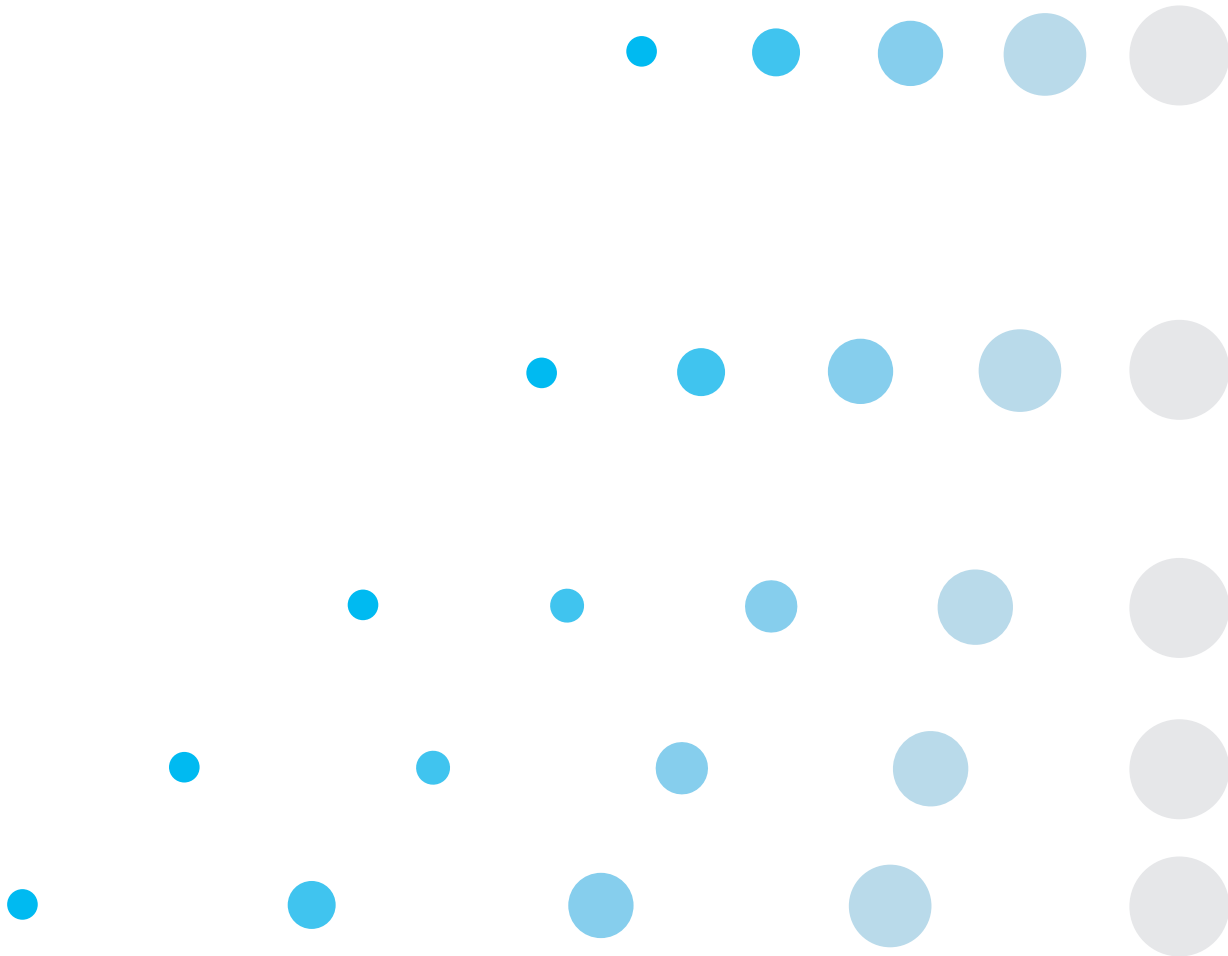




Guía para el monitoreo de vertimientos, aguas superficiales y subterráneas



IDEAM
INSTITUTO DE HIDROLOGIA,
METEOROLOGIA Y
ESTUDIOS AMBIENTALES

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
1. DISEÑO DE PROGRAMAS DE MONITOREO	3
1.1 Propósitos del Monitoreo	3
1.2 Información Necesaria para el Manejo del Recurso	3
1.3 Objetivos	4
2. ASPECTOS GENERALES A TENER EN CUENTA PARA EL DESARROLLO DE PROGRAMAS DE MONITOREO	5
3. SELECCIÓN DEL SITIO DE MUESTREO	6
3.1 Vertimientos Puntuales	6
3.2 Vertimientos Industriales	6
3.3 Agua Superficial	6
3.4 Agua Subterránea	9
4. MEDICIÓN DE CAUDAL	10
4.1 Aforos por Suspensión, Angular, Bote Cautivo y Vadeo	10
4.2 Aforos con Trazadores, por el Método de Dilución y con Lancha en Movimiento	10
4.3 Aforo Volumétrico	11
4.4 Aforo por el Método del Vertedero	11
4.5 Aforo con Flotadores	13
4.6 Canaleta Parshall	14
5. TIPO DE MUESTREO	16
6. TIPO DE MUESTRAS Y FRECUENCIA DE MUESTREO	16

7	ALISTAMIENTO DE EQUIPOS Y MATERIALES	17
7.1	Limpieza de los Recipientes y Equipos de Muestreo	17
7.2	Alistamiento y Transporte de Envases y Preservantes	19
7.3	Revisión y Calibración de los Equipos de Muestreo	20
8	NORMAS DE SEGURIDAD, PROTECCIÓN PERSONAL Y SALUD	20
9	TOMA DE MUESTRAS	21
9.1	Medición de Parámetros en Campo	21
9.1.1	Aguas Superficiales y Vertimientos	21
9.1.2	Aguas subterráneas	22
9.2	Procedimiento para Toma de Muestras	23
9.2.1	Muestras puntuales	23
9.2.2	Muestras compuestas	23
9.2.3	Muestras integradas	24
9.3	Parámetros a Analizar	24
10	LLENADO DE BOTELLAS	26
11	MUESTRAS DE CONTROL	27
12	ENVIO Y/O ENTREGA AL LABORATORIO	27
13	MANEJO DE RESIDUOS GENERADOS EN CAMPO	28
14	BIBLIOGRAFIA	28

INTRODUCCIÓN

La guía que se presenta a continuación contiene los elementos básicos que se deben tener en cuenta para el establecimiento y realización de programas de monitoreo de calidad del agua, y cubre los principales aspectos contenidos en el Decreto 3100 de Octubre de 2003 “Por medio del cual se reglamenta las tasas retributivas por la utilización directa del agua como receptor de los vertimientos puntuales”, en lo que tiene que ver con las actividades de muestreo, análisis de muestras y programas de monitoreo de fuentes hídricas.

En el capítulo uno se presentan los pasos que se deben seguir para el diseño de programas de monitoreo y en el capítulo dos, los aspectos generales que se deben tener en cuenta para el desarrollo de dichos programas.

El capítulo tres contiene a manera indicativa los factores y criterios que se deben tener en cuenta para la selección de los sitios de muestreo y el capítulo cuatro una descripción de los diferentes tipos de aforo, de la manera en que se deben realizar y de las ventajas y desventajas de la utilización de cada uno de ellos.

Los capítulos cinco a once presentan información relacionada con los tipos de muestreo y de muestras; el alistamiento de equipos y materiales, en aspectos relacionados con la limpieza de los recipientes y equipos de muestreo, el alistamiento y transporte de envases y preservantes y la revisión y calibración de los equipos de muestreo; las normas de seguridad, protección personal y salud; la toma de muestras y los parámetros a analizar; el llenado de botellas; y las muestras de control.

Finalmente, los capítulos doce y trece contienen información acerca del envío y/o entrega de las muestras al laboratorio y del manejo de residuos generados en campo.

Adicionalmente, en el CD Anexo se presentan los documentos “Sistema de Información – Componente Hidrológico – Redes, Mediciones, Observaciones y Procesos Básicos. IDEAM, 1999” y [“VI Fase de Seguimiento de Efluentes Industriales y Corrientes Superficiales de Bogotá. Convenio IDEAM – DAMA, 2003”](#).

El primero de ellos, dividido en siete capítulos presenta información sobre: los principales indicadores relacionados con el estado, dinámica y sostenibilidad del recurso agua; los criterios y metodologías para establecer el diseño y optimización de redes hidrológicas; los métodos de medición y cálculo de caudal; el procesamiento y control de la calidad para la obtención de la información hidrológica; las variables y parámetros básicos y las metodologías para la medición y cálculo de las aguas subsuperficiales y subterráneas; las metodologías para la determinación de zonas susceptibles a inundación; y el marco conceptual y la metodología utilizada para el desarrollo del Estudio Nacional del Agua.

El segundo, presenta información sobre sistemas de tratamiento, sistemas de recirculación, caudales, concentraciones y cargas contaminantes vertidas por 626 establecimientos industriales, comerciales y de servicios, localizados en Bogotá, distribuidos en 65 actividades económicas de acuerdo a la Clasificación Internacional Uniforme, CIU. Adicionalmente, incluye una propuesta sobre la formulación de planes de muestreo y estimaciones de carga y cumplimiento de la norma, utilizando análisis estadísticos, con los cuales se afinarían dichos estimativos y se disminuiría el número de establecimientos industriales, comerciales y de servicios a monitorear.

1. DISEÑO DE PROGRAMAS DE MONITOREO

1.1 Propósitos del Monitoreo

Las principales razones para el establecimiento de programas de monitoreo de la calidad del agua tienen que ver con la necesidad de verificar si la calidad del recurso cumple con las condiciones para los usos requeridos, con la determinación de las tendencias de la calidad del ambiente acuático y como éste se ve afectado por el vertimiento de contaminantes originados por actividades humanas y con la estimación de los flujos de contaminantes y nutrientes vertidos a los ríos o aguas subterráneas, lagos y océanos, o a través de fronteras internacionales.

1.2 Información Necesaria para el Manejo del Recurso

Debido a que el recurso hídrico tiene gran cantidad de usos, el monitoreo debe reflejar las necesidades de información de los diferentes usuarios involucrados. Cuando un programa de monitoreo para la calidad del agua esta siendo planeado, los administradores del recurso o autoridades similares, deben buscar que éste genere información valiosa que les permita tomar decisiones sobre su manejo. Un programa de monitoreo puede generar información a cerca de:

- La relación existente entre la calidad y la cantidad de agua en el cuerpo de agua con los requerimientos de los usuarios
- La relación existente entre la calidad y la cantidad del agua en el cuerpo de agua para el establecimiento de límites permisibles
- La afectación de la calidad del agua por procesos naturales
- La capacidad del cuerpo de agua para asimilar el incremento de vertimientos puntuales sin causar altos niveles de contaminación
- La efectividad de las estrategias de control y de las acciones de gestión en el manejo de la calidad del agua
- Los cambios en la calidad del agua como resultado de las actividades humanas
- Las medidas de control que deberán ser implementadas para mejorar o prevenir deterioros futuros de la calidad del agua
- Las variables químicas o biológicas presentes en el agua que puedan generar un deterioro en el recurso.
- Los efectos y riesgos potenciales en la salud humana como resultado de la mala calidad del agua

- La forma en que desarrollos cercanos al área de captación han afectado o afectarán la calidad del agua.
- Los efectos y riesgos potenciales sobre las plantas y los animales causados por el deterioro de la calidad del agua dentro y cerca del cuerpo de agua.

1.3 Objetivos

Ningún programa de monitoreo de la calidad del agua debe iniciarse sin tener claramente definido sus objetivos, para lo cual a continuación se presentan algunas preguntas que pueden ser de gran utilidad para su establecimiento.

- Para qué se va a llevar a cabo el monitoreo? Para la obtención de información básica, ordenamiento, planeación, gestión, regulación u otros propósitos?
- Qué información se requiere sobre calidad del agua de acuerdo a los usos? Qué variables deben ser medidas, con que frecuencia y en respuesta a cuales eventos naturales o antrópicos?
- ¿Qué es práctico en términos de recursos humanos y fuentes de financiamiento disponible para el monitoreo?
- ¿Quién será el responsable de los diferentes elementos del monitoreo?
- ¿Quién va a utilizar la información y qué se pretende hacer con la misma? Será suficiente para la toma de decisiones; adecuada para el establecimiento de estándares, para la identificación de prioridades y para proveer alertas tempranas a posibles problemas?

Existen dos tipos de programas de monitoreo, aquellos que tienen un objetivo único, orientado a la solución de un problema específico, y los programas multiobjetivo. En la práctica, los programas de monitoreo generalmente combinan múltiples objetivos y la información es utilizada para varios propósitos; el diseño de este tipo de programas requiere que la selección de los sitios de muestreo tenga en cuenta consideraciones tales como: los usos actuales y potenciales del agua, las fuentes actuales y potenciales de contaminación, las operaciones de control de la contaminación y las condiciones geoquímicas locales y tipos de cuerpos de agua.

La siguiente es una lista de los posibles objetivos que pueden ser utilizados como base para el desarrollo de programas de monitoreo. La lista no pretende ser exhaustiva, solamente proveer algunos ejemplos.

