

#### 4.1.- ELMUESTREO Y LA CONSERVACIÓN DE LAS MUESTRAS

##### 4.1.1.- **Introducción y objetivos**

El muestreo incluye la toma del material que forma el suelo de modo tal que tenga en cuenta la variabilidad del mismo, el manejo, transporte y tratamiento de la muestra y, por último, la toma de fracciones para las determinaciones analíticas concretas.

El muestreo de un suelo es por tanto, la etapa previa al análisis y determinación de contaminantes. Es probablemente la fase más importante para la obtención de datos analíticos que puedan considerarse con seguridad datos de

calidad, sobre los que basarse a la hora de considerar o dictaminar sobre el grado y tipo de contaminación.

El muestreo no es un hecho aislado, no consiste sólo en la toma de muestra de un determinado suelo y lugar, sino que es toda una estrategia y metodología, relacionada con la heterogeneidad del medio, con el tipo y cantidad de contaminantes que previsiblemente puede contener, con las técnicas que van a usarse en las determinaciones analíticas y sus límites de detección, con las dimensiones del área a estudiar, con la precisión y grado de certeza con que se quiera evaluar la previsible contaminación, y con otras variables locales.

En cualquier caso, el muestreo debe ser *representativo*, esto es, que una muestra o grupo de muestras refleje con precisión la concentración y estado de cualquier componente en un determinado lugar y tiempo. Los resultados obtenidos de las muestras representativas deben mostrar las variaciones de los contaminantes y sus concentraciones. Las variables que afectan a la representatividad de una muestra son las siguientes:

- Las variaciones en la composición mineralógica del suelo, su permeabilidad y capacidad sorcitiva y de tamponamiento.
- Las variaciones en la composición química de los contaminantes en el área
- Las variaciones temporales en la composición del medio
- Los errores sistemáticos o esporádicos producidos en el propio muestreo, en la manipulación y en el transporte de las muestras al laboratorio
- Los errores en los resultados analíticos producidos por un almacenamiento incorrecto o por la preparación de la muestra en el laboratorio

Los efectos de la heterogeneidad se compensan tomando un gran número de muestras. Normalmente las dudas sobre la representatividad del muestreo suelen ser mayores que sobre los datos analíticos obtenidos. El error procedente de la toma de muestra y su manipulación es de tres a seis veces mayor que el que ocasiona la toma de porciones en el laboratorio y los procedimientos de análisis, aún cuando el procedimiento de campo sea más refinado de lo que es normalmente.

Con respecto a las variaciones de composición de los contaminantes con el transporte y tiempo, suele haber pocos cambios si los análisis se realizan en unas pocas semanas después del muestreo, aunque algunos cambios se pueden producir por procesos químicos y biológicos: oxidación, evaporación, degradación biológica. Todos ellos se producen lentamente pero son más importantes cuanto más superficial es la muestra.

Las muestras más profundas del suelo (sedimentos, rocas frescas) varían poco de un muestreo a otro por la falta de aireación que impide cambios en los contaminantes, pero en todo caso sólo representan al punto muestreado, lo mismo que las muestras de suelo.

Otras fuentes de error pueden provenir de la manipulación de las muestras, contaminándose una muestra por los medios mecánicos utilizados, si éstas no se han limpiado bien antes de hacer el siguiente muestreo.

Para controlar algunos de estos parámetros se suele recurrir a: a) duplicados (obtenidos de la propia muestra por subdivisión), b) tomar otra muestra próxima a 0.5-1 m de distancia de un punto muestral determinado, c) añadir a la muestra cierta cantidad conocida de unos contaminantes.

También se pueden derivar una serie de errores de la identificación de las muestras -a veces el criterio es confuso, o se producen duplicaciones -, del manejo de las muestras durante el transporte, y de las preparaciones previas en el laboratorio (homogeneización, subdivisión, etc.).

