

Alistamiento para el análisis químico de muestras

Servicio Nacional de Aprendizaje - SENA



# A. Factores que influyen en la representatividad

De acuerdo con la Comisión Europea (2018), los factores que relacionan y que influyen son los siguientes:

**Estado físico del lote de muestra.** En general, los materiales sólidos son heterogéneos, y más cuanto mayor es su extensión, pero no es posible generalizar para un determinado analito, ya que pueden, en ocasiones, presentar homogeneidad. En lo que se refiere a líquidos y gases, se tiene una idea generalizada de que presentan un mayor grado de homogeneidad, pero en un análisis del agua de un lago, se encuentran grandes diferencias entre las muestras de superficie, las de media altura y las de fondo, así como entre las obtenidas en el centro o las próximas a la orilla o a una zona donde llegan aportes.

**Número y tamaño de las porciones.** Para cada población, se determina estadísticamente el número mínimo de porciones y su tamaño para que la muestra resulte representativa sin disparar el coste económico y de personal.

**Fluctuaciones estacionales o temporales.** El momento de la toma de muestra puede verse influido por variaciones espacio-temporales producidas por aspectos climatológicos o temporales, temperatura, humedad, presencia de contaminantes o componentes que fluctúen con la hora del día, la época del año, etc.

**Manipulación, almacenamiento y transporte de las muestras,** durante las operaciones de toma, cuarteo, reducción del tamaño de partícula por molienda, tamizado o envasado de la muestra, o en el posterior transporte y almacenamiento, debe prevenirse que los analitos sufran alteraciones o pérdidas (oxidación, aumento o disminución de la humedad, intercambio de componentes con el recipiente, etc.).

## Precisión, exactitud, reproducibilidad y límites de detección

Seguidamente, con base en la precisión, exactitud, reproducibilidad y límites de detección necesarios, se establecerán los métodos analíticos a emplear.

Una vez fijados los métodos analíticos, con base en la incertidumbre de sus resultados, en las fases tercera y cuarta, empleando métodos estadísticos, se establecerá el número y masa de las muestras, así como el espaciado con que se deben tomar. Se determinará el método de toma de muestra, incluyendo la descripción detallada del procedimiento de obtención, equipo necesario, contenedores a emplear para conservarlas, indicando si se deberán mantener las muestras individuales, o la forma de proceder para preparar la muestra compuesta. También se harán constar los cuidados especiales para preservar las muestras, tales como refrigeración, aditivos, etc., y se establecerán las primeras etapas de tratamiento, especialmente las que contemplan la reducción de la muestra primaria hasta la de laboratorio.

(Comisión Europea, 2018)



Los códigos a usar en el etiquetado y en el cuaderno de seguimiento de las muestras, así como los aspectos legales y de seguridad del personal que sean de aplicación.

Por fin, en la última fase, se redactará el protocolo completo y se recogerán todos los aspectos mencionados hasta ahora, y nunca se tomará como definitivo, ya que debe estar sometido a revisión continua en función de la experiencia, por si resulta necesario mejorarlo o actualizarlo.

# ¿Cuánta muestra debería llevar para realizar el análisis químico, físico y microbiológico?

El plan de toma de muestra debe incluir la estimación del tamaño de muestra necesario para minimizar los errores aleatorios.

Va a depender de:

- La matriz de la muestra.
- La distribución del analito.
- El grado de homogeneidad.
- La magnitud del error exigido.



Para muestras homogéneas en el espacio y el tiempo, dependerá fundamentalmente de la etapa de determinación final y de la concentración del analito, ya que en la muestra final esta deberá superar el límite de cuantificación del método.

Para muestras heterogéneas, como lo menciona la Comisión Europea (2018), es necesario aplicar la estadística. En muchos casos, la complejidad de las muestras hace que un tratamiento estadístico riguroso resulte desproporcionado respecto de los objetivos, por lo que se decide el tamaño de muestra de acuerdo con la experiencia.

