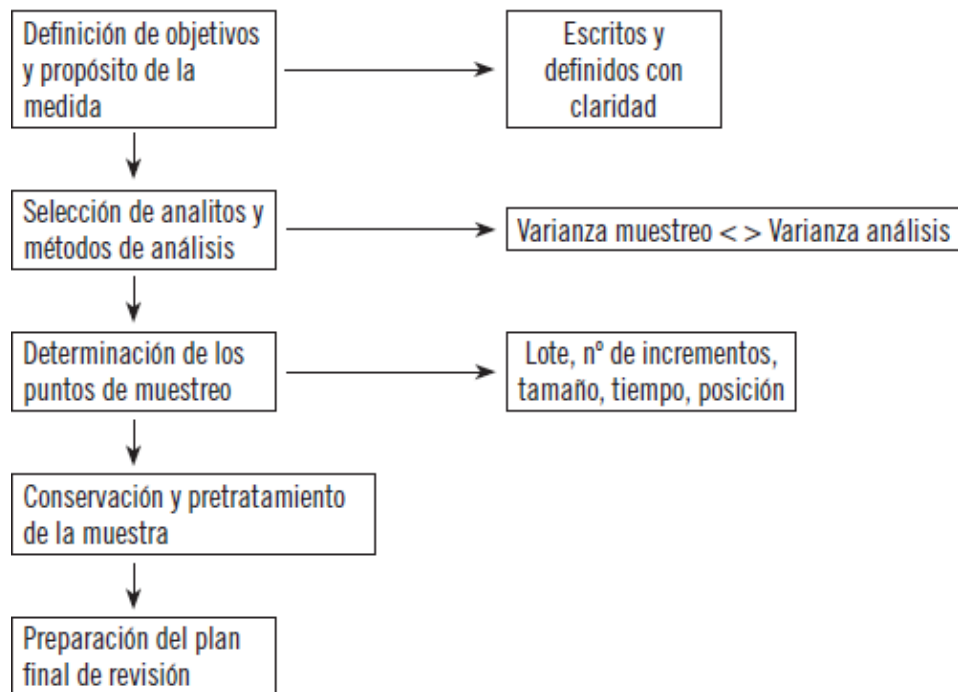
2. Metodología y técnicas de toma de muestras representativas en proceso

El diseño de la toma de muestra es una etapa fundamental dentro de las operaciones básicas en una planta química, pues se pueden encontrar muestras en diferente estado físico (gaseoso, líquido o sólido) y de diferente naturaleza (matrices biológicas, matrices inorgánicas o matrices orgánicas).

No se puede recomendar un procedimiento exclusivo para la obtención de una porción representativa de un lote o un proceso. Lo que sí se puede hacer es aplicar un plan de toma de muestras, el cual podrá estar fundamentado en un protocolo estandarizado o seguir lo indicado en una guía oficial. Pero, en la mayoría de los casos, el plan de muestreo estará basado en la naturaleza de la muestra y en el problema analítico al que haya que enfrentarse. El criterio del analista será fundamental en la definición final del plan de muestreo, decidiendo:

- Si se deben o no combinar muestras individuales para obtener una muestra compuesta.
- Los criterios estadísticos a aplicar para calcular el número de muestras y su tamaño.
- La selección de los equipos más adecuados para la toma de muestras en función de sus características fisicoquímicas.
- Las variables que pueden afectar a la toma de muestras.

PLAN DE MUESTREO



Nota

El objetivo principal será dar una visión general del proceso de toma de muestras, prestando especial atención a los aspectos que puedan afectar a la falta de representatividad de la muestra.

3. Aspectos de seguridad. Plan de muestreo

Toda muestra problema sufre una serie de evoluciones hasta transformarse en la muestra que al final será analizada. Estas transformaciones dependerán de:

- La naturaleza inicial que presente la muestra.
- Los analitos que se desean analizar.

En base a la **IUPAC** y a otros textos especializados se desarrollarán una serie de conceptos que acompañarán desde la muestra original hasta la porción de análisis o de ensayo:

- **Muestra:** porción de material seleccionado a partir de una cantidad mayor, ya sea sólido, líquido o gaseoso.
- **Muestra a granel:** muestra que carece de estructura y de subunidades homogéneas con entidad propia. Por ejemplo: pilas de polvo fino.



Toma de muestra a granel

- **Población:** conjunto de elementos finito o infinito que puede ser sometido a una sobrevisión por muestreo y que, generalmente aunque no necesariamente, presentan una característica (medible o no).
- **Lote:** cantidad de población que se asumirá como población única por lo que respecta a la toma de muestra.
- **Porción:** parte discreta, individual e identificable de material tomada de una población. Las porciones pueden ser tomadas en fracciones del lote separadas en el espacio o en el tiempo.