En resumen, la validez de un determinado valor analítico para un suelo depende de un correcto muestreo. Cuando la muestra analizada no es representativa, el resultado del análisis dará un valor que no describe necesariamente la propiedad del suelo que se determina. Para que el valor analítico pueda servir para describir la propiedad o característica que se está investigando es necesario que: a) la muestra represente el suelo en su totalidad, b) no se produzcan cambios en la muestra global, o en las distintas partes en que se dividan, antes de realizar los análisis, c) las distintas alícuotas de la muestra representen al total.

#### 4.1.2.- Reconocimiento de la zona e investigación preliminar

La planificación del muestreo de una zona para conocer su posible contaminación, se debe realizar sobre la base de una serie de datos adquiridos a partir del reconocimiento y de la investigación preliminar.

El *reconocimiento* de una zona o *inspección* consta de dos fases: a) trabajos de gabinete y b) visita de campo.

Los objetivos de estos trabajos de inspección son:

- Conocer las condiciones actuales del área y las actividades que históricamente han tenido lugar.
- Proporcionar una base para planificar el muestreo de forma correcta y eficaz
- Prever los medios necesarios para proteger la salud y la seguridad del personal y del medio

Los trabajos de gabinete incluyen la revisión y acopio de toda la información relevante sobre la zona de estudio, por ejemplo: localización, infraestructura, usos, historia, tipos de suelos y propiedades, etc.

La visita a la zona, durante o después de la fase anterior, proporciona una primera impresión sobre la correlación que existe entre la cartografía y la realidad, y da una gran información en corto tiempo. En muchos casos es hasta necesario hacer un mapa de detalle o corregir la cartografía de la que se dispone. Normalmente en esta visita no se toman muestras, al menos que se quiera conocer el tipo de suelos y elegir además correctamente los equipos de muestreo.

A partir de estos trabajos se debe emitir una primera hipótesis sobre posibles contaminantes, distribución espacial y heterogeneidad, para terminar con una propuesta de planificación de la investigación. Respecto a la extensión areal de la contaminación se pueden distinguir dos tipos: grandes extensiones, que están contaminadas esencialmente en superficies, y áreas localizadas, que normalmente se sitúan cerca de las fuentes de contaminación.

En relación con los contaminantes se debería evaluar en esta fase preliminar la relativa movilidad y toxicidad. Los contaminantes se consideran móviles y tóxicos cuando el tiempo de permanencia en fase sólida es corto, aumentando así las posibilidades tóxicas; por el contrario los contaminantes inmóviles no son tóxicos, disminuyendo su peligrosidad.

El punto más delicado de esta fase de reconocimiento es la formulación de una hipótesis. En general esta hipótesis va en dos direcciones: a) probablemente el suelo no está contaminado, o b) el suelo está potencialmente contaminado.

En el primer caso se debe recomendar una investigación de comprobación, seleccionando las sustancias contaminantes a estudiar que razonablemente pudieran existir, dependiendo de la utilización del suelo y de las actividades que han tenido lugar en la zona.

Si, por el contrario, existen buenas razones para suponer que el suelo está contaminado, se debe definir con más detalles el tipo de contaminación y la

fuelle, su distribución espacial y homogeneidad en profundidad, la época de la contaminación y sobre todo la relación que puede haber con el tipo de suelo y sus horizontes.

Muchas veces el resultado del reconocimiento conduce a definir subáreas dentro de la zona estudiada, que poseen previsiblemente distintos grados de contaminación. Es cómodo entonces subdividir la zona de estudio en unidades más pequeñas, que a falta de otros criterios, no deben ser superiores a 1000 m<sup>3</sup>. Esta unidad espacial se puede suponer homogénea en relación con los contaminantes y las propiedades de suelo.

La siguiente fase es la *investigación preliminar* cuyo objetivo es verificar la presencia de contaminantes en los suelos. Los aspectos que se deben considerar para realizar esta investigación son los siguientes:

- la hipótesis formulada durante el reconocimiento de la zona
- los niveles del suelo que se deben muestrear y la profundidad
- el tipo de muestreo y el número de muestras a tomar
- los contaminantes que deben analizarse

Si en la etapa anterior se decidió establecer unidades dentro del área a investigar, esta fase de investigación se puede realizar en cada unidad siguiendo o no los mismos criterios para todos.

