 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	TOMA DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES PARA LA RED DE CALIDAD DEL IDEAM	Código: M-S-LC-I004
		Versión: 01
		Fecha: 14/07/2017
		Página 1 de 6

1. OBJETIVO

Describir los requerimientos, instrucciones y cuidados que se deben tener en cuenta para las mediciones de campo y la toma de muestras de aguas superficiales.

2. ALCANCE

Aplica para la toma de muestras de aguas superficiales de la Red de Calidad del IDEAM.

3. NORMATIVIDAD

Norma NTC ISO/IEC 17025:2005.


4. DEFINICIONES

- **Muestra puntual:** Es la muestra tomada en un lugar representativo, en un determinado momento.
- **Muestra integrada:** La muestra integrada es aquella que se forma por la mezcla de muestras puntuales tomadas de diferentes puntos simultáneamente, o lo más cerca posible. Un ejemplo de este tipo de muestra ocurre en un río o corriente que varía en composición de acuerdo con el ancho y la profundidad.
- **Muestra y Réplica:** De la muestra integrada o puntual se toman dos porciones en botellas diferentes, de las cuales una será la muestra y otra será la réplica, con el fin de garantizar la repetibilidad y representatividad del muestreo.
- **Testigo:** Es una solución de concentración conocida de la especie química a analizar, preparada en el laboratorio con agua grado reactivo; su función es soportar y monitorear las condiciones de transporte, preservación y almacenamiento de las muestras.
- **Adicionado:** Es una muestra a la cual se le ha agregado una cantidad conocida del analito de interés. Esta adición debe hacerse en la forma prevista en el diseño de las condiciones de estandarización para que sea reproducible. La función de los adicionados es demostrar que no existen interferencias de matriz o que si existen son cuantificables y que el analito no se degrada o altera significativamente durante el muestreo y transporte, entre otras características.

5. DESARROLLO

5.1. Equipos, reactivos y materiales (Lista de Chequeo).

- Equipos portátiles para mediciones de temperatura, pH y conductividad eléctrica. Antes de salir a campo verifique su funcionamiento y efectúe la calibración preliminar (en campo se hará al menos

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	TOMA DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES PARA LA RED DE CALIDAD DEL IDEAM	Código: M-S-LC-I004
		Versión: 01
		Fecha: 14/07/2017
		Página 2 de 6

una calibración diaria). Verifique que las pilas de los equipos estén en buen estado y sean suficientes.