- **Incremento de muestra:** porción tomada de un material a granel.
- **Unidad de muestra:** porción tomada de materiales manufacturados o empaquetados y que, por ello, presentan unidades constantes, identificables y discretas.
- **Segmento:** porción individual de un lote. Por ejemplo: pilas de material fino o las descargas de una cinta transportadora.
- **Espécimen:** porción de material tomada específicamente de un sistema dinámico; por ejemplo, agua de una tubería.
Nota: Se supondrá representativa del material de origen, aunque no tiene por qué ser reproducible a lo largo del tiempo, pues las características del original pueden haber variado.
- **Muestra primaria:** es aquella porción que se tomará del lote para su posterior almacenamiento o análisis.
- **Muestra primaria bruta o individual:** muestra primaria constituida por un incremento de muestra o por una unidad de muestra.
- **Muestra primaria compuesta o agregada:** muestra primaria constituida por varios incrementos o por varias unidades de muestra.
- **Muestras replicadas o repetidas:** aquellas muestras primarias que, aun siendo independientes, pueden ser tratadas como muestras idénticas. Estas muestras al ser analizadas pueden definir la precisión conjunta de la toma de muestra.
- **Muestra reducida:** aquella muestra primaria que ha sido dividida en porciones.
- **Submuestra:** unidad individual de un lote o una porción de muestra tras un proceso de reducción.
- **Muestra de laboratorio:** muestra que llega al laboratorio tras la aplicación del plan de muestreo.
- **Porción de ensayo o análisis:** alícuota tomada de la muestra de muestra de laboratorio para llevar a cabo la medida de las propiedades requeridas.



Definición

IUPAC (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada)

Sistema de nomenclatura de compuestos químicos y de descripción de la ciencia y de la química en general.

Alícuota

Parte que se toma de un todo (sólido o líquido) para ser usada en una prueba industrial o de laboratorio. Sus propiedades físicas y químicas, así como su composición, son representativas de la sustancia original.

3.1. Representatividad de la muestra.

Importancia. Factores a tener en cuenta

La representatividad de la muestra es fundamental para el desarrollo de la actividad. La **muestra representativa** es aquella que se obtiene tras la aplicación adecuada de un plan de toma de muestra. Su característica principal es que refleje correctamente las propiedades que interesan de la población de la que ha sido obtenida.

La representatividad de la muestra, a partir de la población original, es obligatoria dentro de la etapa de la toma de muestra.

La muestra debe cumplir una serie de **especificaciones**:

- Debe poseer las características esenciales del lote inicial.
- Debe ser exacta y reproducible.
- Debe comportarse física y químicamente de manera equivalente al comportamiento que tiene dentro de la población original.

El camino más adecuado para conseguir una muestra representativa en planta es:

1. Aplicar métodos de toma de muestra basados en:
 - a. La experiencia previa del técnico responsable de la toma de la muestra.
 - b. La aplicación de criterios estadísticos.
2. Determinar las subáreas más adecuadas y, sobre todo, más representativas del proceso en planta que se debe monitorizar.

En esta etapa debe prestarse especial atención a los incidentes más comunes a la hora de tomar muestras en planta, como puede ser su contaminación con elementos ajenos a la muestra o la pérdida de analito, con el error analítico que todo ello implica.



Definición

Analito

Especie química (elemento, compuesto o ion) que puede ser identificada y cuantificada, es decir, que se puede determinar su cantidad y concentración en un proceso de medición química.

Los principales aspectos que determinan la representatividad de una muestra tomada directamente en planta son los siguientes:

- La **falta de información sobre la estructura de la población que se va a estudiar**. Especialmente las variaciones que pueda sufrir en el espacio o en el tiempo.
- La **falta de homogeneidad de la zona donde se va a tomar la muestra, sobre todo**, en el caso de muestras de tipo ambiental como el control de vertidos o el control

de la contaminación de los suelos, donde tanto las características del sustrato (propiedades fisicoquímicas) como los aspectos ambientales dominantes tendrán una importancia decisiva.

- El **estado físico en el que se encuentre el lote de muestra**. Desde el punto de vista de homogeneidad, una muestra líquida (disolución de HCl) o una muestra gaseosa (emisión de una chimenea) suele ser más homogénea que una muestra sólida (muestra de precipitado en un tanque de decantación). Pero esto no es del todo exacto, pues el grado de pureza y el tamaño de partícula constantes para muestra de un solo componente da como resultado mezclas casi homogéneas.
Nota: En el caso de los líquidos y los vapores, los gradientes de mezcla o de densidad restarán homogeneidad a la muestra.
- El **número de muestras a tomar debe ser suficiente para obtener la información requerida**. Menos cantidad restará información importante y más cantidad será una pérdida innecesaria.
- En muchos casos, la toma de muestra no se puede realizar en cualquier momento, sino que se dispone de un **intervalo de tiempo más o menos reducido** para realizarla, de manera que sea representativa del proceso de planta que se está controlando.
- El **control del transporte y el almacenamiento de la muestra**. Determinadas muestras pueden variar sus características al estar sometidas a variaciones de temperatura o a cambios ambientales (iluminación, humedad, ambientes oxidantes o reductores) e incluso reaccionar con las paredes del recipiente que las contiene.