- Identificar las condiciones de línea base en los cuerpos de agua
- Detectar los signos de deterioro en la calidad del agua
- Identificar las áreas contaminadas

- Determinar la extensión e intensidad de los efectos de los vertimientos
- Identificar los cuerpos de agua que no cumplan con la normatividad establecida
- Establecer un programa de control de la contaminación del agua
- Estimar la carga contaminante transportada por un cuerpo de agua o sus tributarios
- Desarrollar normatividad relativa a cantidad y calidad de los vertimientos
- Elaborar guías de calidad de agua y/o estándares para usos específicos del agua
- Evaluar la efectividad de la gestión en el manejo de la calidad del agua
- Predecir variaciones en la calidad del agua

Los objetivos anteriormente mencionados pueden agruparse en tres grupos:

- a) Seguimiento del Recurso: permite realizar un diagnóstico sobre el estado del recurso y evaluar tendencias temporales y/o espaciales de la calidad del recurso a partir de series históricas.
- b) Control y Vigilancia: permite a la autoridad ambiental conocer las condiciones de calidad y disponibilidad del cuerpo de agua para los diferentes usos y evaluar la calidad de los vertimientos, frente a lo establecido en la normatividad vigente.
- c) Modelamiento de los cuerpos de agua: permite conocer las características del cuerpo de agua, la predicción de la variación de estas características y la verificación de ciertos acontecimientos. El objetivo de modelamiento va estrechamente ligado con el objetivo de seguimiento del recurso.

2. ASPECTOS GENERALES A TENER EN CUENTA PARA EL DESARROLLO DE PROGRAMAS DE MONITOREO

El programa de monitoreo incluye la definición clara de los objetivos, las autoridades involucradas, responsabilidades y tareas delegadas a cada uno de ellos para su cumplimiento. Para el desarrollo de las actividades de muestreo se debe conocer, la ubicación de los sitios y las rutas de acceso a estos.

La programación del monitoreo debe realizarse con la suficiente anticipación, de tal manera que se efectúen todos los trámites (en caso de ser requeridos) y todas las actividades que demanda su alistamiento; por lo tanto es recomendable realizar paso a paso las actividades que se describen a continuación, ya que en la mayoría de casos los sitios de muestreo quedan alejados del sitio de

trabajo, impidiendo el regreso por equipos y materiales olvidados y el reabastecimiento de provisiones y/o repuestos, que son necesarios para las actividades de muestreo.

Antes de realizar el desplazamiento a campo es importante incluir dentro del grupo de muestreo, una persona que tenga pleno conocimiento de la ubicación del sitio o contar con un mapa detallado de la zona. Es necesario determinar la ruta que se va a seguir, con el fin de optimizar el tiempo.

Para los casos en los cuales se vaya por primera vez al sitio de muestreo es aconsejable contactar una persona de la región que sirva de guía. Adicionalmente, se deberá contar con los equipos y materiales necesarios para levantar una estructura (mojón, estaca, entre otras), que permita realizar siempre en el mismo punto el muestreo, de tal manera que en futuras visitas sea fácilmente identificable, manteniendo la historia del sitio de muestreo.

3. SELECCIÓN DEL SITIO DE MUESTREO

En el desarrollo de un programa de monitoreo es indispensable establecer el sitio en el cual se desarrollará el muestreo; la selección de éste deberá estar de acuerdo con el objetivo que se persigue a través del programa.

A continuación se presenta a manera indicativa una serie de factores y criterios que deben considerarse para la selección de los sitios de muestreo para vertimientos puntuales, vertimientos industriales, cuerpos de agua superficial y aguas subterráneas.

3.1 Vertimientos Puntuales

Corresponde a los vertimientos de origen industrial, doméstico y/o de alcantarillado, realizados en un punto fijo, directamente o a través de un canal, al recurso.

Para los vertimientos puntuales a los cuerpos de agua, la ubicación del sitio o lugar de muestreo corresponde al punto de descarga, y se encuentra ubicado antes de su incorporación al cuerpo de agua. Por lo tanto el muestreo deberá ser desarrollado en este punto, teniendo en cuenta éste como factor y criterio.

3.2 Vertimientos Industriales

Al igual que para los vertimientos puntuales a los cuerpos de agua, la ubicación del sitio o lugar de muestreo, corresponde al punto de descarga, el cual podrá ser directamente a un cuerpo de agua o a un alcantarillado.

3.3 Agua Superficial

Los factores y criterios para la ubicación de sitios de muestreo en cuerpos de agua superficial se pueden agrupar en:

- Factores Fundamentales o Estructurantes: son los que determinan el por qué y el para qué de la localización del sitio, e involucran aspectos tales como: condiciones de referencia, principales vertimientos, confluencia con ríos principales, políticas relacionadas con el recurso hídrico, zonas de desarrollo industrial y urbano existentes y potenciales, bocatomas de acueductos y distritos de riego, entre otros.
- Factores Condicionantes: son los que se refieren a las limitaciones propias de cada localización, que tienen que ver con: dificultad de acceso, seguridad de los equipos y del personal, infraestructura existente, características hidráulicas de la sección y tramo, cercanía a estaciones hidrológicas existentes, facilidad para realizar actividades hidrométricas y facilidad para la recolección de muestras, entre otros.
- Factores Limitantes: son los que se refieren al presupuesto y al equipo de medición (capacidad, precisión, requerimientos de instalación, operación y mantenimiento), entre otros.

Una vez establecido el sitio de muestreo en cuerpos de agua superficial, es necesario determinar la localización exacta del sitio (Ver numeral 3.7.1 del documento “Sistema de Información - Componente Hidrológico – Redes, Mediciones, Observaciones y Procesos Básicos” (Ver CD Anexo)), la cuál deberá ser lo suficientemente adecuada para permitir mantener una historia, es decir, que con el tiempo las características del sitio se mantengan.

En la Figura 1 y en la Tablas 1 y 2 se presentan dos ejemplos relacionados con las alternativas de selección de puntos de muestreo, de acuerdo a los posibles objetivos que pueden ser utilizados como base para la formulación de programas de monitoreo.

Figura 1. Posibles Sitios de Monitoreo



Tabla 1. Descripción de los Sitios de Monitoreo

N° Sitio de Muestreo	Descripción del Sitio de Muestreo
1	Fuente superficial en cercanías al nacimiento, acuífero o manantial
2	Lago, embalse
3	Fuente superficial aguas arriba de una ciudad
4	Fuente superficial aguas abajo de una ciudad
5	Fuente superficial aguas arriba de zonas industriales, mineras y agrícolas
6	Fuente superficial aguas abajo de zonas industriales, mineras y agrícolas
7	Sobre los principales tributarios antes de la desembocadura a la fuente superficial
8	Fuente superficial aguas arriba de la desembocadura al mar
9	Vertimiento de zonas industriales
10	Vertimiento de áreas mineras
11	Vertimientos de áreas agrícolas

Tabla 2. Ejemplos de Selección de Sitios de Monitoreo de Acuerdo al Objetivo del Programa de Monitoreo

EJEMPLO 1	
Objetivo	Identificar las condiciones de línea base en los cuerpos de agua
Sitios de Muestreo	1, 7 y 8
EJEMPLO 2	
Objetivo	Evaluar la efectividad de la gestión en el manejo de la calidad del agua
Sitios de Muestreo	1, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 y 11

3.4 Agua Subterránea

La selección de los sitios para el muestreo de la calidad y cantidad de las aguas subsuperficiales y subterráneas deberá diseñarse a partir del modelo hidrogeológico conceptual y de los sistemas acuíferos presentes en cuencas y/o subcuencas hidrogeológicas. Es importante destacar que las variaciones naturales de los niveles y la calidad de las aguas subterráneas están íntimamente relacionadas con las variaciones espaciales y temporales de variables meteorológicas e hidrológicas que definen las diferentes épocas climáticas.

Desde el punto de vista hidrogeológico es importante conocer el tipo de acuífero a monitorear teniendo en cuenta:

- El marco geológico, geofísico y estructural
- El modelo de flujo que defina sus zonas de recarga, tránsito y descarga

- Las relaciones río- acuífero, sus parámetros hidráulicos, sus características hidrogeoquímicas naturales.
- La recarga proveniente de la precipitación, sus recursos y reservas
- La vulnerabilidad y las fuentes potenciales puntuales y/o difusas de contaminación.

Todo lo anterior permite definir los sitios y la frecuencia de muestreo de la calidad y cantidad mediante modelos estadísticos y de flujo y transporte de contaminantes.

4. MEDICIÓN DE CAUDAL

La medición de caudal se puede desarrollar por varios métodos diferentes y su elección depende del tipo de fuente superficial o vertimiento que se pretenda aforar, de las características del sitio y de las condiciones al momento de su realización. Existen diferentes tipos de aforo, dentro de los cuales se encuentran:

- Aforo por suspensión (puentes y tarabitas)
- Angular (sextante o tránsito)
- Bote cautivo
- Vadeo
- Trazadores
- Dilución
- Lancha en movimiento
- Volumétrico
- Vertedero
- Flotadores
- Canaleta Parshall

4.1 Aforos por Suspensión, Angular, Bote Cautivo y Vadeo

El procedimiento para la realización de los aforos por suspensión, angular, bote cautivo y vadeo se presenta en los numerales 3.7.4 (Selección del número de verticales), 3.7.5 (Medición del Ancho), 3.7.6 (Medición de la Profundidad), 3.7.7 (Corrección por Angulo de Arrastre) y 3.7.8 (Medidores de la Velocidad del Agua) del documento "Sistema de Información - Componente Hidrológico – Redes, Mediciones, Observaciones y Procesos Básicos" (Ver CD Anexo).

4.2 Aforos con Trazadores, por el Método de Dilución y con Lancha en Movimiento

En los numerales 3.7.9 y 3.7.10 3.7.11 del documento "Sistema de Información - Componente Hidrológico – Redes, Mediciones, Observaciones y Procesos Básicos" (Ver CD Anexo), se describe de manera detallada el procedimiento para la realización de aforos con trazadores, por el método de dilución y con lancha en movimiento respectivamente.

4.3 Aforo Volumétrico

Este método se aplica cuando la corriente o vertimiento presenta una caída de agua en la cual se pueda interponer un recipiente; se requiere un cronómetro y un recipiente aforado (balde de 10 o 20 litros con graduaciones de 1 L, o caneca de 55 galones con graduaciones de 1 a 5 galones). Se utiliza un balde para caudales bajos o una caneca cuando se deban manejar grandes caudales.

El recipiente debe ser colocado bajo la corriente o vertimiento de tal manera que reciba todo el flujo; simultáneamente se activa el cronómetro. Este proceso inicia en el preciso instante en que el recipiente se introduce a la corriente o vertimiento y se detiene en el momento en que se retira de ella.

Se toma un volumen de muestra cualquiera dependiendo de la velocidad de llenado y se mide el tiempo transcurrido desde que se introduce a la corriente o vertimiento hasta que se retira de ella.

El caudal se calcula de la siguiente manera:

$$Q = V / t$$

Donde

Q = Caudal en litros por segundo, L/s

V = Volumen en litros, L

T = Tiempo en segundos, s

Este método tiene la ventaja de ser el más sencillo y confiable, siempre y cuando el lugar donde se realice el aforo garantice que al recipiente llegue todo el volumen de agua que sale por la corriente o vertimiento; se debe evitar la pérdida de muestra en el momento de aforar, así como represamientos que permitan la acumulación de sólidos y grasas. Este método es de fácil utilización en el caso que el suelo donde se disponga la caneca sea firme y no permite que esta se hunda o se mueva. Dentro de los principales problemas que se pueden presentar es la manipulación de las canecas por su peso exagerado.

4.4 Aforo por el Método del Vertedero

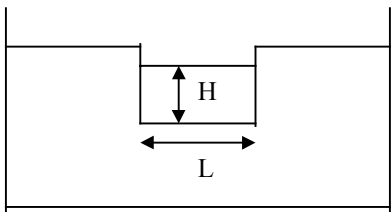
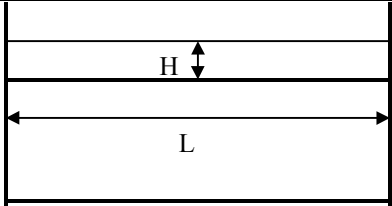
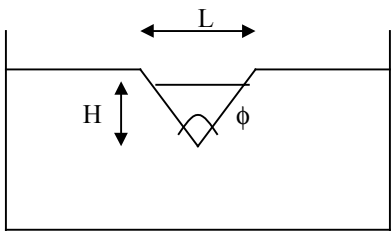
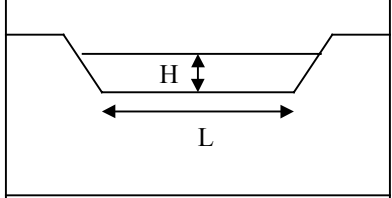
Este método es comúnmente utilizado para corrientes de bajo caudal, en plantas de tratamiento de aguas residuales y en industrias que manejan bajos caudales.

Según las características físicas (geometría) de la salida del efluente, y en el caso que el método volumétrico sea inoperante, se puede aplicar el método del vertedero, que consiste en una obstrucción hecha en el canal para que el agua (superficial, residual domestica o industrial) retroceda un poco atrás de la obstrucción y fluya sobre o a través de ella. Si se mide la altura de la superficie líquida corriente arriba es posible determinar el flujo. La posibilidad de utilizar este método dependerá de las características del efluente y de las instalaciones que este posea.

En caso de tomar la decisión de utilizar un vertedero de geometría conocida implica necesariamente que el flujo del vertimiento se dirija sobre un canal abierto, en el cual se pueda conocer la carga o cabeza (H) de la corriente sobre el vertedero. Con este valor se podrá determinar el caudal en el canal. Este método no es muy aplicable por dos razones: a) la mayoría de descargas se realizan por medio de tuberías y b) el lograr coincidir un vertedero de geometría conocida (rectangular con o sin contracción, triangular o trapezoidal) y graduado con el ancho del canal es bastante improbable.