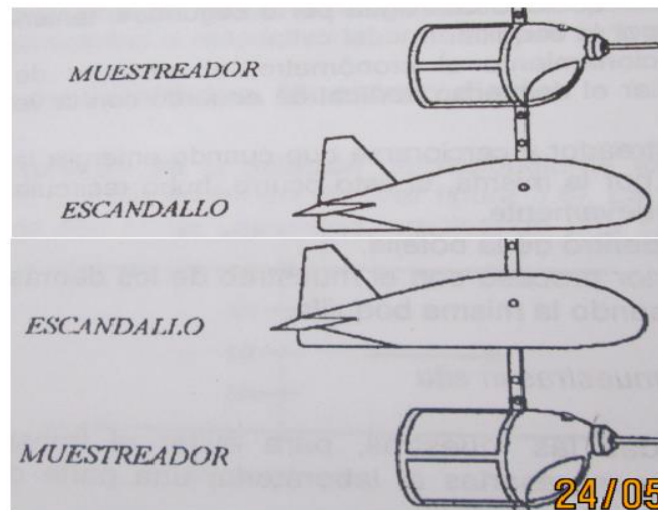
- Malacate y pesa.
- Una canastilla con galón y su juego de boquillas y/o un balde con lazo o manila de longitud suficiente para el muestreo.
- Un balde de plástico con llave en la parte inferior. La capacidad de este balde debe ser de unos 10 L a o más y se usa para la integración de muestras.
- Tubo de PVC de unos 60 cm de largo para agitar la muestra.
- Neveras plásticas con suficientes bolsas de hielo para mantener una temperatura cercana a 5°C.
- Frasco lavador.
- Toalla de papel absorbente.
- Cinta pegante y de enmascarar.
- Bolsa pequeña para basura.
- Esfero (bolígrafo) y marcador de tinta indeleble. **NO USAR LÁPIZ.**
- Tabla portapapeles.
- Guantes.
- Para la toma de muestras para Metales y Mercurio en sedimentos: bolsas plásticas rotuladas, de 40 cm de ancho por 50 cm de largo y pala plástica o guantes de caucho.
- Para determinación de O.D. por el método Winkler: botella Winkler de 300 mL, probeta plástica de 100 mL, erlenmeyer de 250 mL, bureta de 10 mL, reactivos (5 frascos).
- Agua desionizada o destilada. En su defecto utilizar agua lluvia previamente colectada en vasijas plásticas limpias, o en último caso agua del acueducto local.
- Preservantes para muestras: Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄), Ácido nítrico (HNO₃) etc.
- Botellas de plástico y de vidrio. Varía según requerimientos de análisis para cada estación. Tenga en cuenta que para algunas estaciones se hacen réplicas, adicionados y testigos.
- Formato de captura de datos en campo M-S-LC-F001 para cada estación.
- Bolsa plástica para muestreo de sedimentos y para guardar los formatos.
- Instructivos de calibración del pH-metro y conductímetro correspondientes e instructivo de muestreo de aguas superficiales.
- Documentos de identificación personal (carnet del IDEAM, de EPS y ARL).
- Formato de Notificación de presunto accidente de trabajo suministrado por la ARL.

5.2.Procedimiento.

- Cuando llegue a la estación o sitio de muestreo, organice las botellas rotuladas, para dicha estación.
- Diligencie el formato M-S-LC-F001 de captura de datos con la información de ubicación temporoespacial (corriente, estación, fecha, hora, coordenadas), nivel de la corriente, observaciones del entorno y de las condiciones ambientales. Escriba con letra legible y con esfero el nombre de los responsables del muestreo, quienes además deben firmar.
- Si la estación cuenta con controles de testigos y adicionados, coloque el icopor con los frascos en un lugar estable y destape aquellos rotulados como TESTIGOS (son cuatro frascos).

- Calibre el pH-metro y el conductímetro, en el primer sitio de muestreo del día. Registre los datos en los cuadros "Calibración" del formato M-S-LC-F001. El electrodo de pH debe quedar siempre protegido dentro de la solución de mantenimiento.
- Si la corriente tiene un ancho menor a 3 m y una profundidad menor de 30 cm, recolecte una MUESTRA PUNTUAL en la mitad del ancho de la corriente.
- Si la corriente es mayor a 3 m, de ancho y una profundidad mayor a 30 cm, recolecte una MUESTRA INTEGRADA, tomando muestras a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ y $\frac{3}{4}$ del ancho de la corriente integrando la muestra en la columna de agua aplicando la metodología utilizada en el procedimiento de muestreo para aforos por Bolsa Plegable, usando el malacate, la pesa, colocando la canastilla con el galón y su respectiva boquilla teniendo en cuenta la profundidad y velocidad de la corriente sin que se presente sobrellenado o recirculación del agua dentro del galón, como se muestra en la Figura N° 1.


Figura N° 1. Ubicación del muestreador y escandallo.



- En cualquiera de los casos sumerja el muestreador o balde púrguelo y/o enjuague, luego proceda a la toma de la muestra o las muestras, según corresponda.
- Trasfiera cada muestra, al balde con llave, en forma CUIDADOSA, tratando de no airear la muestra (el agua se desliza por las paredes del balde para evitar oxigenarla). Purgue el tubo de PVC con agua del río y sumérjalo en el balde para agitar durante el llenado de botellas.

Nota 1: NO AGITE la muestra del balde, durante las mediciones de pH y Conductividad, ni durante la toma de muestra para la medición del Oxígeno Disuelto.