Botella de vidrio esmerilado

En base a todo esto, se puede afirmar sin lugar a dudas que un plan de muestreo elaborado de forma correcta y coherente con las operaciones llevadas a cabo en planta y que se quieren controlar es la mejor herramienta para asegurar que las muestras que se están tomando son representativas.



Nota

La posibilidad de la falta de representatividad siempre va a existir, pero el analista debe minimizarlo.

Tipos de errores de muestreo. Técnicas de reducción/eliminación

A modo de resumen, se analizarán los tipos más habituales de errores de muestreo y las técnicas para su reducción o eliminación.

- **Error fundamental.** La causa de este error es la pérdida de precisión en la muestra, siendo causada por sus

características fisicoquímicas.

Ejemplo: Distribución del tamaño de partícula. Solución: reducir el diámetro de las partículas mayores o incrementar la masa de la muestra.

- **Error por segregación o agrupación.** Suele causarlo la gravedad y consiste en la distribución sin azar de las partículas. Para evitar este error, se deben realizar preparaciones al azar de muestras compuestas u homogeneizar y fraccionar la muestra.
- **Error por heterogeneidad de largo alcance.** Se presenta cuando se encuentran errores espaciales fluctuantes, pero no causados por el azar. La solución es tomar una cantidad mayor de incrementos para formar la muestra.
- **Error por heterogeneidad periódica.** Se presenta cuando se encuentran errores fluctuantes espaciales o temporales. La única solución para evitar esta situación es la elaboración de muestras compuestas de manera adecuada.
- **Error en la delimitación de incrementos.** Puede estar causado por una mala selección de los equipos de medida o por un inapropiado diseño de plan de muestreo. La solución es la selección correcta de equipos y el diseño de un adecuado plan de muestreo.
- **Error en la extracción de incrementos.** La causa es que la metodología de extracción del incremento no es correcta, causando fallos en el procedimiento de muestreo. La solución pasa por contar con adecuados equipos de muestreo y protocolos de trabajo.
- **Error en la preparación.** Está causado por alteraciones, pérdidas o contaminaciones de la muestra. La solución es aplicar los protocolos de muestreo y análisis de forma correcta.



Importante

Un plan de muestreo que incluya los criterios estadísticos, un examen previo y el sentido común del analista es la mejor herramienta para obtener una muestra representativa.

3.2. Técnicas de muestreo. Condiciones de muestreo. Procedimientos

En función de si se aplican criterios estadísticos o, por el contrario, la estrategia de toma de muestra se basa en la experiencia del analista (el cual dará más importancia a un aspecto experimental determinante en el diseño de la toma de muestra) se tendrán dos filosofías para el diseño experimental de la toma de muestras. Por un lado, una metodología probabilística y, por otro, no probabilística (basada en el criterio del analista).

Técnicas de muestreo fundamentadas en criterios no probabilísticos

La estrategia de toma de muestra no probabilística es la basada exclusivamente en el criterio de la persona que va a llevar a cabo el plan.



Nota

La toma de muestra no probabilística también puede definirse como toma de muestra dirigida o toma de muestra selectiva.

Dentro de estas técnicas también se incluirá la toma de muestra que se basa en criterios de accesibilidad, coste, oportunidad y eficiencia, es decir, basada en la conveniencia y nada que ver con los parámetros a controlar.

Las técnicas probabilísticas se basan en la utilización de toda la información disponible antes de la planificación del muestreo, para así realizarlo en los puntos más representativos de la población. El objetivo es reducir al máximo los factores secundarios que puedan causar variabilidad. Pero la no aplicación de criterios probabilísticos impide la estimación del orden de magnitud de los errores.

La información sobre la zona de muestra y sobre el lote es fundamental y debe ser suficiente como para poder aplicar adecuadamente la experiencia del analista.

Pero este juicio previo de selección de unas zonas con respecto a otras implica una pérdida de exactitud, pues se tendrá una población parcial sesgada con respecto a la población global.



Ejemplo

La toma de muestras, con una pala, de lotes que a primera vista parecen homogéneos, como puede ser el caso de material apilado, bolsas, vagones de tren, camiones cisterna o cintas transportadoras. El muestreador, por defecto, tenderá a tomar el material que se encuentre más accesible, despreciando otras zonas que pueden ser también representativas. Esta técnica de muestreo siempre será superficial, la cual no es representativa de la muestra global.

Pero la toma de muestra no probabilística puede tener aplicaciones de gran utilidad, como puede ser el caso del control de procesos, donde se quiere obtener una información de partida, en función de cuyo resultado se avanzará en una dirección o en otra.