En otros casos, como ocurre en la minería, son pocos los analitos que pueden interesar y el estudio estadístico está justificado económicamente por la necesidad de caracterizar un depósito.

En la mayoría de las ocasiones, suelen emplearse métodos estadísticos aproximados con base en la experiencia, así ocurre con el método del coeficiente de variación.

### Tamaño de la muestra en función del coeficiente de variación

El valor del coeficiente de variación V para una serie de muestras viene dado por el cociente entre la desviación estándar (σ) y el valor medio de las muestras, multiplicado por 100.

$$v = \frac{\sigma}{\tilde{x}}$$
 (100)



Como lo menciona García-García et al. (2013), una vez obtenido dicho valor, el tamaño de muestra mínimo se obtiene de la tabla 1, en la que, como se puede observar, al aumentar la irregularidad en la distribución del analito, aumenta el valor de V y también la masa de muestra necesaria.

## **Espaciado entre muestras**

- Empleando los variogramas, se puede establecer una correlación espacial de la variación de la concentración del analito que interesa y, en función de esa correlación, establecer una representación gráfica (semivariograma experimental), como lo menciona Canchaya-Moya (2005). Con base en ella, se puede determinar la distancia a partir de la que empieza la dispersión de los valores de la concentración, desapareciendo la relación espacial que existía y de esta forma establecer la distancia mínima y máxima entre puntos de muestra en cada dirección, con un ahorro en número de puntos de muestreo considerable respecto de otros métodos; pero, a su vez, el método es muy complejo y requiere un gran número de muestras previas para aplicarlo, por lo que sólo se justifica en caso de evaluaciones de grandes explotaciones. En la mayoría de los casos suele bastar con aplicar el método del coeficiente de variación.
- Según la Universidad Politécnica de Cartagena (2017), en función de la anisotropía de la distribución del analito, aumenta el coeficiente de variación y, por consiguiente, se hace necesario disminuir la distancia entre puntos de toma de muestras. Si el espaciado aumenta sobre los valores de la tabla 1, se encuentran muestras no correlacionadas, y, por el contrario, si se emplean unas distancias menores, se ocasiona una sobredensidad de muestreo que conllevará un gasto innecesario en sondeos.
- En algunas ocasiones, el método, dada su sencillez, puede llevar a unos espacios excesivamente estrechos, aquí es donde la experiencia puede corregir ligeramente el problema en algunas zonas cuando se advierta el sobredimensionado.

## Número de muestras

A la hora de abordar el planteamiento de la toma de muestras, los métodos estadísticos ayudan a determinar el número de muestras individuales que es necesario tomar para minimizar la variabilidad de los resultados finales, teniendo en cuenta la homogeneidad o heterogeneidad de la población objeto de la toma de muestras y el error máximo admisible, lo que ayudará a que la operación se realice dentro de un óptimo económico.

Para una distribución normal del analito, si conocemos σ, el número de muestras mínimo N para un intervalo de confianza dado y un error máximo E viene dado por la expresión:

$$N = \left[\frac{Z \bullet \sigma}{E}\right]^2$$

Dónde:

- σ desviación estándar
- Z parámetro de población, que se obtiene de tablas para un nivel de probabilidad dado.
- E error máximo aceptado.



Para una distribución irregular del analito y un bajo número de muestras previas (<20), la expresión del número de muestras mínimo N para un intervalo de confianza dado y un error máximo E se transforma en la expresión:

$$N = \left[\frac{t \bullet S_m}{E}\right]^2$$

Dónde:

Sm2 - varianza de la muestra

t – parámetro t de Student para (n -1) grados de libertad o muestras y un nivel de confianza dado. Se obtiene de tablas.

E – error máximo aceptado.

(Universidad Politécnica de Cartagena, 2017)

**No olvidar:** una muestra de calidad es un excelente análisis en campo y en el laboratorio, de esto depende el 60% del éxito en los análisis fisicoquímicos.