- Con los equipos prendidos (tecla MODE), verifique que están funcionando correctamente, introduzca los electrodos del pH-metro y conductímetro en el balde con llave. Si el equipo no está leyendo (en la pantalla aparece el símbolo [A]), oprima la tecla READ. Cuando se estabilice la

 <p> IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales </p>	TOMA DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES PARA LA RED DE CALIDAD DEL IDEAM	Código: M-S-LC-I004
		Versión: 01
		Fecha: 14/07/2017
		Página 4 de 6


medición (aparece nuevamente el símbolo [[A]), registre los datos de pH, temperatura y conductividad eléctrica en el formato M-S-LC-F001. Enjuague los electrodos con agua destilada y séquelos cuidadosamente, antes de guardarlos en el maletín.

5.3. Análisis de Oxígeno Disuelto.

- Tome la botella Winkler, púrguela con muestra del balde sacada a través de la llave, y llénela hasta rebose, el agua se desliza por las paredes del recipiente y se debe evitar tanto como sea posible la formación de burbujas. Tape la botella.
- Destape la botella y agregue 20 gotas de sulfato de manganeso (**Reactivo1**) y 20 gotas de álcali yoduro nítrico (**Reactivo2**). Tape la botella y coloque un pedazo de toalla de papel absorbente en la tapa. Agite el contenido de la botella invirtiéndola varias veces.
- Deje la botella en reposo para que decante un precipitado de color café grisáceo. Es recomendable esperar algunos minutos. Mientras tanto se pueden completar las mediciones de pH y de Conductividad eléctrica, y guardar adecuadamente los equipos.
- Destape la botella Winkler. Agregue 30 gotas de ácido sulfúrico (**Reactivo 3**). Tape la botella y cubra la tapa con un pedazo de toalla de papel absorbente. Agite la botella en forma vigorosa invirtiéndola varias veces hasta que el precipitado desaparezca. Si esto no ocurre, destape la botella, agregue 5 gotas adicionales de ácido sulfúrico (Reactivo 3), tápela y agítela nuevamente hasta disolución del precipitado.
- Del líquido resultante en la botella Winkler, mida en la probeta 100 mL y trasváselos al erlenmeyer de 250 mL.
- Purgue la bureta de 10 mL con una porción de tiosulfato de sodio (**Reactivo 4**).
- Llene la bureta y abra la llave dejando salir una cantidad de reactivo dando golpes suaves en la parte de la llave para sacar todas las burbujas que se han podido formar. Enrase la bureta en 0 mL o en un volumen conocido, a tener en cuenta para luego determinar el volumen de tiosulfato que se gaste.
- Titule el contenido del erlenmeyer, agregando tiosulfato gota a gota desde la bureta y agitando el erlenmeyer continuamente para favorecer la reacción. Suspnda la adición de tiosulfato cuando el líquido del erlenmeyer pase del color amarillo rojizo a un color amarillo pálido.
- Adicione de 4 a 5 gotas de almidón (**Reactivo 5**). El contenido del erlenmeyer toma un color oscuro y azulado; continúe con la titulación hasta el momento en que desaparezca el color azul.
- Registre en el formato M-S-LC-F001 en la sección **OD WINKLER**: el Volumen de Tiosulfato gastado en la titulación, el Vol. de Alícuota (volumen medido en la probeta) y la concentración de Tiosulfato (aparece en el rótulo del frasco que contiene el tiosulfato).
- El oxígeno disuelto se calcula teniendo en cuenta la siguiente ecuación:

$$O.D.Winkler \left(\frac{mgO_2}{L} \right) = \frac{Vol.Tiosulfato * ConcentraciónTiosulfato. * 8000}{Vol.Alícuota}$$

- Antes de guardar el material, enjuague con agua destilada.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	TOMA DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES PARA LA RED DE CALIDAD DEL IDEAM	Código: M-S-LC-I004
		Versión: 01
		Fecha: 14/07/2017
		Página 5 de 6

