



### Manejo de Muestras (MPMS API 8.3 / ASTM D 5854)

#### Introducción

Mucho se discute acerca de cómo deben ser tomadas las muestras de combustibles y como deben ser analizadas. Sin embargo, una parte igualmente importante del proceso de control de calidad ocurre después que las muestras son tomadas y antes de que sean analizadas. Lo que ocurre en este período es lo que llamamos “Manejo de Muestras” (Sample Handling). Incluso se puede ir más allá e incluir en este concepto a las actividades relacionadas con la disposición final de las muestras (o descarte).

#### Qué es el Manejo de Muestras

Nos referimos a la manipulación, mezclado y acondicionamiento de la muestra que se requiere para asegurar que el material que es transferido al equipo de análisis o a un contenedor de almacenamiento intermedio es representativo del material que estaba en el contenedor original. En otras palabras, si en cualquier momento del período que media entre la toma de muestra y el análisis, es necesario transferir parte o todo el material desde un envase a otro, debemos tomar todas las precauciones necesarias para asegurar que la muestra no sufre cambios como resultado de estas transferencias. Del mismo modo, las precauciones asociadas al embalaje y transporte de las muestras desde el punto de muestreo hasta el laboratorio o almacenamiento, son parte de este proceso.

#### Envases de Muestras

Los envases o contenedores de muestra son aquellos que se usan para obtener las muestras desde el tanque o depósito donde el producto se encuentra almacenado. En muchos casos, el contenedor primario (el

primero en recibir la muestra), es el mismo equipo de muestreo.

Ningún envase en particular cumplirá con todos los requerimientos de todas las operaciones de muestreo. Las siguientes consideraciones generales sobre diseño y configuración para envases de muestras deberían tomarse en cuenta:

- ◆ Los envases deben permitir el drenaje continuo del líquido hacia el punto de salida y asegurar el vaciamiento complete.
- ◆ Los contenedores cilíndricos son más apropiados para muestras que van a ser analizadas para agua y sedimentos (S&W).
- ◆ Las superficies internas deben minimizar la corrosión, la incrustación y la adherencia de agua y sedimentos.
- ◆ Deben tener una boca de entrada de tamaño suficiente para facilitar el llenado y el vaciado.
- ◆ Deben tener tapas o sistema de cerrado que asegure su hermeticidad.
- ◆ Deben poder ser sellados (precintados).
- ◆ Deben permitir la preparación de mezclas homogéneas de la muestra, previniendo la pérdida de cualquier constituyente que pueda afectar la naturaleza representativa de la muestra y la subsecuente exactitud del resultado analítico.

#### Material de los Envases

Generalmente se usan envases hechos de vidrio, metal o plástico. Sin embargo, el plástico posee una muy limitada utilidad, especialmente para almacenamiento de mediano y largo plazo.

Las **botellas de vidrio** son, en general, las más apropiadas. Dado que algunos productos de petróleo y petroquímicos son afectados por la exposición a la luz del sol, botellas color café o ámbar son las preferidas en estos casos.

Los **envases metálicos** de hojalata estañada o acero medio deben tener costuras soldadas en el exterior, debido a que el material fundente usado en el proceso de soldadura puede contaminar la muestra.

- ◆ Los análisis de resistencia a la oxidación y rigidez dieléctrica, por ejemplo, son sensibles a la contaminación con material fundente.
- ◆ Los envases metálicos también son susceptibles a la corrosión, lo cual puede afectar el contenido de agua en la muestra, entre otros problemas.
- ◆ Aquellos envases metálicos con revestimiento epóxico en su interior pueden tener contaminación residual del proceso de recubrimiento y deben ser bien lavados antes de su uso.

Si se usan **botellas plásticas**, éstas deben ser hechas de polietileno o polipropileno de alta densidad, pero deberían ser consideradas para un almacenamiento de corto plazo. La mayoría de los plásticos son derivados del petróleo y reaccionarán con los hidrocarburos si están en contacto por un período de tiempo suficientemente largo.

### Cierres de los envases

Las tapas de rosca son las más comunes para los envases de vidrio, metal y plástico. Una contratapa adicional puede utilizarse para asegurar la hermeticidad de la muestra.

Los corchos no deberían ser utilizados pues permiten la pérdida de componentes livianos, lo cual puede afectar los resultados analíticos.

Tapones de goma nunca deberían ser utilizados.

### Selección de Envases

El Apéndice A del MPMS API Capítulo 8.3 (ASTM D 5854) provee las pautas para elegir el contenedor más apropiado para petróleo crudo y productos derivados, con la excepción del combustible de aviación (Jet Fuel). Para este producto se debe consultar la norma ASTM D 4306.

### Manejo y Preparación de Compuestos

Si el procedimiento de muestreo requiere tomar múltiples muestras desde un tanque, o en el caso de un buque-tanque, muestras múltiples o individuales desde varios tanques, los análisis pueden realizarse a cada muestra o a una **muestra compuesta**, obtenida al mezclar porciones de varias muestras individuales.

Las muestras compuestas consisten de partes proporcionales de distintas muestras que representa al producto total.

Las muestras compuestas son hechas preferentemente en el laboratorio y el método de confección, su composición, debería quedar documentado.

Elaborar muestras compuestas que deben ser analizadas para densidad, así como para el contenido de agua y sedimentos, es especialmente difícil, aunque no se aprecie habitualmente así. Antes de preparar el compuesto, cada muestra individual debe ser homogenizada, normalmente mediante agitación, lo cual puede resultar en pérdida de componentes livianos, lo que podría afectar el



análisis de densidad. Normalmente, el enfriar las muestras puede minimizar esas pérdidas.

Se recomienda que una porción de cada muestra individual, usada para elaborar un compuesto, sea retenida separadamente para un eventual re-análisis.

Lo ideal es que los análisis sean realizados sobre muestras que han sido extraídas directamente desde la fuente de origen del producto, o sea, en su envase primario. Sin embargo, esta situación muchas veces no es posible de concretar. De todas maneras, el número de transferencias de muestras a envases intermedios debe ser minimizado tanto como sea posible. Cada uso de contenedores intermedios, o transferencias de muestra, incrementa las posibilidades para:

- ◆ Pérdida de componentes livianos
- ◆ Pérdida de agua debido a la adherencia o mezclado insuficiente
- ◆ Contaminación de la muestra desde fuentes externas, incluyendo las condiciones climáticas.

### Homogenización de Muestras

Dependiendo del método de análisis a utilizar, una muestra requiere generalmente ser homogenizada previamente, ya sea por medio de una agitación manual o por medio de agitadores electro-mecánicos.

### Conclusión

El Capítulo 8.3 del API Manual of Petroleum Measurement Standard (MPMS) y la norma ASTM D 5854 son documentos análogos, editados en conjunto por ambas organizaciones normativas. Esta publicación provee el puente que conecta el procedimiento de muestreo con el método de análisis y tiene aplicabilidad general para todas las actividades de muestreo y análisis, así como una aplicación específica para los métodos de determinación de agua y sedimentos en petróleo crudo.