En la Tabla 3 se presentan algunas de las de las ecuaciones y características de los vertederos comúnmente utilizados

Tabla 3. Ecuaciones Según el Tipo de Vertedero

TIPO DE VERTEDERO	DIAGRAMA	ECUACIÓN
Rectangular con contracción		$Q = 1,83 * L * H^{1,5}$ Q = caudal en m ³ /seg L = Longitud de cresta en m H = Cabeza en m
Rectangular sin contracción		$Q = 3,3 * L * H^{1,5}$ Q = Caudal en m ³ /seg L = Longitud de cresta en m H = Cabeza en m
Triangular		$\phi = 90^\circ$ $Q = 1,4 * H^{5/2}$ Q = Caudal en m ³ /seg H = Cabeza en m $\phi = 60^\circ$ $Q = 0,775 * H^{2,47}$ Q = Caudal en m ³ /seg H = Cabeza en m
Trapezoidal		Si la pendiente de los lados tiene una relación 4 _(vertical) / 1 _(horizontal) , se aplica: $Q = 1,859 * L * H^{1,5}$ Q = Caudal en m ³ /seg L = Longitud de cresta en m H = Cabeza en m

En caso de encontrar instalado en el efluente un vertedero con una geometría diferente a las consignadas en la Tabla 3, se debe contar con su ecuación de calibración para calcular el caudal, de lo contrario no puede determinarse este valor en campo.

Si se instala el vertedero en el momento del aforo, se debe tener cuidado de cubrir la totalidad del ancho del canal de manera que todo el flujo se vea represado por el vertedero, adicionalmente se recomienda tener las siguientes precauciones:

- Utilizar vertederos triangulares para descargas pequeñas, en dónde se debe cuidar que la cabeza (H) mínima sea de 6 cm y la máxima de 60 cm.
- La placa del vertedor debe ser una hoja metálica o de otro material con poca aspereza, ya que al aumentar la aspereza del lado de la corriente aguas arriba de la placa del vertedero el coeficiente de la ecuación de calibración aumenta, al incrementarse el espesor de la capa límite.

4.5 Aforo con Flotadores

El método de flotadores es el más sencillo, pero en general es muy inexacto, por lo que se recomienda utilizarlo lo menos posible.

Para el aforo con flotadores se debe escoger una sección recta del río o canal y medir y demarcar una distancia conocida a lo largo del mismo; se debe colocar suavemente sobre la superficie del agua un elemento flotante en el canal y simultáneamente activar el cronometro y medir el tiempo transcurrido hasta que el objeto termine de recorrer la distancia asignada. Repetir este proceso varias veces y calcular el promedio. El objeto flotante debe ser arrojado suavemente sobre la corriente, para que este no le imprima una fuerza adicional que pueda afectar la medición.

La velocidad del agua se calcula de la siguiente manera:

$$V = X / t$$

Donde

V = Velocidad superficial, m/s
X = Longitud recorrida por el elemento flotante, m
t = Tiempo de recorrido del elemento flotante, s

El caudal se calcula de la siguiente manera:

$$Q = n \times V \times A$$

Donde

Q = Caudal, m³/s
V = Velocidad superficial, m/s
A = Area transversal promedio, m²
n = Factor que depende del material del fondo del canal:

0,4 - 0,52	poco áspero
0,46 - 0,75	grava con hierba y caña
0,58 - 0,7	grava gruesa y piedras
0,7 - 0,9	madera, hormigón o pavimento
0,62 - 0,75	Grava
0,65 - 0,83	arcilla y arena

4.6 Canaleta Parshall¹

Este medidor es una especie de tubo venturi abierto, el cual dispone de una garganta que produce una elevación de nivel en función del caudal. Esta formado por una sección de entrada de paredes verticales convergentes y fondo a nivel, una garganta o estrechamiento de paredes paralelas y fondo descendiente y una sección de salida con paredes divergentes y fondo ascendente. Las Canaletas Parshall se definen por el ancho de la garganta. Para la determinación del caudal se precisa de la medición de la altura del líquido, esta se puede realizar de forma instantánea con sólo una medición de altura.

En la Tabla 4 se presentan algunas condiciones y restricciones para la utilización de los diferentes métodos de medición de caudal.

¹ Tomado del Manual de Caracterización de Aguas Residuales Industriales de la ANDI

Tabla 4. Algunas Condiciones y Restricciones para la Utilización de Diferentes Métodos de Medición de Caudal

Método de Aforo	Equipo o Dispositivo	Condiciones	Restricciones	Aplicación
Área / Velocidad	Molinete	<ul style="list-style-type: none"> La corriente puede ser profunda o no profunda 	<ul style="list-style-type: none"> El molinete requiere calibración en laboratorio Se requiere de una tabla grafica o ecuación y se podrá usar exclusivamente para el molinete calibrado. Puede requerir un escandallo para disminuir el arrastre por la corriente El uso de escandallo requiere corrección por desviación de la vertical. Los molinetes eléctricos requieren de mantenimiento para verificar su continuidad Se deben considerar los materiales de construcción para el uso que se le darán a los molinetes a fin de que funcionen satisfactoriamente 	<p>En canales a cielo abierto e incluso cubiertos, pero no presurizados. Es necesario conocer la sección transversal de la corriente por donde fluye el agua.</p>
Volumen / tiempo	Recipiente de volumen conocido y cronómetro	<ul style="list-style-type: none"> Corriente con caída libre Caudales pequeños y de poca velocidad 	<ul style="list-style-type: none"> Errores con chorros violentos Requiere calibración del recipiente utilizado 	Descargas libres
Carga piezométrica	Vertederos	<ul style="list-style-type: none"> Todos los vertederos Antes de llegar el vertedor el canal de acceso debe ser recto, al menos 10 veces la longitud de su cresta (10 L). 	<ul style="list-style-type: none"> El porcentaje de error en la medición del caudal disminuye a medida que la carga aumenta. Existe una mayor exactitud cuando el derrame tiene lugar bajo la carga máxima posible dentro de las limitaciones de cada vertedero La cresta y los laterales del vertedero deben ser rectos y afilados. Aguas abajo del canal no deben haber obstáculos a fin de evitar ahogamiento o inmersión de la descarga del vertedor. En el proceso de evitar que se ahogue se pierde mucha carga. Con muy poca pendiente, el canal funciona. No se pueden combinar con estructuras de distribución o derivación. Se azolván y se nulifican las condiciones de aforo cuando los sedimentos se depositan en el fondo, por lo que es necesario realizar un mantenimiento continuo. Una de sus limitaciones es que se incrementan los tirantes aguas arriba del vertedor, aumentando las filtraciones, por generar una mayor carga hidráulica y mayor perímetro mojado. 	<p>La medición se basa en el funcionamiento de una sección hidráulica conocida y calibrada, de tal forma que con sólo conocer la carga hidráulica de operación, se conoce el gasto que pasa por la sección.</p>
Área / Velocidad	Flotador	<ul style="list-style-type: none"> Velocidad de corriente que conducen gastos pequeños como 100 L/s Tramo del cauce en estudio lo mas recto posible, alejado de curvas y que el agua corra libremente. Sección transversal lo mas regular posible Profundidad suficiente para que el flotador no toque el fondo 	<ul style="list-style-type: none"> Hay que tomar en cuenta los coeficientes debidos a la variación del viento. El flotador debe adquirir una velocidad cercana a la velocidad superficial del agua. En corrientes turbulentas no se obtienen buenos resultados El flotador no debe ser muy ligero ni muy pesado 	<p>Canales a cielo abierto, carentes de estructuras de aforo (vertederos) y cuando no sea posible instalar algún otro dispositivo</p>

Fuente: "Identificación y Descripción de Sistemas Primarios para el Tratamiento de Aguas Residuales". Comisión Nacional del Agua de México.

5. TIPO DE MUESTREO

Antes de iniciar el muestreo es importante tener claramente definido la forma como serán tomadas las muestras, revisando detalladamente el presupuesto, el personal con se cuenta y su disponibilidad, la capacitación del personal, el transporte, los costos de inversión, los costos de operación y mantenimiento, la vida útil de los equipos, los requerimientos de energía y espacio y la disponibilidad de los mismos, entre otros.

Existen muestreos manuales y automáticos

- **Muestreo manual**² El muestreo manual se realiza cuando se tienen sitios de fácil acceso o aquellos que por medio de ciertas adaptaciones puedan facilitar la toma de muestras. La ventaja de éste tipo de muestreo es permitir al encargado de tomar la muestra, observar los cambios en las características del agua en cuanto a sustancias flotantes, color, olor, aumento o disminución de caudales, etc.
- **Muestreo automático**³ El muestreo automático es aconsejable cuando los sitios son de difícil acceso o cuando se justifica y se tiene la facilidad de contar con un muestreador automático. Tiene como ventaja más precisión en la toma de muestras y como desventaja la complejidad de su montaje y calibración, además de que requieren revisiones continuas para evitar atascamientos u otras fallas.

Sin embargo la aplicación de un muestreo automático requiere instalar una serie de equipos (antenas, paneles solares, etc.) y herramientas (licencias de transmisión, software) que elevan el costo, convirtiéndose en un factor limitante para la implementación de este tipo de muestreo.

En la actualidad se pueden poner en marcha programas de muestreo que involucren la utilización de los dos tipos de muestreo (muestreo mixto), convirtiendo el monitoreo en un sistema integrado que permite la verificación manual de los resultados obtenidos de forma automática. Dicha verificación es realizada aleatoriamente, de tal manera que se pueda realizar la calibración, ajuste y mantenimiento de los equipos automáticos.

6 TIPO DE MUESTRAS Y FRECUENCIA DE MUESTREO

Existen tres tipos de muestra: puntual, compuesta e integrada.

- **Muestra puntual**⁴ Es la muestra tomada en un lugar representativo, en un determinado momento.

² Tomado del Manual de Caracterización de Aguas Residuales Industriales de la ANDI

³ Ibídem 2

⁴ Tomado del Decreto 3100 del 30 de octubre de 2003 "Por medio del cual se reglamentan las tasas retributivas por la utilización directa del agua como receptor de vertimientos puntuales y se toman otras determinaciones"

- **Muestra compuesta**⁵ Es la mezcla de varias muestras puntuales de una misma fuente, tomadas a intervalos programados y por periodos determinados, las cuales pueden tener volúmenes iguales o ser proporcionales al caudal durante el periodo de muestras.
- **Muestra integrada**⁶ 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.

La frecuencia de muestreo va a depender del tipo de cuerpo de agua que se pretenda monitorear así como de los objetivos que se persigan.

Para el caso del cobro de las tasas retributivas, se recomienda realizar un muestreo compuesto que permita conocer las características y fluctuaciones del cuerpo de agua durante un tiempo determinado, por ejemplo 24 horas, tomando muestras puntuales cada una, dos, cuatro o seis horas.

Para el caso de vertimientos industriales, la duración del muestreo dependerá del horario de funcionamiento de las operaciones que se realizan en la unidad productiva, por lo que se podrá tomar muestras compuestas para esta clase de vertimientos de 2, 4, 6, 8, 16, ó 24 horas.

Si el objetivo es el seguimiento del recurso y su modelamiento, es necesario tener claridad sobre el comportamiento estacional del mismo a través del tiempo en diferentes puntos seleccionados estratégicamente; por lo tanto se recomienda tomar muestras mínimo dos a cuatro veces al año, según el régimen de precipitación (monomodal o bimodal). Se recomienda realizar un muestreo compuesto evaluando previamente los costos a que esto conlleva.

7 ALISTAMIENTO DE EQUIPOS Y MATERIALES

Para evitar olvidos e inconvenientes en el alistamiento de equipos y materiales requeridos, en el Anexo 1 se presentan listas de chequeo para las diferentes actividades del programa de muestreo.

7.1 Limpieza de los Recipientes y Equipos de Muestreo

La limpieza de los recipientes de muestreo depende del análisis que se pretende desarrollar. En la Tabla 5 se presentan los tipos de lavado que deberán ser utilizados para cada recipiente.

Para la limpieza exterior de los equipos de muestreo es recomendable lavarlos con suficiente agua, sin ir a causar daños internos que puedan alterar las características de los diferentes componentes. Es importante llevar a campo las herramientas necesarias y apropiadas para efectuar la limpieza de los equipos que lo requieran. Adicionalmente, se deberá limpiar el equipo inmediatamente después de su uso entre muestreo y muestreo para evitar posibles contaminaciones y deterioro.

⁵ *Ibidem* 4

⁶ Tomado del Manual de Caracterización de Aguas Residuales Industriales de la ANDI

Para el caso de los sensores se recomienda realizar el lavado (si aplica) y conservación adecuada, siguiendo las recomendaciones de los fabricantes, ya que estos pueden ser muy delicados. Algunos sensores solo requieren enjuague y posterior secado.