Las sustancias que deben determinarse como posibles contaminantes, si no hay certeza o al menos sospecha de cuáles son éstos, cubrirán un amplio espectro. Una posible lista de contaminantes puede ser la siguiente: metales tales como Pb, Zn, Cd, Cu, Ni, As, Hg y Cr; compuestos orgánicos volátiles tales como compuestos halogenados y aromáticos; aceites minerales, fenoles y cianuros. Además sería conveniente determinar pH, conductividad eléctrica, materia orgánica, óxido-hidróxido de hierro, carbonatos y fracción fina (<10µm). Si se analiza además aguas subterráneas (porque está próxima a la superficie) se recomienda especialmente el análisis de elementos móviles y de compuestos orgánicos volátiles.

La profundidad a la que se debe proceder en el muestreo del suelo es variable y depende de su desarrollo y uso. En general se recomienda que una muestra represente como máximo 0,5m en vertical, si hay tierra de labor la primera muestra debe ser de no más de 20-25 cm, y si se trata de una pradera la profundidad apropiada para la primera muestra es de 10 cm.

Para definir el tipo de muestreo se debe tener en cuenta las posibles variaciones laterales, pero si se sospecha una cierta homogeneidad horizontal,

basta con tomar en los perfiles tres muestras: la superficial (hasta 10 ó 20 cm), la inmediatamente inferior (hasta 50 cm) y otra hasta 1 m, al menos que se desee muestrear también la roca madre y ésta se encuentre a más de 1 m de profundidad, en cuyo caso debe proseguir en intervalos de 50 cm.

En suelos cultivados es aconsejable tomar la muestra más superficial en un número aproximado de 20-25 por hectárea y hacer una muestra compuesta (ver apartado 4.1.4.4), que represente el suelo de labor del área estudiada.

El sistema de muestreo elegido para representar al máximo de variables que se desean controlar, debe de evitar que se favorezcan puntos que coincidan sistemáticamente con regularidades del terreno, bien naturales o resultantes de la actividad agrícola, por ejemplo.

Cuando se supone que la contaminación de un suelo es bastante homogénea, es aceptable para establecer medias tomar un mínimo de cinco muestras por nivel (horizonte o estrato) por cada hectárea. Pero si hay una gran heterogeneidad en la distribución, suele deberse a que existen zonas muy contaminadas en lugares determinados (hot spots), que es necesario descubrir y muestrear con más detalle (4-5 muestras de suelo por cada una de estas “bolsas de contaminación”). Si hubiera muchos de estos puntos en un área extensa, bastaría con identificarlos tomando una muestra por cada uno de ellos.

En general en esta fase de investigación de zonas supuestamente contaminadas no se debe dejar de tomar una muestra por cada volumen aproximadamente de 25 m<sup>3</sup> (por ejemplo una superficie de 50m<sup>2</sup> y una profundidad de 0.5 m), o de 30 Tm de suelo contaminado.

La calificación de suelo contaminado se hará en todo caso tras el análisis de las muestras de esta investigación preliminar, en relación con los umbrales definidos por cada región o localidad como tales. En caso de que no existan estos valores que deben ser establecidos por la autoridad competente, se pueden tomar como referencia los valores de fondo correspondientes a zonas próximas o de igual características que no estén declaradas como contaminadas.

#### 4.1.3.- Planificación del muestreo en la etapa de estudio o investigación

Una vez valorados todos los datos procedentes de las fases de reconocimiento y de investigación preliminar, se puede planificar la investigación en profundidad de una zona contaminada. Estos estudios tiene como objetivos: a) establecer la extensión del área contaminada y el grado de contaminación, b) determinar los riesgos y valorar los peligros.

En relación con el primer objetivo, que es el que nos ocupa en este Informe, es necesario disponer de un mayor número de muestras y datos que permitan correlaciones espaciales detalladas y hagan posible la aplicación de modelos matemáticos para representar la distribución tridimensional de los contaminantes de una zona. El número de muestras debe ser suficiente para que por interpolación de los resultados se haga factible establecer un modelo, pero no debe ser excesivo porque puede hacer económicamente inviable la investigación.