## B. Buenas prácticas de laboratorio, EPP y seguridad

En el proceso de formación en valoración de muestras mediante análisis químico, es muy importante saber que la gran mayoría se hacen en el laboratorio, pero también algunas en campo, así que es importante aprender sobre riesgos y peligros al manipular las muestras en su análisis.

A continuación, se propone una lectura de la siguiente noticia:

**Titulo noticia:** Trabajador con graves quemaduras químicas y su lucha por volver a ver **Nota. Noticias:** (La Prensa Austral, 2020)

Noticia:

https://redproteger.com.ar/safetyblog/trabajador-con-graves-quemaduras-quimicas-y-su-lucha-por-volver-a-ver/

Para profundizar en el concepto de las BPL Buenas prácticas de laboratorio, se invita a visualizar el siguiente video.

Safeplus. (2015, 3 diciembre). BPL / Buenas Prácticas de Laboratorio de la OCDE [Vídeo]. YouTube. https://youtu.be/oXwLNsi6tAU

#### Dato curioso

¿Sabía que los accidentes más comunes son aquellos en los cuales asumimos que no puede pasar nada y por tener un exceso de confianza?



## Sustancias químicas y su manejo

**Recuerde:** todo análisis químico, físico o microbiológico, va a requerir que se manipulen sustancias químicas. Así que se debe abordar la manipulación de estos y los sistemas que regulan estos insumos.

Muchas sustancias químicas, cuando se utilizan adecuadamente, pueden contribuir significativamente al mejoramiento de nuestra calidad de vida, salud y bienestar. Pero otras sustancias químicas son muy peligrosas y pueden incidir negativamente en nuestra salud y en el medio ambiente cuando no se administran de forma adecuada.

La seguridad de las sustancias químicas se logra realizando todas las actividades que tengan que ver con estas sustancias de manera tal que se garantice la seguridad de la salud humana y el medio ambiente. En esta categoría se incluyen todas las sustancias químicas, naturales y preparadas, así como todo tipo de situaciones de exposición, desde la presencia natural de estas sustancias en el medio ambiente hasta la extracción o síntesis, la producción industrial, el transporte, el uso y la eliminación.

## Normatividad que regula el uso de sustancias químicas en Colombia

- NTC 4435, para transporte de mercancías-hoja de seguridad para materiales.
- Ley 09 de 1979 "Código Sanitario".
- Resolución 2400 de 1979 "Por la cual se establecen algunas disposiciones sobre vivienda, higiene y seguridad en los establecimientos de trabajo".
- Ley 55 de 1993 "Convenio número 170 y la recomendación número 177 sobre la seguridad en la utilización de los productos químicos en el trabajo", adoptados por la 77a. Reunión de la Conferencia General de la OIT, Ginebra, 1990.
- Ley 1562 de 2012 "Por la cual se modifica el Sistema de Riesgos Laborales y se dictan otras disposiciones en materia de salud ocupacional".
- Decreto 1072 de 2015 "Por medio del cual se expide el Decreto Único Reglamentario del Sector Trabajo".
- Resolución 312 del 13 de febrero de 2019 "Por la cual se definen los estándares mínimos del Sistema de Gestión de Seguridad y Salud en el Trabajo"
- Decreto 1496 de 2018 "Por el cual se adopta el Sistema Globalmente Armonizado (SGA) de clasificación y etiquetado de productos químicos y se dictan otras disposiciones en materia de seguridad química".
- Resolución 666 de 2020 "Por medio de la cual se adopta el protocolo general de bioseguridad para mitigar, controlar y realizar el adecuado manejo de la pandemia del Coronavirus COVID 19".
- Lineamientos para la implementación del Sistema Globalmente Armonizado de clasificación y etiquetado de productos químicos en Colombia, competencias del sector salud del Ministerio de Salud y Protección Social.



**Nota importante:** El documento del SGA/GHS es una publicación de las Naciones Unidas conocida coloquialmente como "El Libro Púrpura". Es lo que se conoce como el Sistema Globalmente Armonizado: (SGA/GHS).