Tabla 5. Especificaciones para el Lavado de los Recipientes

Analito a determinar	Pretratamiento	Detergente	Observaciones antes del enjuague final	Enjuague
Metales (excepto cromo VI) y sulfatos	Abundante agua del grifo.	Biodegradable neutro al 5% (en agua fría).	Sumergir en HNO ₃ al 10% por treinta (30) minutos	Agua destilada o desionizada
DBO, coliformes, Tensoactivos (SAAM), alcalinidad, cromo VI, sulfuros, cianuros, sólidos sedimentables, sólidos suspendidos, análisis biológico, pH, conductividad eléctrica	Abundante agua del grifo. El material de DBO y coliformes debe haberse esterilizado previamente.	Biodegradable neutro al 5% en agua ligeramente caliente (50°C).	No pasar por ácido	Agua destilada o desionizada
Grasas y aceites e hidrocarburos	Para contaminación específica por grasa, utilizar una solución de hidróxido de sodio, luego sumergir en solución de HNO ₃ al 10% por un tiempo mínimo de 30 minutos.	Biodegradable neutro al 5% en agua ligeramente caliente (50°C).	No pasar por ácido	Agua destilada o desionizada y posterior enjuague con n-hexano grado reactivo analítico
Fósforo total y fósforo soluble	Abundante agua del grifo.	Biodegradable al 5% libre de fósforo (en agua fría)	Sumergir en HCl al 10% por treinta (30) minutos	Agua destilada o desionizada
Compuestos nitrogenados (Nitrógeno total, Nitrógeno amoniacal, nitritos, nitratos) y DQO	Abundante agua del grifo.	Biodegradable neutro al 5% (en agua fría)	Sumergir en H ₂ SO ₄ al 10% por treinta (30) minutos	Agua destilada o desionizada
PCBs, pesticidas	Descontaminación previa con acetona grado técnico	Biodegradable neutro al 5% (en agua fría)	No pasar por ácido.	Agua destilada o desionizada. En caso de análisis por cromatografía de gases, enjuagar con acetona grado reactivo, y finalmente con el solvente orgánico que se va a utilizar en el análisis (acetona, n-hexano, éter del petróleo, etc.)

7.2 Alistamiento y Transporte de Envases y Preservantes

Una vez definido el tipo de muestra y los parámetros a analizar (Ver numeral 9), es importante asegurarse de contar con envases suficientes para las muestras a tomar y para las muestras de control (Ver numeral 11). Adicionalmente, deberá tenerse la precaución de alistar y llevar recipientes extras en caso de pérdida, ruptura o contaminaciones que puedan suceder durante el transporte y en campo.

Una opción práctica para evitar errores en la preservación de los mismos y posibles derrames por reacciones químicas inesperadas, es incluir en los recipientes que serán utilizados para la toma de las muestras, el preservante⁷ según las necesidades de cada uno de los análisis (Ver Anexo 2).

Para la manipulación de los preservantes, es importante cumplir las normas de seguridad y de protección personal para sustancias químicas, siguiendo las recomendaciones de los fabricantes, estipuladas en las fichas de seguridad de cada una de ellas, las cuales deben ser llevadas a campo, ya que estos pueden causar lesiones a la salud, debido a sus características irritantes, corrosivas, explosivas y/o reactivas.

Los recipientes deberán ser entregados al responsable del muestreo, debidamente tapados y rotulados; rotulo que deberá estar bien asegurado al frasco y ser fácilmente distinguible de los demás.

El enfriamiento simple (en hielo o en un refrigerador a 4° C) y el almacenamiento de la muestra en la oscuridad es, en la mayoría de los casos, suficiente para preservar la muestra durante el transporte al laboratorio y durante un período de tiempo relativamente corto antes del análisis.

Los recipientes de los preservantes deberán ir en neveras con hielo de tal manera que se garantice una conservación adecuada. Una manera práctica para el transporte del hielo puede ser en recipientes plásticos que evitan filtraciones. Las neveras deberán mantenerse a la sombra para permitir una mayor conservación de la temperatura.

Para el transporte de los envases y preservantes, el embalaje deberá ser adecuado; de tal manera que no se produzcan derrames ni rupturas de los mismos. Se deberá garantizar que los preservantes se mantengan alejados de combustibles u otras fuentes de combustión (solventes, pinturas y líquido de frenos, entre otros).

⁷ El preservante generalmente es una sustancia química que se adiciona a la muestra para evitar cambios que afecten el analito de interés, como resultado de reacciones físicas, químicas o biológicas que pueden ocurrir entre el tiempo del muestreo y el análisis. Estos cambios dependen de la naturaleza química y biológica de la muestra, su temperatura, exposición a la luz, la naturaleza del recipiente en el que se encuentra y las condiciones a las cuales se ha sometido, por ejemplo, la agitación durante el transporte.

7.3 Revisión y Calibración de los Equipos de Muestreo

Para la calibración de los equipos en campo se debe tener a mano el manual de operación y calibración para cada uno de los equipos, el cual deberá ser revisado antes del desplazamiento a campo, con el fin de identificar las necesidades de reactivos y estándares de calibración.

Si se dispone de una sonda multiparámetro, es necesario revisar y calibrar los sensores dentro de las 24 horas antes del muestreo; el sensor de oxígeno disuelto debe calibrarse entre muestreo y muestreo si existe una diferencia significativa en altitud. Adicionalmente, es aconsejable calibrar la sonda (si aplica) mediante comparación con el método Winkler.

En el caso de medidores de campo sencillos (pHmetro y conductímetro), deberán calibrarse diariamente al inicio del primer muestreo. Si se tienen dudas sobre las condiciones de operación de alguno de los equipos es aconsejable llevar uno de reemplazo.

En caso de realizar maniobras de recolección desde estructuras fijas, tales como: puentes vehiculares, peatonales y tarabitas, entre otras, es necesario asegurarse de contar con la longitud adecuada de la sonda y del muestreador.

Antes de salir a campo, es indispensable cerciorarse de que el equipo eléctrico y electrónico cuente con los cables adecuados y que se encuentre en buenas condiciones de operación. En caso de utilizar equipos que requieran pilas, verificar su buen funcionamiento y llevar unas de repuesto.

8 NORMAS DE SEGURIDAD, PROTECCIÓN PERSONAL Y SALUD

Según el tipo de transporte requerido y las vías de acceso al sitio de muestreo, es necesario verificar el estado del vehículo, contar con los implementos de carretera y seguridad vial, con la identificación personal (como mínimo el documento de identificación, el carné de la EPS⁸ y el carné de la ARP⁹; es deseable portar un documento que indique el tipo de sangre) y del vehículo y con los permisos y autorizaciones relacionadas, en caso de ser necesarias.

Una información previa a tener en cuenta es el estado de orden del público de la región; en caso de tratarse de una zona de conflicto, se debe informar a la autoridad competente de la presencia del grupo de muestreo indicando el número de personas que lo conforman, el tipo de actividad a realizar, el radio de acción en el territorio, el itinerario planeado, el número del teléfono celular en el que se puede contactar y el tipo de vehículo de desplazamiento (año, marca y placas).

También se pueden acopiar los datos del centro de atención médica más cercano, ambulancias, policía, grúa o los números telefónicos de las entidades que se consideren convenientes. Debe procurarse que ningún miembro del grupo se separe a ejecutar actividades a una distancia tal del resto, que le impida ser escuchado en caso de emergencia; lleve siempre a mano un pito.

⁸ EPS es La Entidad Prestadora de Servicios de Salud

⁹ ARP es La Administradora de Riesgos Profesionales

Averiguar sobre las condiciones climáticas de la región, si para desplazarse al lugar de muestreo se recomiendan medidas específicas de salubridad tales como evitar el ingreso a sitios que se encuentran en cuarentena por presencia de epidemias, o hacerse vacunar contra fiebre amarilla, tétanos, hepatitis B, fiebre tifoidea, entre otras, o precauciones según la presencia de animales o reptiles venenosos, para tomar las medidas respectivas.

Es deseable que uno o más de los miembros del grupo tenga entrenamiento en primeros auxilios, sepa actuar en casos de contingencias y desastres, y conozca todas las precauciones y las exigencias de protección personal (gafas de seguridad, guantes, respirador, bata, entre otras) para la manipulación de las sustancias químicas involucradas en los procedimientos.

9 TOMA DE MUESTRAS

9.1 Medición de Parámetros en Campo

La medición de parámetros en campo (pH, OD, Conductividad, Turbidez y Temperatura) se realiza generalmente mediante equipos portátiles, tales como sondas multiparamétricas, pHmetros y conductímetros. Para la captura de los datos de campo es necesario seguir las indicaciones de revisión y calibración de los equipos (Ver numeral 7.3) y diligenciar completamente la información requerida en el formato de captura de datos de campo, el cual varía según el tipo de agua a muestrear. En el Anexo 3 se presenta el formato de captura de datos en campo para aforo y toma de muestras de agua superficial y en el Anexo 4 el formato de captura de datos para toma de muestras de agua residual industrial y su correspondiente manual de diligenciamiento.

Todos los parámetros tomados en campo deberán quedar consignados en el formato de captura de datos de campo inmediatamente se realicen las correspondientes mediciones. Los parámetros in-situ deberán ser tomados de las muestras puntuales dado que la representatividad de éstos, se pierde si se toman de muestras compuestas o integradas.

9.1.1 Aguas superficiales y vertimientos

En aguas superficiales (río, laguna, entre otros) el equipo (sondas multiparamétricas, pHmetros y conductímetros) se sumerge directamente en la mitad de la sección transversal, a una profundidad entre 20 y 30 cm de la superficie, en una zona de poca turbulencia y se procede a la lectura. Si esto no es posible, ya sea por la turbulencia o por la longitud del cable, se purga el muestreador, se toma una muestra, que se transfiere a un balde plástico evitando la agitación e inmediatamente se procede a la medición.

Es deseable que el valor de oxígeno disuelto se verifique con el método Winkler sobre al menos una alícuota de otra porción de muestra, evitando la agitación y la formación de burbujas.

Para vertimientos, es necesario tomar la muestra en un balde, dentro del cual se deberá sumergir el equipo sin tocar el fondo de este. Sin embargo, para evitar posibles daños en los equipos (multiparámetro o de medidores individuales) de monitoreo, es recomendable antes de sumergir los sensores verificar las condiciones de temperatura y pH; utilizando para este último papel indicador.

Igualmente es importante tener en cuenta todas las recomendaciones sobre normas de seguridad, protección personal y salud, especialmente si se trata de actividades industriales, comerciales y de servicios que utilicen como materia prima elementos corrosivos, radioactivos, explosivos, tóxicos, inflamables y patógenos.

9.1.2 Aguas subterráneas¹⁰

Para lograr un muestreo representativo dentro de un acuífero, el método debe facilitar la extracción de muestras que reflejen la composición temporal y espacial real del agua subterránea que se está estudiando.

El método de muestreo también debe reflejar las complejidades del flujo de agua subterránea, el mecanismo de flujo del acuífero (por fracturas o poros), la dirección del flujo y los gradientes hidráulicos en el acuífero, que pueden producir flujos naturales fuertes hacia arriba o hacia abajo de la columna de agua del pozo. Tradicionalmente, se emplean dos métodos comunes de muestreo, conocidos como muestreo por bombeo y muestreo de profundidad; ambos tienen sus usos y limitaciones, los cuales se deben considerar plenamente cuando se identifica el alcance para su uso.

9.1.2.1 Muestreo por bombeo

El método por bombeo se recomienda cuando la calidad del agua subterránea es verticalmente uniforme, o donde todo lo que se requiere es una muestra vertical compuesta, de una composición promedio, como puede ser el caso de muestras extraídas de un pozo para consumo potable.

Las muestras no se deben recoger de pozos de bombeo hasta que haya pasado el tiempo suficiente para retirar la columna de agua remanente del pozo y garantizar que el agua se esté sacando directamente del acuífero. El tiempo de bombeo requerido se puede calcular aproximadamente con base en la longitud del pozo, la velocidad del bombeo y la conductividad hidráulica, pero se debe confirmar con mayor precisión mediante el monitoreo de cualquier cambio en el oxígeno disuelto, el pH, la temperatura o la conductividad eléctrica del agua bombeada. En estos casos, las muestras no se deben tomar hasta que dejen de observarse variaciones significativas. Sin embargo, se debe anotar que, además de medir la temperatura o la conductividad eléctrica, puede ser necesario medir variables de interés directo, como compuestos orgánicos complejos en casos de contaminación del agua subterránea.

9.1.2.2 Muestreo a profundidad

Consiste en hacer bajar un dispositivo de muestreo por el interior del pozo, dejando que se llene con agua a una profundidad conocida, y recuperando la muestra para transferirla a un recipiente apropiado, cuando sea necesario. Este método normalmente es adecuado sólo para uso en pozos de monitoreo que no se bombean (pozos de monitoreo como piezómetros), aunque las muestras de profundidad se pueden recoger de los pozos durante el bombeo, si hay acceso libre por la bomba,

¹⁰ Tomado del documento NTC-ISO 5667 – 11 “Guía para el muestreo de aguas subterráneas”

con un tubo instalado para este propósito. Las muestras de profundidad nunca se deben tomar de los intervalos con la tubería lisa, ya que el agua no es representativa de la profundidad a la que se activa el dispositivo de muestreo y, bajo condiciones estadísticas, su calidad puede haber sido alterada por actividad microbiológica o química.

9.1.2.3 Otros métodos de muestreo

Cuando los anteriores métodos son inadecuados o de difícil aplicación, es necesario recurrir a otros dispositivos, tales como las copas porosas o piezómetros puntuales de los cuales se extrae agua por vacío o desplazamiento de gas.

9.2 Procedimiento para Toma de Muestras

En caso de que la muestra sea compuesta o integrada, se sugiere mantener los recipientes de las diferentes muestras puntuales, ubicados a la sombra y tapados para evitar alteraciones en las características de la muestra por elementos extraños.