A modo de recomendación pueden tomarse los siguientes intervalos de muestreo en función del detalle del estudio:

- Para investigaciones de detalle: una muestra cada 5x5 m en horizontal
- Para investigaciones a escala media: una muestra cada 15x15 m en horizontal
- Para estudios a gran escala: una muestra cada 25x25 m en horizontal.

Estas mallas de muestreo darían como resultado entre 400 y 16 muestras por hectárea, pasando del estudio más detallado al más grosero.

Los datos obtenidos de los análisis de las muestras pueden servir para aplicar los procedimientos estadísticos que modelicen la distribución areal (o espacial) de la contaminación. Dado que los procesos de contaminación son normalmente muy complejos al depender de una combinación de un gran número de variables, es difícil establecer un número de funciones determinísticas que puedan ser aceptados como suficientes para detallar y explicar la contaminación real o potencial de un suelo. Por ello tiene más ventajas usar un método de aproximación probabilístico que determinístico. Esto significa usar métodos estadísticos o geoestadísticos.

Durante la fase de investigación preliminar pueden aplicarse en algunos casos criterios estadísticos clásicos que permiten estimar promedios y percentiles, y en la fase de investigación, donde el número de datos disponibles será bastante mayor, se puede intentar la definición de la estructura espacial, aplicando métodos geoestadísticos, que pueden también verificar la validez del muestreo, calcular los errores e intervalos de probabilidad en relación con la extensión de la contaminación.

Esta fase de investigación se puede hacer, si se considera necesario, a un sector limitado de la zona contaminada, como una investigación piloto que sirva para probar y corregir si es necesario, el plan de muestreo propuesto.

#### 4.1.4.- Tipos de muestreo para suelos

El objetivo esencial de un muestreo es elegir una parte del suelo que sea representativa del todo-uno. Existen varias opciones para realizar un muestreo y lograr que sea preciso y correcto y al mismo tiempo no sea muy costoso. Los métodos usados son los siguientes.

##### 4.1.4.1.- *Muestreo al azar*

Es probablemente el más simple de todos. La selección de las muestras se deja completamente al azar y no hay relación con ninguna variación observada en el suelo. Es un método por el que cada muestra o propiedad del un suelo tiene la misma probabilidad de ser tomada y considerada. En un campo homogéneo es un método satisfactorio, pero si existe una gran variabilidad en la población es mejor usar uno de los métodos siguientes.

##### 4.1.4.2.- *Muestreo sistemático*

Como el propio nombre indica, el muestreo debe ser hecho sistemáticamente. Por ejemplo, a intervalos fijos (cada 5 cm), o sólo en laderas y cimas de montes, o para una finca el suelo que está bajo cada árbol, etc. Este tipo de muestreo se puede combinar con el anterior al azar. Las posiciones de las tomas de muestras deben localizarse previamente en un mapa (tanto las sistemáticas, como las al azar) y se pueden elegir todas o sólo una de cada dos, por ejemplo.

También se pueden establecer cuadrículas y tomar la muestra en el centro de cada cuadrado, o alternativamente uno de cada dos, o en los vértices de cada cuadrado, etc. La malla depende del área a muestrear y de la exactitud y representatividad que se quiere conseguir.

Este muestreo sistemático da resultados más exactos que el muestreo al azar, porque las muestras se distribuyen más regularmente en toda la población. Sin embargo, si la población presenta una variación periódica (sistemática) de una propiedad, o si el intervalo entre muestras sucesivas coincide con el ritmo de variación, se obtendrán muestras sesgadas, por lo que antes de proceder a este tipo de muestreo se recomienda hacer un estudio preliminar para conocer la naturaleza y variabilidad del suelo.



#### 4.1.4.3.- *Muestreo estratificado*

Se emplea normalmente en áreas heterogéneas. Para ello, se divide el área en partes relativamente homogéneas, a las que se denomina “estratos” y en cada una de ellas se realiza un muestreo sistemático o al azar, tomando un número de muestras proporcional al área que representan respecto al total.