5.4. Llenado de botellas.

- Purgue cada botella antes de tomar la muestra. Durante el llenado de las botellas NO DEJE de agitar la muestra, para garantizar la homogeneidad.
- Las botellas de muestras y réplicas se llenan hasta el cuello. Si se indica en la etiqueta de la botella, adicione el preservante indicado (40 gotas para la botella de litro), al final del llenado de la botella, tape firmemente cada botella.
- Las botellas para adiconados se llenan inicialmente con un poco de muestra (aproximadamente la tercera parte de la capacidad). Luego adicione en su totalidad el contenido del frasco identificado como adiconado, teniendo en cuenta que corresponda a los análisis indicados en la etiqueta. Enjuague, con muestra del balde, tres (3) veces el frasco, adicionando los enjuagues a la botella. Termine de llenar con muestra cada botella hasta el nivel del cuello. Si se indica en la etiqueta de la botella, adicione el preservante indicado (20 gotas). Tape firmemente cada botella.

5.5. Embalaje.

- Acomode las botellas dentro de la nevera separando las botellas de vidrio entre sí para evitar la rotura de las mismas. Ponga hielo suficiente para refrigerar.
- Tape los frascos rotulados como TESTIGOS y colóquelos en el icopor junto con los frascos vacíos de los ADICIONADOS. Guarde el icopor en la nevera.

5.6. Toma de muestra de sedimentos para análisis de Metales pesados y Mercurio.

- Inspeccione las orillas de la corriente de agua y observe la zona en la que hay acumulación de los sedimentos más finos. Si sólo se presenta este comportamiento en una de las orillas, realice la toma de la muestra de sedimentos en esa orilla. Si puede recoger muestra en las dos orillas, integre en la bolsa partes aproximadamente iguales de los dos lados.
- Recoja en la bolsa rotulada y mediante pala plástica o manualmente con guantes, aproximadamente 1 kilo si el sedimento es fino. En caso de que el sedimento sea muy grueso se necesitará recolectar aproximadamente 2 kilos de muestra.
- Selle la bolsa mediante un nudo e introdúzcala en la segunda bolsa (sin rotular). Coloque la muestra de sedimentos en la nevera.
- Cuando vaya a enviar las neveras con muestras al Laboratorio, diligencie en el formato M-S-LC-F001, el ítem relacionado con la empresa transportadora.
- Coloque los formatos dentro de una bolsa plástica y fíjelos a la tapa de la nevera con cinta.
- Rotule la nevera con el destinatario y remitente.

5.7. Toma de muestras para Plaguicidas Organoclorados, Organofosforados y Triazinas.

- Ubique la margen del río hacia donde se encuentran los cultivos.
- Tome la muestra directamente en el cuerpo de agua en contracorriente, sin dejar rebosar la botella.
- A las muestras para triazinas se les debe adicionar 40 gotas de ÁCIDO CLORHIDRICO.
- Coloque papel de aluminio a cada uno de los frascos, tape firmemente cada botella.

	TOMA DE MUESTRAS DE AGUAS SUPERFICIALES PARA LA RED DE CALIDAD DEL IDEAM	Código: M-S-LC-I004
		Versión: 01
		Fecha: 14/07/2017
		Página 6 de 6

- De la misma manera llegará un adiconado de plaguicidas al cual se debe adicionar agua del rio colectada en una botella de vidrio (botella auxiliar), sin dejar rebosar. Cuando la etiqueta lo indique adicione el reactivo de preservación (ácido clorhídrico). Coloque papel de aluminio, tape firmemente y acomode las botellas dentro de la nevera separando las botellas de vidrio entre sí para evitar la rotura de las mismas. Ponga hielo suficiente para refrigerar.

6. BIBLIOGRAFÍA

- INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES, IDEAM. Guía para el monitoreo de vertimientos, aguas superficiales y subterráneas.

7. HISTORIAL DE CAMBIOS

Versión	Fecha	Descripción
01	14/07/2017	Creación del documento.

ELABORÓ: José Gustavo Afanador Técnico Administrativo Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISÓ: Nury Alejandra Mesa Coordinadora Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBÓ: Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología
---	---	---