Los envases para toma de muestras y controles de campo para análisis de laboratorio deben alistarse de acuerdo con la información descrita en el Anexo 2, se debe verificar que los rótulos corresponden con éstos, al igual que los preservantes.

9.2.1 Muestras puntuales

El procedimiento para la toma de muestras puntuales se podrá desarrollar a través de la utilización de un muestreador (agua superficial y subterránea) o de un balde (aguas superficiales y vertimientos). Si la muestra fue tomada mediante la utilización de un muestreador, traspase el volumen de agua a un balde y siga el procedimiento descrito en el numeral 10 (Llenado de botellas).

Adicional a los parámetros medidos in-situ, análisis tales como: bacteriológicos y Compuestos Orgánicos Volátiles (COV), entre otros, deberán ser analizados sobre muestras puntuales.

9.2.2 Muestras compuestas

Este tipo de muestras se compone tomando y mezclando en un mismo recipiente un volumen (alícuota) de muestra que se calcula de la siguiente forma:

$$V_i = \frac{V \times Q_i}{n \times Q_p} \quad \text{donde:}$$

V_i	= Volumen de cada alícuota o porción de muestra,
V	= Volumen total a componer
Q_i	= Caudal instantáneo de cada muestra,
Q_p	= Caudal promedio durante el muestreo
n	= Número de muestras tomadas

Se recomienda exceder el volumen de muestra requerida en un 20%, con el fin de suplir posibles pérdidas o derrames en la manipulación.

La toma de muestras para el análisis en laboratorio y la duración y frecuencia del muestreo, dependerá del objetivo del programa de monitoreo y de las características del cuerpo de agua o del vertimiento a muestrear.

Adicionalmente, para esta clase de vertimientos, es importante conocer el proceso productivo y los posibles contaminantes, ya que existe la probabilidad de producir reacciones químicas con los preservantes, que pueden ser nocivas para la salud.

9.2.3 Muestras integradas

Para el caso del muestreo integrado (aplicable a ríos de 10 a 100 metros de ancho), para la toma de las muestras puntuales es deseable el uso de un muestreador¹¹, de lo contrario se puede utilizar un balde. Se usa el método del incremento-de-ancho-igual (EWI) para obtener una serie de muestras puntuales, cada muestra puntual representa un volumen de agua tomado a anchos iguales.

Para emplear este método, se usa una cinta métrica para medir el ancho de orilla a orilla de la corriente en el canal; el ancho se divide en cuatro incrementos iguales, de manera que se obtengan 3 verticales para la toma de la muestra, esto es a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ y $\frac{3}{4}$ de la sección transversal del río. Luego se purga el muestreador y el recipiente para la integración de la muestra con agua del río. Para determinar el volumen que se debe tomar en cada vertical, el volumen total de muestra requerida se divide en tres partes iguales,

Para grandes ríos, se recomienda realizar muestreo integrado por el método de incremento-de-ancho-igual, aumentando el número de verticales. Se pueden hacer muestreos a diferentes profundidades en cada vertical, generalmente a 0.8, 0.6 y 0.2 de la profundidad total del río. Es importante, sin embargo, que todas las verticales sean muestreadas el mismo número de veces. Debido al ancho de la corriente, estas operaciones de muestreo se deben realizar desde un puente, una tarabita ó un bote.

9.3 Parámetros a Analizar

En la Tabla 6 se presenta un listado de los posibles parámetros a analizar dependiendo del objetivo del programa de monitoreo.

Tabla 6. Posibles Parámetros a Analizar de Acuerdo al Objetivo del Programa de Monitoreo

Objetivo del Monitoreo	Posibles parámetros a analizar	Observaciones
Seguimiento del Recurso	Amoniaco, Arsénico, Bario, Cadmio, Cianuro, Cinc, Cloruros, Cobre, Color, Cromo, Mercurio, Nitratos, Nitritos, pH, Plata, Plomo, Selenio, Sulfatos, SAAM, DBO, DQO, SST, SSd, Coliformes Totales y Fecales Para seleccionar los parámetros es importante tener	El Decreto 1594 de 1984 en el Capítulo IV "De los Criterios de Calidad para Destinación del Recurso", artículos 38 a 45, fija los diferentes parámetros a monitorear, así como las concentraciones máximas permisibles

¹¹ Tipo botella Vandorn, DH-49 o USP-61

Objetivo del Monitoreo	Posibles parámetros a analizar	Observaciones
	en cuenta el uso del recurso y las actividades que se desarrollan cerca, con el objeto de no invertir recursos innecesarios.	para los diferentes usos del recurso hídrica (consumo humano y doméstico, agrícola, pecuario, recreativo y preservación de flora y fauna)
Control y vigilancia	Amoníaco, Arsénico, Bario, Cadmio, Cianuro, Cinc, Cloruros, Cobre, Color, Cromo, Mercurio, Nitratos, Nitritos, pH, Plata, Plomo, Selenio, Sulfatos, SAAM, DBO, DQO, SST, SSd, Coliformes Totales y Fecales Para seleccionar los parámetros es importante, además de tener en cuenta el uso del recurso y las actividades que se desarrollan cerca, el tipo de industria que se está monitoreando, en caso de tratarse de un vertimiento industrial, con el objeto de no invertir recursos innecesarios.	Adicional a lo establecido en el Capítulo IV del Decreto 1594 de 1984, en el Capítulo VI "Del Vertimiento de los Residuos Líquidos" artículo 72 a 74, del mismo decreto, se fijan los parámetros y las concentraciones máximas permisibles para vertimientos a cuerpos de agua y a alcantarillados.
Modelamiento de los cuerpos de agua	DBO, Metales Pesados, pH, Oxígeno disuelto, Nutrientes y SST	Los parámetros a analizar dependerán del tipo de modelo que se quiera emplear.

En la Tabla 7 se presenta una propuesta de las posibles variables a analizar en los vertimientos de algunas actividades industriales.

Tabla 7. Posibles parámetros a analizar en los vertimientos industriales.

Actividad Industrial	Posibles Parámetros a Analizar																		
	Datos de Campo	Zinc	Cobre	Cromo VI	Cromo Total	Cadmio	Plomo	Níquel	DBO 5	DQO	SST	SSd	Grasas y Aceites	Hidrocarburos	Sulfuros	Sulfatos	SAAM	Cianuro	Fenoles
Beneficio de Aves	X								X	X	X	X	X		X		X		
Elaboración de bocadillos	X								X	X	X	X	X				X		
Elaboración de gaseosas	X								X	X	X	X	X				X		
Elaboración de pulpas de fruta	X								X	X	X	X	X				X		
Fabricación de cerveza	X								X	X	X	X	X				X		
Obtención de vinos y de alcohol etílico	X								X	X	X	X	X				X		
Producción de embutidos - Salsamentarías	X								X	X	X	X	X		X		X		
Producción de productos lácteos y sus derivados	X								X	X	X	X	X		X		X		
Curtido y Preparado de Cueros	X			X	X				X	X	X	X	X		X		X		
Elaboración de Productos Químicos Industriales	X								X	X	X	X					X		X
Fabricación de textiles	X				X				X	X	X	X					X		X

Actividad Industrial	Posibles Parámetros a Analizar																		
	Datos de Campo	Zinc	Cobre	Cromo VI	Cromo Total	Cadmio	Plomo	Níquel	DBO 5	DQO	SST	SSd	Grasas y Aceites	Hidrocarburos	Sulfuros	Sulfatos	SAAM	Cianuro	Fenoles
Estaciones de servicio y lavado de automóviles	X						X		X	X	X	X		X			X		X
Proceso de recubrimientos metálicos	X	X	X	X	X	X		X		X	X	X	X	X			X	X	X
Producción de artes graficas	X	X								X	X	X	X	X			X		X
Producción de detergentes	X								X	X	X	X	X			X	X		
Producción de jabones	X								X	X	X	X	X			X	X		

En el Anexo 5 se presentan los métodos de análisis para DBO y para SST, de acuerdo a los métodos consignados en el Decreto 1594 de 1984.

9 LLENADO DE BOTELLAS

Ya sea que se trate de un muestreo puntual, compuesto o integrado, se debe disponer de un recipiente de volumen suficiente que cuente con una válvula o llave inferior para fraccionar su contenido en muestras puntuales homogéneas (lo que se logra por agitación constante).

Se recomienda organizar el total de botellas a llenar por tipo de analito. Las botellas deben estar marcadas con un rótulo en el que se indica código de campo (preestablecido de acuerdo con el formato de captura de datos), sitio de muestreo, el método analítico a que va destinada cada muestra, el tipo de muestreo (puntual, compuesto o integrado), la preservación necesaria y la identificación en caso de que se trate de muestra de control, blanco, testigo o muestra adicionada.

Tan pronto se ejecuta el muestreo y la integración, se purgan dos o tres veces todas las botellas con la muestra; desechando tales enjuagues y se procede a llenar las botellas, homogenizando el contenido del balde por agitación constante con una varilla de plástico (no agitar con la mano ni con cualquier objeto extraño ni por rotación del balde), evitando la inclusión de material u objetos flotantes y/o sumergidos y dejando un espacio libre de aproximadamente dos centímetros en el cuello de la botella. La muestra siempre se extrae del balde a través de la llave, nunca se deben sumergir las botellas en el mismo.

Las botellas para las muestras adicionadas, una vez purgadas, se llenan de la siguiente manera: se vierte en la botella el contenido del correspondiente frasco rotulado como "adicionado", se enjuaga el frasco con tres porciones de la muestra transfiriendo los enjuagues a la botella y se llena la botella con muestra dejando un espacio libre de aproximadamente dos centímetros; cuando sea necesario, se adiciona el reactivo de preservación, se agita para homogenizar y se tapan las botellas. Desde el momento de la toma de muestras y hasta su llegada al laboratorio, éstas se deben conservar en refrigeración a 4°C, evitando la congelación.

Los recipientes no deberán ser llenados completamente, excepto algunos casos específicos (DBO, sulfuros, entre otros), ya que se pueden generar rupturas o explosiones por cambios de temperatura y presión, por lo cual es aconsejable dejar un espacio libre entre el contenido y la tapa.

10 MUESTRAS DE CONTROL

Para efectuar el seguimiento analítico a las condiciones de las muestras durante los procesos de preservación, transporte y almacenamiento, se llevan a los sitios de muestreo seleccionados de acuerdo con el plan de muestreo, los siguientes controles en un porcentaje de 5 a 10% de los eventos de 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.
- **Blanco:** es un sistema físico que no contiene muestra real y por consiguiente no debería contener el analito de interés, pero que debe contener todos los reactivos que se utilizan en el método de muestreo y análisis, y debe ser sometido a las mismas condiciones y al mismo procedimiento que las muestras. Los blancos de muestreo son botellas llenas de agua grado reactivo que deberá tener la calidad recomendada por el método respectivo. La función de los blancos es demostrar que las muestras no sufrieron procesos de contaminación cruzada, ni alteraciones en el transcurso del muestreo, preservación y almacenamiento, y verifican el estado de limpieza de los envases.
- **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.
- **Muestra duplicada:** es una muestra de la cual dos porciones se depositan en dos botellas diferentes, con el fin de garantizar la repetibilidad y representatividad del proceso de muestreo.

Los criterios de aceptación o rechazo de los resultados analíticos, las condiciones y consideraciones particulares, y demás aspectos relacionados, deberán ser establecidos por el laboratorio.

11 ENVIO Y/O ENTREGA AL LABORATORIO

Todas las muestras de un mismo sitio de muestreo deberán ser almacenadas en una misma nevera, para evitar posibles confusiones con muestras de otros sitios; sin embargo, si fueron tomados blancos estos deben ir empacados de igual manera que las otras muestras para que el laboratorio no los pueda identificar. Los recipientes deberán ser colocados en posición vertical, con suficientes

bolsas de hielo intercaladas de tal manera que se alcance una temperatura cercana a los 4° C. Se debe verificar que las botellas no se caigan, ni se abran, ni se les desprenda el rótulo. Después de embaladas se tapa y se sella la nevera. Es aconsejable colocarle un rótulo con la firma de quien hizo el muestreo, la fecha y la hora, adherido de tal manera que se rompa una vez la nevera sea abierta (sello de seguridad).

Las neveras deberán ser entregadas por alguna de las personas que hicieron parte de la comisión de muestreo al laboratorio, entregando igualmente los formatos de campo. Las muestras deberán ser radicadas y colocadas a la mayor brevedad posible dentro del cuarto frío, donde las muestras se conservaran para su posterior análisis.

Para el caso de muestras enviadas por correo, se deberá asegurar la conservación e integridad de éstas, hasta su llegada al laboratorio.

Es importante tener en cuenta el tiempo recomendado de almacenamiento para realizar cada análisis (Ver Anexo 2). Análisis como cianuro, nitrato, nitrito, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), entre otros, deberán ser realizados a la mayor brevedad teniendo en cuenta el almacenamiento máximo de la muestra.

12 MANEJO DE RESIDUOS GENERADOS EN CAMPO

Los residuos líquidos y sólidos generados durante la operación de muestreo deben disponerse adecuadamente según su grado de peligrosidad. Por ejemplo, los residuos acuosos que contienen ácidos o bases, se deben disponer en una garrafa debidamente rotulada destinada para tal fin; en caso de generar residuos de solventes orgánicos, éstos se disponen aparte, en un recipiente de plástico resistente, que cuente con un cierre más hermético con subtapa, que reduzca el riesgo de evaporación.