#### 4.1.4.4.- *Muestreo compuesto*

Se trata de mezclar las muestras tomadas en un área determinada para obtener una sola que presumiblemente representa al total. Tiene la ventaja de que permite un muestreo mayor sin aumentar el número de análisis. Este tipo de muestreo es válido si: 1) el volumen de la muestra representa a una población homogénea, 2) en la muestra compuesta contribuyen por igual cada una de las muestras individuales, 3) no se han efectuado cambios durante la manipulación para obtener la muestra compuesta, que pudieran afectar a los resultados analíticos, y 4) el único objetivo es estimar unos valores medios sin ningún tipo de riesgos.

Este tipo de muestreo se realiza cuando la media es más importante que la variabilidad. El número de muestras para mezclar oscila entre 4 y 16 (máximo 25), y como regla general, el área representada por una muestra compuesta no debería ser superior a 1 Ha (100 x 100 m). Este límite puede ser mayor (hasta 5 Ha) si la zona a investigar es razonablemente homogénea, o sea si la zona puede considerarse como un todo.

#### 4.1.5.- **Trabajos de campo**

##### 4.1.5.1.- *Determinación del número de muestras*

Cómo ya se adelantó en los apartados 4.1.2 y 4.1.3, el número de muestras a tomar por hectárea y en profundidad, depende del tipo de investigación y de la supuesta contaminación existente. En todo caso debe garantizar un conocimiento razonable de la contaminación existente, el grado y distribución.

Nunca es fácil a priori decidir el número de muestras que se debe tomar (al menos que haya una fuerte limitación económica). Desde el punto de vista estadístico, una primera decisión se debe tomar sobre cuál puede ser el error tolerable, llamado normalmente error aceptable E.

Este error se puede calcular como:

$$E = \pm t (V)^{0.5}$$

donde  $V = S^2/n$ ;

$t$ =valor t-test,  $V$ = varianza,  $S^2$  = suma de los cuadrados de los valores y  $n$ = número de muestras.

El número de muestras necesarias para un error aceptable se puede calcular por una de las siguientes fórmulas:

$$n = 4\sigma^2/E^2 \quad (1) \quad \text{ó} \quad n = t^2 S^2/E^2 \quad (2)$$

siendo  $\sigma$  = desviación estándar

La ecuación (2) es preferible porque tiene en cuenta el valor  $t$ , o sea el nivel de probabilidad. La desviación estándar se calcula por la fórmula:

$$\sigma = \sqrt{\Sigma(x_i - \bar{x})^2/n-1}$$

y la suma de los cuadrados  $S^2$  se obtiene como:

$$S^2 = \Sigma(x_i - \bar{x})^2/n-1$$

Con estas ecuaciones se puede determinar el número de muestras que se puede tomar en una planificación al azar, sistemática o estratificada, de acuerdo con los límites de errores aceptables.

Una vez determinado el número de muestras, hay que determinar la homogeneidad de la varianza (reproducibilidad) de los análisis para comprobar si este número de muestras y el tipo de muestreo fué correcto. El estudio de la varianza se puede hacer aplicando el test de Levene, que nos indicará para una probabilidad dada si las medidas efectuadas son o no reproducibles. En caso de ser reproducibles el muestreo será válido. Posteriormente se puede continuar el análisis estadístico de los resultados obtenidos comprobando su exactitud mediante el empleo del test ANOVA.

#### 4.1.5.2.- *Trabajos previos al muestreo. Localización de los puntos de muestreo y preparación.*

La selección, localización y preparación de los lugares de muestreo depende de los objetivos de la investigación, de las informaciones previas y de las condiciones de la propia zona a muestrear.

Los puntos de muestreo se deben localizar con exactitud e indentificar perfectamente, por si fuera necesario repetir el muestreo, para reseñar los datos en los mapas con precisión y para permitir conservar y procesar datos mediante ordenador.

La trama del muestreo de acuerdo con el tipo de muestreo elegido, se representa previamente en un mapa a escala conveniente.

Una vez perfectamente situado el muestreo se debe comprobar en el campo las posibilidades reales de ejecutarlo, para si no fuera posible debido, en algunos casos a obstáculos insalvables, modificarlo.