#### **Estructura**

- -Una primera sección introductoria que enuncia el alcance, las definiciones y los elementos de comunicación de peligros.
- Criterios de clasificación de peligros físicos.
- Criterios de clasificación de peligros para la salud.
- Clasificación de peligros para el medio ambiente.

El Libro Púrpura es un documento que se ha ido actualizando cada dos años, siendo la última versión revisada la del 2017.

En el pasado, distintos países y laboratorios del mundo utilizaban diversos sistemas para clasificar, etiquetar y transportar reactivos químicos; es por ello que se decide unificar un sistema denominado Sistema Globalmente Armonizado: (SGA/GHS).

**Nota importante:** Para profundizar en el tema, le invitamos a revisar el siguiente video. Video. Superintendencia de Riesgos del Trabajo (2016, diciembre 2). El etiquetado según el sistema globalmente armonizado (SGA). Youtube.

https://www.youtube.com/watch?v=IDv9Cptgio8&t=47s

## Implementación de normativa

La Ley 55 de 1993 aprobó el Convenio 170 y la Recomendación 177 sobre la Seguridad en la Utilización de los Productos Químicos en el Trabajo, adoptados por la 77a. Reunión de la Conferencia General de la Organización Internacional del Trabajo – OIT, que tuvo lugar en Ginebra en el año 1990, la cual obliga a las autoridades a establecer sistemas y criterios específicos apropiados para clasificar los productos químicos en función del tipo y grado de riesgos físicos y a la salud que representan.

Para profundizar en el tema, le invitamos a revisar el siguiente video.

Video. Medicina Laboral. (2018, 21 agosto). ¿Qué es el Sistema Globalmente Armonizado del Decreto 1496 de 2018?. Youtube.

https://www.youtube.com/watch?time\_continue=558&v=rSZ3E7\_JChk&feature=emb\_logo



"Que en el marco del proceso de adhesión de Colombia a la Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico (OCDE), se han formulado recomendaciones al país relativas a la incorporación de instrumentos para la gestión de Químicos Industriales y la Prevención de los Accidentes Mayores".

"Que es de gran importancia adoptar un sistema de clasificación de sustancias químicas que permita contar con herramientas para la identificación y comunicación de sus peligros. como herramienta para la prevención de los potenciales efectos que éstas puedan tener sobre la salud humana y el ambiente".

"Que la Organización de Naciones Unidas (ONU), con participación de la Organización Internacional del Trabajo (OIT) y la Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico (OCDE), han desarrollado el Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos (SGA), el cual fue aprobado por el Consejo Económico y Social de las Naciones Unidas en el año 2002, con el objetivo de normalizar y armonizar la clasificación y la comunicación de peligros de los productos químicos"

"Que a través del SGA, los criterios para clasificar los productos químicos han sido armonizados y así mismo, las indicaciones de peligro, los símbolos y las palabras de advertencia se han normalizado y ahora constituyen un sistema integrado de comunicación de peligros, dando las pautas y lineamientos para el etiquetado de los productos químicos, así como para la creación de Fichas de Datos de Seguridad".

"Que la adopción del Sistema Globalmente Armonizado por parte de las empresas en las que se manipulan sustancias químicas peligrosas representa en sí una acción de promoción y prevención de las que trata el artículo 9° de la Ley 1562 de 2012 "Por la cual se modifica el Sistema de Riesgos Laborales y se dictan otras disposiciones en materia de Salud Ocupacional"

#### Referencias bibliográficas

Algoestadistica. (2011, 23 abril). Notación científica. Probabilidad y Estadística. http://pedroprobabilidadyestadistica.blogspot.com/2011/04/notacion-científica.html

Universidad Miguel Hernández de Elche. (s. f.). Preparación de Medios de Cultivo. Catálogo de Prácticas de Microbiología.

https://docenciamicrobiologia.umh.es/indice-de-practicas/1-preparacion-de-medios-de-cultivo/