Los residuos sólidos no peligrosos se disponen en bolsas plásticas negras y los residuos sólidos de sustancias químicas tóxicas y peligrosas en bolsas plásticas rojas.

13 BIBLIOGRAFIA

ANDI; 1997, Manual de Caracterización de Aguas Residuales Industriales

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. Informe Final – Asesoría Experto Internacional; Junio 2003, Red de Calidad del Recurso Hídrico de Bogotá D.C.

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales; 1999, Sistema de Información – Componente Hidrológico – Redes, Mediciones, Observaciones y Procesos Básicos.

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales; 2003, VI Fase de Seguimiento de Efluentes Industriales y Corrientes Superficiales de Bogotá D.C.

Instituto Nacional del Agua, Metodologías para el Monitoreo de Agua y Sedimentos en Cursos Superficiales y de Suelos Afectados por Procesos Contaminantes de Origen Industrial.

ISO 5667-1; 1995, Gestión Ambiental. Calidad del Agua. Muestreo. Directrices para el Diseño de Programas de Muestreo.

ISO 5667-2; 1995, Gestión Ambiental. Calidad del Agua. Muestreo. Técnicas Generales de Muestreo.

ISO 5667-4; 1996, Gestión Ambiental. Calidad del Agua. Muestreo. Guía para el Muestreo de Lagos Naturales y artificiales.

ISO 5667-10; 1995, Gestión Ambiental. Calidad del Agua. Muestreo. Muestreo de Aguas Residuales

ISO 5667-11; 1996, Gestión Ambiental. Calidad del Agua. Muestreo. Muestreo de Aguas Subterráneas

ISO 5667-14; 1988, Water Quality –Sampling – Part 14: Guidance on the Quality Assurance of Environmental Water Sampling and Handling.

ISO 5667-16; 1993, Water Quality –Sampling – Part 16: Guidance on the Bio Testing of Samples.

ISO 5667-18; 2003, Gestión Ambiental. Calidad del Agua. Muestreo. Muestreo de Aguas Subterráneas en Sitios Contaminados

Manual de Campo para el Muestreo de la Calidad del Agua en <http://ag.arizona.edu/AZWATER/publications/handbook/espanol/contents.html>

ANEXO 1

LISTA DE CHEQUEO DE EQUIPOS Y MATERIALES

EQUIPOS Y MATERIALES PARA LA REALIZACIÓN DEL PROGRAMA DE MONITOREO

A continuación se presenta la lista general de los implementos recomendados en el momento de realizar el monitoreo¹, es importante que las personas que realicen el muestreo chequeen uno a uno los equipos y materiales aquí mencionados.

Para la Medición de parámetros de Campo	
<input type="checkbox"/> Formato de captura de datos	<input type="checkbox"/> Baldes plásticos preferiblemente con tapa
<input type="checkbox"/> Geoposicionador	<input type="checkbox"/> Cono Imhoff de 1L, para la medición de sólidos sedimentables ²
<input type="checkbox"/> Altimetro	<input type="checkbox"/> Termómetros sin mercurio
<input type="checkbox"/> Equipo para medición in situ ³	<input type="checkbox"/> Copias de los manuales de fabricantes del equipo de campo
<input type="checkbox"/> Reactivos de calibración	<input type="checkbox"/> Calculadora
<input type="checkbox"/> Recipiente para calibración del equipo de medición	<input type="checkbox"/> Medidor de pH y buffers, cinta indicadora de pH
<input type="checkbox"/> Instructivos para la toma de muestras	

Para la Toma de Muestras	
<input type="checkbox"/> Recipientes de vidrio o plástico	<input type="checkbox"/> Reactivos para preservación de muestras
<input type="checkbox"/> Probeta plástica graduada de 1000 o 2000 mL	<input type="checkbox"/> Frasco lavador con agua destilada
<input type="checkbox"/> Recipiente con agua corriente	<input type="checkbox"/> Balde plástico de 10 L de capacidad con llave plástica
<input type="checkbox"/> Cuerda de Nylon	<input type="checkbox"/> Neveras de icopor o de plástico
<input type="checkbox"/> Bolsas de Hielo	<input type="checkbox"/> Papel indicador universal
<input type="checkbox"/> Frascos de 50 o 100 mL con gotero graduado	<input type="checkbox"/> Pera de caucho o pipeteador
<input type="checkbox"/> Papel absorbente	<input type="checkbox"/> Cinta pegante o de enmascarar
<input type="checkbox"/> Bolsa pequeña de basura	<input type="checkbox"/> Bolsas plásticas
<input type="checkbox"/> Fichas de Seguridad de los preservantes	

¹ Los equipos y materiales necesarios para el aforo fueron tomados del documento “ Sistema de Información – Componente Hidrológico – Redes, Mediciones, Observaciones y Procesos Básicos” (Ver CD Anexo), numeral 3.7.3

² En caso de que el punto de muestreo se encuentre cerca del laboratorio, esta análisis podrá ser realizado en el laboratorio

³ Es aconsejable la utilización de equipos de campo que permitan medir un mayor número de parámetros (Temperatura, pH, Conductividad, Oxígeno Disuelto, entre otros).

Para protección y seguridad de las personas que efectúan el muestreo	
<input type="checkbox"/> Overol o ropa de trabajo cómoda	<input type="checkbox"/> Guantes de Carnaza
<input type="checkbox"/> Gafas de Seguridad	<input type="checkbox"/> Botas de Caucho
<input type="checkbox"/> Guantes de Caucho	<input type="checkbox"/> Impermeable para lluvia
<input type="checkbox"/> Guantes de latex	<input type="checkbox"/> Máscara respiradora con filtros para ácidos y vapores orgánicos

Para Supervivencia en Campo	
<input type="checkbox"/> Caja de herramienta con herramientas básicas	<input type="checkbox"/> Binoculares
<input type="checkbox"/> Botiquín de primeros auxilios, cuchillo	<input type="checkbox"/> Extintor (tipo B)
<input type="checkbox"/> Sombrero, bloqueador solar, agua para beber	<input type="checkbox"/> Casco liviano
<input type="checkbox"/> Repelente contra insectos (Lávese bien las manos después de aplicarse)	<input type="checkbox"/> Linterna con pilas extras
<input type="checkbox"/> Lentes de sol o lentes de seguridad	<input type="checkbox"/> Cuerda
<input type="checkbox"/> Agua suficiente	<input type="checkbox"/> Pito y luces de bengala
<input type="checkbox"/> Radio	<input type="checkbox"/> Linterna
<input type="checkbox"/> Bayetilla roja	

Para la Localización Física	
<input type="checkbox"/> Cámara fotográfica, rollo	<input type="checkbox"/> Fotografías áreas (opcional)
<input type="checkbox"/> Mapa topográfico	<input type="checkbox"/> Brújula
<input type="checkbox"/> Geoposicionador	<input type="checkbox"/> Altimetro

Para Aforo por Suspensión	
<input type="checkbox"/> Malacate y tabla con polea	<input type="checkbox"/> Cartera de aforos
<input type="checkbox"/> Molinete completo incluido cola estabilizadora	<input type="checkbox"/> Escandallos 30, 60, 75 y 100 libras
<input type="checkbox"/> Contador	

Para Aforo Angular	
<input type="checkbox"/> Sección establecida con sus respectivos mojones	<input type="checkbox"/> Lancha con motor fuera de borda
<input type="checkbox"/> Jalones y banderolas colores vivos (roja, naranja y blanca)	<input type="checkbox"/> El mismo equipo para aforos por suspensión
<input type="checkbox"/> Sextante o tránsito	<input type="checkbox"/> Radios portátiles

Para Aforo en Bote Cautivo	
<input type="checkbox"/> Establecer sección	<input type="checkbox"/> El mismo equipo que para los aforos por suspensión y angular
<input type="checkbox"/> Bote	<input type="checkbox"/> Manila

Para Aforo por Vadeo	
<input type="checkbox"/> Cinta métrica	<input type="checkbox"/> Cartera de aforos
<input type="checkbox"/> Varillas de vadeo	<input type="checkbox"/> Molinete
<input type="checkbox"/> Contador	

Para Aforo Volumétrico	
<input type="checkbox"/> Definir y adecuar sección	<input type="checkbox"/> Cartera de aforos
<input type="checkbox"/> Balde aforado en litros	<input type="checkbox"/> Cronómetro

Para Aforo por Trazadores – Dilución	
<input type="checkbox"/> Trazador o tintes	<input type="checkbox"/> Cinta métrica
<input type="checkbox"/> Conductímetro	<input type="checkbox"/> Dos probetas
<input type="checkbox"/> Cronómetro	<input type="checkbox"/> Baldes graduados
<input type="checkbox"/> Botella de mariotte	<input type="checkbox"/> Frascos de 100 ml
<input type="checkbox"/> Agua destilada	<input type="checkbox"/> Radios portátiles
<input type="checkbox"/> Cartera de aforos	

Para Aforo con Lancha en Movimiento	
<input type="checkbox"/> Sección establecida con sus respectivos mojones	<input type="checkbox"/> Ecosonda
<input type="checkbox"/> Jalones y banderolas colores vivos (roja, naranja y blanca)	<input type="checkbox"/> Batería de 12 voltios
<input type="checkbox"/> Lancha con motor fuera de borda	<input type="checkbox"/> Cartera de aforos
<input type="checkbox"/> Molinete completo	<input type="checkbox"/> Cronómetro
<input type="checkbox"/> Contador	<input type="checkbox"/> Soporte para fijación del molinete

Para Aforo por Flotadores	
<input type="checkbox"/> Flotadores	<input type="checkbox"/> Cartera de aforos
<input type="checkbox"/> Cinta métrica	<input type="checkbox"/> Radios portátiles
<input type="checkbox"/> Cronómetro	

ANEXO 2

REQUERIMIENTOS PARA ENVASE, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS



REQUERIMIENTOS PARA ENVASE, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Determinación	Tipo de recipiente ²	Volumen mínimo de muestra, mL	Tipo de muestra ³	Preservación ⁴	Almacenamiento ⁵	
					Recomendado	Máximo
Carbono orgánico, total	V	100	s, c	Análisis inmediato; o refrigerar y agregar H ₃ PO ₄ o H ₂ SO ₄ hasta pH<2	7 d	28 d
Cianuro total	P, V	500	s, c	Agregar NaOH hasta pH>12, refrigerar en la oscuridad ⁶	24 h	14 d ⁷
Cianuro clorable	P, V	500	s, c	Agregar 100 mg Na ₂ S ₂ O ₃ /L	Inmediato	14 d ⁷
Cloruro	P, V	50	s, c	No requiere	28 d	28 d
Conductividad	P, V	500	s, c	Refrigerar	28 d	28 d
DBO	P, V	1000	s	Refrigerar	6 h	48 h
DQO	P, V	100	s, c	Analizar lo más pronto posible, o agregar H ₂ SO ₄ hasta pH<2; refrigerar	7 d	28 d
Fenoles	P, V	500	s, c	Refrigerar; agregar H ₂ SO ₄ hasta pH<2	28 d	28 d
Fosfato	V	100	s	Para fosfato disuelto filtrar inmediatamente; refrigerar	48 h	48 h
Fósforo total	V (A)	100	s	Agregar H ₂ SO ₄ hasta pH<2; refrigerar	48 h	28 d
Grasa y aceite	V, boca ancha calibrado	1000	s, c	Agregar HCl hasta pH<2, refrigerar	28 d	28 d
Metales, general	P (A), V(A)	500	s	Filtrar ⁸ , agregar HNO ₃ hasta pH<2	6 meses	6 meses
Metales: Cromo VI, Cobre colorimetría	P (A), V(A)	300	s	Refrigerar	24 h	24 h
Metales: Mercurio	P (A), V(A)	500	s, c	Agregar K ₂ Cr ₂ O ₇ al 5% en HNO ₃ hasta pH<2, 4°C, refrigerar	28 d	28 d
Nitrógeno amoniacal	P, V	500	s, c	Analizar lo más pronto posible, o agregar H ₂ SO ₄ hasta pH<2; refrigerar	7 d	28 d
Nitrato	P, V	100	s, c	Analizar lo más pronto posible o refrigerar	48 h	48 h (28 d para muestras cloradas)
Nitrato + nitrito	P, V	200	s, c	Agregar H ₂ SO ₄ hasta pH<2, refrigerar	Inmediato	28 d
Nitrito	P, V	100	s, c	Analizar lo más pronto posible o refrigerar	Inmediato	48 h
Nitrógeno Orgánico, Kjeldahl	P, V	500	s, c	Refrigerar; agregar H ₂ SO ₄ hasta pH<2	7 d	28 d
pH	P, V	50	s	Análisis inmediato	2 h	—
Sólidos	P, V	200	s, c	Refrigerar	7 d	2-7 d, ver protocolo
Sulfato	P, V	100	s, c	Refrigerar	28 d	28 d



Determinación	Tipo de recipiente ²	Volumen mínimo de muestra, mL	Tipo de muestra ³	Preservación ⁴	Almacenamiento ⁵	
					Recomendado	Máximo
Sulfuro	P, V	100	s, c	Refrigerar; agregar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100 mL; agregar NaOH hasta pH>9	28 d	7 d
Sustancias activas al azul de metileno	P, V	250	s, c	Refrigerar	48 h	48 h
Temperatura	P, V	—	s	Análisis inmediato	—	—
Turbidez	P, V	100	s, c	Analizar el mismo día; para más de 24 h guardar en oscuridad, refrigerar	24 h	48 h

¹ Para detalles adicionales ver los protocolos analíticos respectivos. Para las determinaciones no enumeradas, usar recipientes de vidrio o plástico; preferiblemente refrigerar durante el almacenamiento y analizar lo más pronto posible.