Además, los lugares para muestrear deben prepararse, eliminando depósitos superficiales (p.e. basuras u otros residuos incontrolados), estableciendo medidas de seguridad, instalando instrumental de medidas, si es el caso, etc.

#### 4.1.5.3.- **Muestreo**

Las *herramientas* que pueden usarse para tomar muestras son tubos, taladros, picos y palas, dependiendo de la profundidad del muestreo.

Las *muestras* pueden ser *superficiales*, obtenidas por simple excavación, o más *profundos* realizando obras y abriendo perfiles o haciendo sondeos. También se pueden aprovechar trincheras y cortes de carreteras para tomar niveles profundos que queden claramente expuestos.

El *procedimiento* para extraer las muestras superficiales se realiza haciendo una pequeña excavación en forma de cono con el pico y la pala a la profundidad deseada, tomando la parte central de la excavación que se coloca en una bolsa de plástico limpia. Si el suelo está endurecido se puede hacer con barrena, pero el volumen extraído es menor.

Las muestras profundas se obtienen usando tubos y barrenas, o bien, como se mencionó antes, aprovechando trincheras y cunetas de carreteras, pero también a partir del perfil abierto directamente por excavación. Las barrenas, taladros y tubos de sondeos introducen con frecuencia contaminantes y suelen mezclar niveles profundos, por lo que parece más seguro el muestreo de trincheras, siempre que se limpien superficialmente, y el de perfiles abiertos por excavación.

El *tamaño* de la muestra para determinaciones químicas, mineralógicas, fisico-químicas y texturales debe ser tal que proporcionen las submuestras

necesarias y permita la conservación de duplicados. La cantidad no debe ser inferior a 500 g y es más recomendable una muestra de 2Kg, aunque en casos de suelos areno-gravosos, puede necesitarse una mayor cantidad si se necesita hacer análisis granulométrico. En general cuanto más grueso es el material mayor cantidad de muestra se necesita. Por otra parte, en un muestreo sistemático de una zona el volumen de todas las muestras debe ser sensiblemente igual.

Las *muestras* representativas de suelos contaminados deben centrarse en un primer nivel de alrededor de 20 cm, que habitualmente contendrá materia orgánica y vegetales, y que se tomará como un todo-uno. Si la capa arable es inferior a 20 cm la muestra se tomará al menos hasta una profundidad de 10 cm, siempre suponiendo esta magnitud la altura del cilindro muestreado. En los casos que se pretenda conocer la evolución en profundidad, se continuará el muestreo de los perfiles, tomando muestreos sistemáticos que representen intervalos de 20 cm hasta un máximo de un metro, o hasta la roca madre, que también se muestreará hasta unos 20 cm de profundidad.

Si solo se realiza el muestreo superficial se puede hacer sistemático y/o al azar y terminar con muestras compuestas (por ejemplo para determinar promedios de algunos elementos o sustancias en un área o en un horizonte edáfico). Pero si se quiere conocer la distribución areal o en profundidad de un elemento no es posible eliminar muestras (análisis) por el procedimiento de mezclas.

Las muestras deben ser *etiquetadas* con rotuladores grasos, introduciendo además un duplicado en su interior. En la identificación debe constar una referencia al proyecto, unas siglas que faciliten la localización, número de orden la muestra y la fecha.

El muestreo se acompañara de una *documentación* (Ficha de Campo) con una serie de datos que incluirá las siglas de la muestra, la situación exacta (coordenadas marcadas por GPS) y localidad, la fecha de recogida, la litología de la roca madre, el tipo de suelo y descripción del perfil, en su caso (o al menos si el suelo está o no bien desarrollado), el cultivo, las condiciones topográficas y paraje.

Las secuencias de muestras tomadas en perfiles abiertos serán señalados con escalas métricas o estaquillas, y se tomaran fotografías del perfil y muestreo.