² P = plástico (polietileno o equivalente); V = vidrio; V(A) o P(A) = enjuagado con HNO₃ 1+1; V(B) = vidrio, enjuagado con solventes orgánicos o secado en estufa.

³ s = Muestra simple o puntual; c = muestra compuesta.

⁴ Refrigerar = almacenar a 4°C en ausencia de luz. La preservación de la muestra debe realizarse en el momento de la toma de muestra. Para muestras compuestas, cada alícuota debe preservarse en el momento de su recolección. Cuando el uso de un muestreador automático haga imposible la preservación de cada alícuota, las muestras deben mantenerse a 4°C hasta que se complete la composición.

⁵ Las muestras deben ser analizadas lo más pronto posible después de su recolección. Los tiempos listados son los periodos máximos que pueden transcurrir antes del análisis para considerarlo válido. Las muestras pueden dejarse por periodos más prolongados solo si su monitoreo en el laboratorio ha demostrado que la muestra en estudio es estable durante un mayor tiempo. Algunas muestras pueden no ser estables por el periodo máximo dado en la tabla. Si se envían las muestras por correo, deben cumplir con las regulaciones de transporte de materiales peligrosos

⁶ Si la muestra está clorada, consultar su pretratamiento en el protocolo analítico o en *Standard Methods*.

⁷ El máximo tiempo de almacenamiento es de 24 h si está presente el sulfuro, el cual se puede detectar mediante papel con acetato de plomo antes de ajustar el pH; si el sulfuro está presente, puede removerse por adición de nitrato de cadmio en polvo hasta que se obtenga prueba negativa; después se filtra la muestra y se adiciona NaOH hasta pH 12.

⁸ Para metales disueltos las muestras deben filtrarse inmediatamente en el sitio de muestreo, antes de adicionar el ácido.

ANEXO 3

FORMATO DE CAPTURA DE DATOS DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL



Código: FM0308

Sección: 001

Fecha: 25/10/2002

Versión: 02

Página: 3 de 3

FORMATO DE CAPTURA DE DATOS DE CAMPO PARA AFORO Y TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL

USO EXCLUSIVO DEL LABORATORIO

NOMBRE DE QUIEN RECIBE														FIRMA											
FECHA DE RECIBO (dd/mm/aaaa)																CANTIDAD DE NEVERAS RECIBIDAS									
ESTADO DE LAS NEVERAS:		BUENO		1	2	3	4	5	6	SIN SELLO		1	2	3	4	5	6	DESTAPADAS		1	2	3	4	5	6
REFRIGERACIÓN:		BUENA		1	2	3	4	5	6	ACEPTABLE		1	2	3	4	5	6	NULA		1	2	3	4	5	6
ESTADO DE LAS BOTELLAS:		MAL TAPADAS				ROTAS				SIN RÓTULO															
CANTIDAD DE BOTELLAS:		DE VIDRIO				DE PLÁSTICO				OTRAS															
OBSERVACIONES:																									
NOMBRE DE QUIEN RADICA														FIRMA											
FECHA DE ALMACENAMIENTO (dd/mm/aaaa)																		HORA (hh:mm)							
OBSERVACIONES:																									

ANEXO 4

FORMATO DE CAPTURA DE DATOS EN CAMPO PARA AFORO Y TOMA DE MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL



Código: FM0188

Sección: 01

Fecha: 02/02/2004

Versión: 02

Página: 1 de 1

Hoja No.:

FORMATO DE CAPTURA DE DATOS EN CAMPO PARA AFORO Y TOMA DE MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL

CÓDIGO MUESTRA

1. INFORMACIÓN DE LA UNIDAD PRODUCTIVA

RAZON SOCIAL O NOMBRE DEL PROPIETARIO			NIT o C.C.		
DIRECCIÓN		TELEFONO		FAX	
BARRIO	LOCALIDAD				
NOMBRE DEL REPRESENTANTE LEGAL O APODERADO		C.C.	CARGO		
NOMBRE DEL RESPONSABLE INFORMACIÓN CONSIGNADA		C.C.	CARGO		
ACTIVIDAD INDUSTRIAL			CIU 4 DIGITOS rev 3 A.C.		
Nº DE EMPLEADOS	HORAS / DÍA FUNCIONAMIENTO		TURNOS DÍA	DE	HORAS
DÍA /SEMANA FUNCIONAMIENTO		SEMANAS / AÑO FUNCIONAMIENTO			
PRODUCCIÓN (DÍA VISITA)		PRODUCCIÓN MENSUAL			
FECHA VISITA (dd/mm/aaaa)		HORA INICIO VISITA (hh:min)			
LECTURA CONTADOR 1 AGUA AL INICIO VISITA		m³	LECTURA CONTADOR 1 ENERGIA AL INICIO VISITA		kw/h
LECTURA CONTADOR AGUA 2 AL INICIO VISITA		m³	LECTURA CONTADOR 2 ENERGIA AL INICIO VISITA		kw/h

2. INFORMACION SOBRE SUMINISTRO DE SERVICIOS (ENTRADA)¹

FUENTE DE ABASTECIMIENTO DE AGUA	CONSUMO M ³				PERIODO CORRESPONDIENTE
	CONSUMO CONTADOR 1	CONSUMO CONTADOR 2	DOMESTICO %	INDUSTRIAL %	
ACUEDUCTO	Ultima factura				
	Penúltima factura				
	Antepenúltima factura				
AGUA SUBTERRANEA					
AGUA LLUVIA					
FUENTE SUPERFICIAL					
OTRO					
CONSUMO Kw/h					PERIODO CORRESPONDIENTE
ENERGIA ELECTRICA					

¹ El diligenciamiento de esta información depende de la disponibilidad de la misma por parte de los establecimientos en el momento de hacer la visita



Código: FM0188

Sección: 01

Fecha: 02/02/2004

Versión: 02

Página: 2 de 2

Hoja No.:

3. INFORMACIÓN SOBRE VERTIMIENTOS (SALIDAS)

TIPO DE RECEPTOR		NOMBRE DEL RECEPTOR						
No. DE VERTIMIENTOS INDUSTRIALES		No. DE VERTIMIENTOS MUESTREADOS						
RECIRCULACIÓN	SI	NO	CAUDAL RECIRCULADO			L/s	m ³ /h	
			SALIDA 1	SALIDA 2	SALIDA 3	SALIDA 4	SALIDA 5	SALIDA 6
TIPO DE VERTIMIENTO: Periódico regular, periódico irregular, continuo e irregular								
PERIODICIDAD								
TIEMPO DEL VERTIMIENTO HORAS/DIA								
CAUDAL DE SALIDA ²	L/s	m ³ /h						
SISTEMA DE TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES								
PRETRATAMIENTO	REJILLAS							
	TRAMPA DE GRASAS							
	DESARENADOR							
	TANQUE ECUALIZACIÓN							
	OTRO, CUAL							
TRATAMIENTO PRIMARIO	COAGULACIÓN							
	SEDIMENTACIÓN							
	PRECIPITACIÓN							
	OTRO/ CUAL							
TRATAMIENTO SECUNDARIO	LODOS ACTIVADOS							
	LAGUNAS							
	FILTROS							
	FILTRO PERCOLADOR							
	DAF							
	UASB							
	OTRO / CUAL							
TRATAMIENTO Terciario	OZONIFICACIÓN							
	OSMOSIS INVERSA							
	CLORACIÓN							
	OTRO / CUAL							
METODO AFORO	VOLUMÉTRICO, VELOCIDAD, VERTEDERO, CANALETA							

² Este dato corresponde a la información con que cuenta la empresa



Código: FM0188

Sección: 01

Fecha: 02/02/2004

Versión: 02

Página: 4 de 4

Hoja No.:

6. REPORTE DATOS DE MUESTREO

MUESTRA	VARIABLE	SALIDA 1	SALIDA 2	SALIDA 3	SALIDA 4	SALIDA 5	SALIDA 6
1	VOLUMEN, L						
	TIEMPO, s						
	CAUDAL, (Aforo) L/s						
	T, °C						
	pH						
	C.E., µS/cm						
	HORA DE MUESTREO						
2	VOLUMEN, L						
	TIEMPO, s						
	CAUDAL, (Aforo) L/s						
	T, °C						
	pH						
	C.E., µS/cm						
	HORA DE MUESTREO						
3	VOLUMEN, L						
	TIEMPO, s						
	CAUDAL, (Aforo) L/s						
	T, °C						
	pH						
	C.E., µS/cm						
	HORA DE MUESTREO						
4	VOLUMEN, L						
	TIEMPO, s						
	CAUDAL, (Aforo) L/s						
	T, °C						
	pH						
	C.E., µS/cm						
	HORA DE MUESTREO						
Muestra compuesta	CAUDAL, L/s						
	C.E., µS/cm						
	T, °C						
	pH						
	TIEMPO DE MUESTREO						
Georeferenciación	LONGITUD (°, ', ") N / S						
	LATITUD (°, ', ") W						
	ALTITUD (msnm)						



Código: FM0188	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 5 de 5
				Hoja No.:

7. OBSERVACIONES

--

8. DESCRIPCIÓN DE LA VISITA (SALIDA)


LECTURA CONTADOR 1 AGUA AL FINAL DE LA VISITA		m ³	LECTURA CONTADOR 1 DE ENERGIA AL FINAL DE LA VISITA		kw/h
LECTURA CONTADOR 2 AGUA AL FINAL DE LA VISITA		m ³	LECTURA CONTADOR 2 DE ENERGIA AL FINAL DE LA VISITA		kw/h
HORA DE SALIDA (hh:min)		CONSUMO DE AGUA m ³		CONSUMO DE ENERGIA kw/h	
FIRMA DE RESPONSABLE DE VISITA:			FIRMA DE QUIEN ATENDIÓ LA VISITA:		
C.C.			C.C.		

9. ANALISIS A REALIZAR

	DBO	DQO	Grasas y Aceites	S. Sediment.	S. Suspend.	Fenoles	Hidrocarburos	Tensoactivos	Cianuros	Fósforo Total	Sulfuros	Aluminio	Bario	Cadmio	Cobre	Cromo Total	Cromo VI	Manganeso	Mercurio	Níquel	Plata	Plomo	Selenio	Zinc												
MUESTRA																																				
REPLICA																																				
BLANCO																																				
TESTIGO																																				
ADICIONADO																																				

10. RECEPCIÓN EN EL LABORATORIO

NOMBRE DE QUIEN RECIBE													FIRMA												
FECHA DE RECIBO (dd/mm/aaaa)													CANTIDAD DE NEVERAS RECIBIDAS												
ESTADO DE LAS NEVERAS:	BUENO	1	2	3	4	5	6	SIN SELLO	1	2	3	4	5	6	DESTAPADAS	1	2	3	4	5	6				
REFRIGERACIÓN:	BUENA	1	2	3	4	5	6	ACEPTABLE	1	2	3	4	5	6	NULA	1	2	3	4	5	6				
ESTADO DE LAS BOTELLAS:	MAL TAPADAS						ROTAS						SIN RÓTULO												
CANTIDAD DE BOTELLAS:	DE VIDRIO						DE PLÁSTICO						OTRAS												
OBSERVACIONES:																									
NOMBRE DE QUIEN RADICA													FIRMA												
FECHA DE ALMACENAMIENTO (dd/mm/aaaa)													HORA (hh:min)												
OBSERVACIONES:																									

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 1 de 1
					Hoja No.:

INSTRUCTIVO PARA EL DILIGENCIAMIENTO DEL FORMATO DE CAPTURA DE DATOS EN CAMPO PARA AFORO Y TOMA DE MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL - FM 0188

1. INFORMACION DE LA UNIDAD PRODUCTIVA.

- **Razón Social o Nombre del propietario**

Si la empresa pertenece a una sociedad legalmente constituida escriba el nombre con el cual aparece registrada ante la Cámara de Comercio. En su defecto, anote los nombres y apellidos del propietario o del socio principal o de aquel que en forma permanente se encuentra en la empresa.

- **NIT o C.C**

Si la empresa posee NIT (Número de Identificación Tributaria), escriba el número asignado por la DIAN en la casilla correspondiente, incluya siempre el dígito de verificación (D.V.). De lo contrario escriba el número de la cédula de ciudadanía, incluido si lo tiene el dígito de verificación, del propietario o del socio principal o de aquel que en forma permanente se encuentra en la empresa.

Por ejemplo si el NIT es: 860.301.982-3 escriba 860.301.982-3
 860.301.982-A-3 escriba 860.301.982-3
 Si la C.C es: 51.321.426-9 escriba 51.321.426-9
 51.321.426 escriba 51.321.426

- **Dirección:**

Escriba la dirección completa de las instalaciones donde se encuentra ubicada la unidad productiva. En caso de no contar con dirección, anotar las especificaciones necesarias para que cualquier persona pueda encontrar su localización.

- **Teléfono:**


Escriba el (o los) número(s) telefónico(s) de la unidad productiva. En caso de no contar con línea telefónica en la unidad productiva escribir un número externo haciendo la aclaración en la sección de observaciones.

- **Fax:**

Escriba el número de fax de la unidad productiva.

- **Barrio:**

Escriba el nombre del barrio de las instalaciones donde se encuentra ubicada la unidad productiva.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 2 de 2
					Hoja No.:

- **Localidad:**

Escriba el nombre de la localidad a la que corresponde el barrio anotado en el espacio anterior.