La *época para el muestreo* puede y debe programarse en muchos casos, por ejemplo cuando las sustancias contaminantes que van a investigarse o sus características pueden verse afectadas por factores estacionales o actividades humanas (clima, fertilizantes, uso de herbicidas, extracciones mineras

temporales, accidentes industriales, etc.). Las repeticiones del muestreo proporcionara la evolución de los contaminantes con el tiempo y con los factores que los condicionan.

Si no hay una preferencia particular para elegir el tiempo del muestreo, la mejor época es el verano y comienzos del otoño, que es cuando los efectos estacionales son mínimos. En suelos cultivados la época viene más bien determinada por la secuencia de cosechas y se debe evitar entonces los momentos en que se añaden fertilizantes y otros productos. En algunos casos se recomienda hacer un muestreo de tejidos de plantas al mismo tiempo que el de suelos y hacerlo a mitad o final del verano. Así, de forma paralela, se pueden comparar los contaminantes del suelo y los efectos en la vegetación.

#### 4.1.6.- Conservación de la muestra y almacenamiento

Una vez que la muestra se ha recogido, se debe guardar en un contenedor apropiado: bolsa de papel o plástico, o bote de plástico, por ejemplo y mantenerse tanto como sea posible en su estado original, evitando cualquier tipo de contaminación y de transformación.

En el laboratorio el primer paso para la conservación de la muestra es el secado al aire, bien estático o dinámico, pero en cualquier caso no calentado previamente. La temperatura del aire no debe pasar de los 35°C (con humedades relativas menores del 60%), porque a mayores temperaturas puede ocasionar cambios drásticos en algunas características físicas y químicas del suelo. El secado conduce normalmente a aumentar la cementación, lo que puede afectar después al análisis granulométrico. Si tiene lugar además a alta temperatura puede producir cambios en el estado de oxidación de los elementos ( $\text{Fe}^{2+}$  por ejemplo) y en el potasio de cambio, y la forma de presentarse el N y el P, así como producir ciertas reacciones microbiológicas. Estas transformaciones serán más importantes cuanto más tiempo dure el secado.

Para secar una muestra, se debe extender y destruir con cuidado los agregados groseros que se detecten a simple vista, por ejemplo con rodillos de madera o maza de mortero de caucho. Una muestra debe estar húmeda el menor tiempo posible porque se considera que en general en una muestra seca se reducen las reacciones químicas y bioquímicas al mínimo, evitando que tales reacciones sean una posible fuente de error.

Una vez seca la muestra se puede pasar a la fase de preparación (homogenización, molienda, tamizado y reducción del tamaño), o bien es almacenada hasta que pueda entrar en la rutina de los análisis de contaminantes y

otros parámetros. En la tabla 4.1, se dan algunas recomendaciones en relación con los contenedores que se deben usar y tiempos máximos que pueden transcurrir antes del análisis de determinados contaminantes. En general es recomendable que las muestras se analicen tan pronto como sea posible, en caso contrario deben conservarse en cámara frigorífica a 4°C.

**Tabla 4.1.-Contenedores, tiempo y forma de conservación para suelos**  
(Boulding, 1994)

Contaminante	Contenedor*	Tiempo máximo
pH	P,V	14 días
Amonio	P,V	28 días
Sulfatos	P,V	28 días
Sulfuros	P,V	28 días
Sulfitos	P,V	48 horas
Nitratos	P,V	48 horas
Nitritos	P,V	48 horas
Aceites y grasas	V	28 días
Carbono orgánico	P,V	28 días
<i>Metales</i>		
Cromo VI	P,V	48 horas
Mercurio	P,V	28 días
Otros metales	P,V	6 meses
Cianuros	P,V	28 días
<i>Compuestos orgánicos</i>		
Extraíbles: ftalatos, nitrosaminas, herbicidas organoclorados, PCB, compuestos nitroaromáticos, hidrocarburos aromáticos policíclicos, isoforeno, habéteres, hidrocarburos clorados y TCDD	V, con tapón de teflón	7 días hasta extracción 30 días después de la extracción
Fenoles (extraíbles)	V, con tapón de teflón	7 días hasta extracción 30 días después de la extracción
Purgantes, halocarburos y aromáticos	V con septum de teflón	14 días
Acroleína y acrilonitrilo	V con septum de teflón	3 días
Fosfatos	P,V	48 horas
Plaguicidas	V, tapón de teflón	7 días hasta extracción 30 días después de la extracción
Fenoles	V	28 días
Fósforo	V	48 horas
Fósforo total	P,V	28 días
Compuestos orgánicos clorados	V con tapón de teflón	7 días

\* P = polietileno, V= vidrio

#### 4.1.7.- **Pretratamiento**

El pretratamiento de las muestras consta de varias etapas que dependen del tipo de muestra y de su naturaleza, así como de los requerimientos individuales de los análisis que se vayan a llevar a cabo. El principal objetivo de cualquier tratamiento preliminar es proporcionar submuestras adecuadas, las cuales sean tanto representativas del suelo que se quiere caracterizar como compatible con el análisis que se va a llevar a cabo. Las diferentes operaciones de pretratamiento van a depender, por tanto, de cada problemática concreta, pero en general suelen emplearse las siguientes: secado, tamizado para eliminar sólidos voluminosos y homogeneización por mezcla y/o trituración hasta un determinado tamaño de grano.

##### 4.1.7.1.- *Secado*

La muestra completa se seca al aire o en una estufa de secado a una temperatura no superior a 40°C. El suelo debe extenderse formando una capa de grosor no superior a 15 mm, utilizando una bandeja que no absorba humedad del suelo y que no produzca contaminación. Para acelerar el proceso de secado, puede reducirse el tamaño de los terrones mayores de suelo mediante una trituración suave que no introduzca contaminación. El secado debe proseguirse hasta que la pérdida de masa de la muestra de suelo no sea mayor de un 5% en 24h.

##### 4.1.7.2.- *Trituración y eliminación de materiales gruesos. Tamizado*

Cuando la muestra de suelo se ha secado hasta formar terrones, es necesario llevar a cabo un proceso de trituración. Antes de iniciarlo, cantos, fragmentos de vidrio, residuos, etc. deben eliminarse. La masa total de muestra seca, y la masa de cualquier material eliminado en esta etapa, debe evaluarse y anotar los resultados. Una vez secada y separados los fragmentos extraños, la muestra debe reducirse de tamaño por trituración hasta alcanzar un tamaño de partícula inferior a 2mm. En este sentido, es aconsejable determinar la distribución de tamaño de partícula (curva de tamizado).

##### 4.1.7.3.- *Pulverización*

Si el material que se estudia es un suelo contaminado o un residuo, puede ser necesario pulverizar la muestra completa, incluyendo por ejemplo trozos de escoria, hasta que el conjunto pase por un tamiz de 2mm.

#### 4.1.7.4.- **Homogenización**

La muestra debe rehomogenizarse después de cualquier operación de separación, tamizado, triturado o pulverizado, ya que puede producirse la segregación de las partículas de diferente tamaño.

#### 4.1.7.5.- **Desmuestra y Cuarteo**

El desmuestra es necesario cuando la muestra, debido a su tamaño, no puede almacenarse (muestra de laboratorio) o usarse para el análisis (alícuota), empleándola en su totalidad. La muestra de laboratorio que se obtenga debe ser representativa de la muestra total. Para preparar una muestra de laboratorio, se divide la muestra secada, triturada y tamizada (fracción <2mm) en porciones de 200-300 g, mediante desmuestra manual (cuarteamiento) o utilizando algún dispositivo de desmuestra. Para preparar una alícuota para el análisis, es necesario dividir la muestra de laboratorio en porciones representativas hasta alcanzar los tamaños de muestra requeridos.

El cuarteamiento puede utilizarse para homogeneizar y dividir las muestras. Este proceso se lleva a cabo como sigue:

Etapa 1.- Disponer la muestra formando un cono sobre una superficie rugosa y limpia

Etapa 2.- Dividir el cono en cuatro partes

Etapa 3.- Tomar los sectores opuestos del cono

Etapa 4.- Mezclar el contenido de estos sectores y formar un nuevo cono. Repetir la operación hasta alcanzar justamente el tamaño de muestra que se precisa para la muestra de laboratorio