- **Nombre del Representante Legal o Apoderado / C.C / Cargo**

Escriba los nombres y apellidos del representante legal o apoderado, con su número de cédula y el cargo que ocupa en la unidad productiva.

- **Nombre del Responsable de la Información consignada / C.C / Cargo**

Escriba el nombre y apellidos de la persona responsable de la información consignada en este formato con su número de cédula y el cargo que ocupa en la unidad productiva.

- **Actividad industrial**

Escriba la descripción de la actividad económica principal que se desarrolla en la unidad productiva según la Clasificación Industrial Internacional Uniforme de las Actividades Económicas, CIIU revisión 3 adaptada para Colombia a 4 dígitos -CIIU rev. 3 A.C.-.


La actividad principal se establece tomando en cuenta los bienes que vende, o los servicios que presta a otros establecimientos.

- **CIIU a 4 dígitos rev 3 AC**

Escriba el código CIIU rev. 3 A.C correspondiente a la descripción de la actividad económica principal que se desarrolla en la unidad productiva.

- **No. de empleados:**

Indique el número total de empleados, entre personal técnico y administrativo, que se encuentra laborando en el momento la visita. **Incluya** el personal ocupado fijo, permanente o de planta que figura en la nomina. Incluya también aquellos socios, propietarios, o familiares no remunerados pero que ejerzan una labor, tarea o trabajo en la unidad productiva. **No incluir** en éste ítem a pensionados, socios o miembros de junta directiva que sólo se les paga por asistir a las reuniones, trabajadores en servicio militar, personal temporal, personas que realizan en su domicilio particular, labores industriales para la unidad productiva, profesionales (abogados, economistas, asesores, contadores, ingenieros) que son empleados de la unidad productiva pero que prestan esporádicamente sus servicios a este.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 3 de 3
					Hoja No.:

- **Horas/día funcionamiento:**

Reporte la frecuencia de operación o funcionamiento, en horas por día, en la época de la visita.

- **Turnos día / de horas**

Escriba el No. de turnos de operación o funcionamiento en No. de turnos por día, y el número de horas en cada uno.

- **Día/semana funcionamiento**

Reporte la frecuencia de operación o funcionamiento en días por semana.

- **Semanas/año funcionamiento**

Reporte la frecuencia de operación o funcionamiento en semanas por año (Máximo total de semanas al año: 52).

- **Producción (día visita)**

Escribir la cantidad de producto que se proyecta producir el día que se realiza la visita.

- **Producción Mensual**

Escribir la cantidad de producto que se proyecta producir durante el mes en que se realiza la visita. Anotar en las mismas unidades de producto utilizadas en el espacio anterior.

- **Fecha Visita (dd/mm/aaaa)**


Diligencie la fecha en la cual se realiza, con el siguiente orden: día/mes/año.

- **Hora Inicio Visita (hh:min)**

Diligencie la hora en la que se inició la visita al establecimiento.

- **Lectura contador agua al inicio de la visita**

Realice la lectura del número de m³ que se registran en el contador de agua al iniciar la visita. Si la unidad productiva dispone de más de un contador de agua infórmelo en la siguiente casilla.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 4 de 4
					Hoja No.:

- **Lectura contador energía al inicio de la visita**

Realice la lectura del número de kw/h que se registran en el contador de energía al iniciar la visita. Si la unidad productiva dispone de más de un contador de agua infórmelo en la siguiente casilla.

2. INFORMACION SOBRE SUMINISTRO DE SERVICIOS (ENTRADA)

- **Fuente de abastecimiento de agua**

Según el tipo de fuente utilizada por la planta, acueducto, aguas subterráneas, aguas lluvias, fuentes superficiales u otras fuentes, informar el consumo en m³ en las casillas correspondientes.

- **Acueducto:** En la primera fila escribir el consumo de la última factura o recibo de pago. En las dos siguientes filas los consumos correspondientes a los dos recibos de pago inmediatamente anteriores. En las columnas Doméstico e Industrial informar el porcentaje aproximado para cada uno de estos usos. En la última columna diligenciar el periodo de tiempo correspondiente a ese consumo, es decir, desde dd/mm/año hasta dd/mm/año de cada uno de los recibos.
- **Agua subterránea:** anotar el consumo total, doméstico e industrial en m³ de agua de esta fuente y en la última columna el periodo de tiempo que corresponde a ese consumo (puede ser diferente a un mes).
- **Agua lluvia:** igual que el anterior pero para este tipo de fuente de abastecimiento.
- **Fuente superficial:** igual que el anterior pero para este tipo de fuente de abastecimiento.
- **Otro:** en caso de tener otra fuente de abastecimiento, anotar su nombre, consumo de agua y periodo de tiempo.


- **Energía Eléctrica:**

- **Consumo:** escribir el consumo en kw/h de energía del último recibo de pago.
- **Periodo de tiempo:** informe desde dd/mm/año hasta dd/mm/año del último recibo de pago.

3. INFORMACION SOBRE VERTIMIENTOS (SALIDAS).

- **Tipo de receptor/Nombre del receptor**

En esta división se tiene en cuenta si el agua vertida, llega directamente al alcantarillado o a una fuente superficial (río, quebrada, laguna, etc.) u otro receptor. en caso de ser desalojada a una fuente superficial se deberá consignar el nombre de la fuente.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 5 de 5
					Hoja No.:

- **Número vertimientos industriales/ Número de vertimientos muestreados**

El número de vertimientos debe ser consignado de acuerdo a lo observado en campo. Los vertimientos deben ser aforados y caracterizados en su totalidad mientras sea posible, de lo contrario se debe especificar el número de vertimientos muestreados (caracterizados) contra la cantidad total de ellos.


- **Recirculación / Caudal recirculado**

Informe si hay recirculación de agua y el caudal de recirculación señalando con una X las unidades de medida en las cuales se reporta.

- **Tipo de vertimiento**

Hay cuatro tipos de vertimientos (Periódico regular, periódico irregular, continuo e irregular). Anotar en la casilla correspondiente al vertimiento encontrado en cada descarga.

- **Descarga periódica regular:** el tiempo entre descarga y descarga es el mismo y los ciclos productivos no varían (volumen de producción constante), lo cual implica que no habrá alteraciones en el caudal y las concentraciones de los contaminantes permanecerán aproximadamente constantes. **Periodicidad:** tiempo en el que se demora la generación del vertimiento. **Tiempo del vertimiento:** anotar las horas al día en las que se genera el vertimiento.
- **Descarga periódica irregular:** el tiempo entre descarga y descarga es constante, pero los ciclos productivos varían frecuentemente (aumento o disminución del volumen de producción), viéndose afectado el caudal y la concentración de los contaminantes. **Periodicidad:** tiempo en el que se demora la generación del vertimiento. **Tiempo del vertimiento:** anotar las horas al día en las que se genera el vertimiento.
- **Descarga continua:** el caudal y la concentración del agua residual no varían, debido a que se derivan de un mismo ciclo productivo que no presenta cambios apreciables en el tiempo. **Periodicidad:** Dejar en blanco. **Tiempo del vertimiento:** anotar las horas al día en las que se genera el vertimiento.
- **Descarga irregular:** El tiempo de descarga y producción no es constante creando una variación continua tanto en el caudal como en la carga contaminante. **Periodicidad:** tiempo en el que se demora la generación del vertimiento. **Tiempo del vertimiento:** anotar las horas al día en las que se genera el vertimiento.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 6 de 6
					Hoja No.:

4. SISTEMA DE TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES

- **Pretratamiento:**

- Rejillas
- Trampa de grasa
- Desarenador
- Tanque de equalización
- Otro / Cual

- **Tratamiento primario:**

- Coagulación
- Sedimentación
- Precipitación
- Otro / Cual

- **Tratamiento secundario:**


- Lodos activados
- Lagunas
- Filtros
- Filtro percolador
- DAF
- UASB
- Otro/ Cual

- **Tratamiento terciario:**

- Ozonificación
- Osmosis inversa
- Cloración
- Otro/ Cual

- **METODO DE AFORO**

Volumétrico, Velocidad / Área, Vertedero, Canaleta

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 7 de 7
					Hoja No.:

5. MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS

Tenga en cuenta que se entiende por materias primas los elementos que quedan incorporados físicamente a los productos elaborados

- **No.**

Enumere las materias primas empleadas en el proceso productivo.

- **Descripción materia prima**

Nombre del insumo considerado como materia prima del proceso.

- **Cantidad utilizada**

Cantidad consumida de cada materia prima en kilogramos/mes.

6. DIAGRAMA DE FLUJO

El responsable de la visita deberá realizar un recorrido por la unidad productiva y establecer los diferentes procesos productivos, haciendo un diagrama de flujo del mismo.


7. REPORTE DATOS DE MUESTREO

- **Muestras parciales:** Para cada muestra se anotan en la casilla correspondiente los siguientes datos:

- **Volumen (L):** tomado con el balde en el punto de descarga en un tiempo determinado.
- **Tiempo (s):** Tiempo transcurrido para completar el volumen informado en el anterior punto.
- **Caudal (L/s):** calculado con los datos anteriores si se utilizó el método volumétrico o el determinado por otro método de aforo.
- **Temperatura (°C):** tomada según las instrucciones para medición de parámetros in situ.
- **pH:** tomado según las instrucciones para medición de parámetros in situ.
- **C.E. $\mu\text{S/cm}$:** tomada según las instrucciones para medición de parámetros in situ.
- **Hora de muestreo.**

- **Muestra Compuesta:** Para la muestra compuesta diligenciar los siguientes ítems:

- **Caudal (L/s):** Promedio obtenido de las muestras parciales con los datos de volumen y tiempo si se utilizó el método volumétrico o el determinado por otro método de aforo.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 8 de 8
					Hoja No.:

- **C.E. $\mu\text{S}/\text{cm}$** : Promedio obtenido de las muestras parciales con los datos tomados según las instrucciones para medición de parámetros in situ.
- **Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)**: Promedio obtenido de las muestras parciales según las instrucciones para medición de parámetros in situ.
- **pH**: Promedio obtenido de las muestras parciales según las instrucciones para medición de parámetros in situ.
- **Tiempo de muestreo**: periodo en el que se realizó la recolección de muestras parciales.

- **Georeferenciación**

Para cada descarga anotar el dato reportado por el geoposicionador y el altímetro. Verifique que las unidades en la que toma la lectura son las indicadas.

- **Longitud** ($^{\circ}$, ', ") Cardinalidad Oeste
- **Latitud** ($^{\circ}$, ', ") Cardinalidad Norte / Sur
- **Altitud** (msnm)

8. OBSERVACIONES

En este punto se deben consignar todas aquellas observaciones o irregularidades que se pueden presentar en el momento de la visita, con criterio propio del ingeniero y teniendo en cuenta los diferentes puntos de observación ya establecidos.

9. DESCRIPCIÓN DE LA VISITA (SALIDA)

Los datos aquí consignados determinan los consumos de servicios tanto de agua como de energía.

- **Lectura contador agua al final de la visita**


Realice la lectura del número de m^3 que se registran en el contador de agua al terminar la visita. Si la unidad productiva dispone de más de un contador de agua infórmelo en la siguiente casilla.

- **Lectura contador energía al final de la visita**

Realice la lectura del número de kw/h que se registran en el contador de energía al finalizar la visita. Si la unidad productiva dispone de más de un contador de energía infórmelo en la siguiente casilla.

- **Hora de salida**

Diligencie la hora de salida de la industria

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: II0191	Sección: 01	Fecha: 02/02/2004	Versión: 02	Página: 9 de 9
					Hoja No.:

- **Consumo de agua**

Determinar el consumo de agua mediante la diferencia entre la lectura del contador de agua al inicio de la visita y la lectura del contador de agua al final de la visita

- **Consumo de energía**

Determinar el consumo de energía mediante la diferencia entre la lectura del contador de energía al inicio de la visita y la lectura del contador de energía al final de la visita

- **Firma responsable de la visita / C.C.**

Hace referencia a la firma del Ingeniero de muestreo quien es el responsable de la visita y por ende de los aforos y muestreos y su número de cédula.

- **Firma de quien atendió la visita / C.C.**

Hace referencia a la firma de quien atendió la visita por parte de la industria y quien es responsable que los datos consignados en el formato correspondan a los entregados por el y su número de cédula.

ANEXO 5

METODOS ANALITICOS PARA DEMANDA BIOQUIMICA DE OXIGENO (DBO) Y SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES (SST)



1. SUMARIO Y APLICACIONES

1.1. La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es una prueba que se usa para la determinación de los requerimientos de oxígeno para la degradación bioquímica de la materia orgánica en las aguas municipales, industriales y en general residuales; su aplicación permite calcular los efectos de las descargas de los efluentes domésticos e industriales sobre la calidad de las aguas de los cuerpos receptores. Los datos de la prueba de la DBO se utilizan en ingeniería para diseñar las plantas de tratamiento de aguas residuales.

1.2. La prueba de la DBO es un procedimiento experimental, tipo bioensayo, que mide el oxígeno requerido por los organismos en sus procesos metabólicos al consumir la materia orgánica presente en las aguas residuales o naturales. Las condiciones estándar del ensayo incluyen incubación en la oscuridad a 20°C por un tiempo determinado, generalmente cinco días. Las condiciones naturales de temperatura, población biológica, movimiento del agua, luz solar y la concentración de oxígeno no pueden ser reproducidas en el laboratorio. Los resultados obtenidos deben tomar en cuenta los factores anteriores para lograr una adecuada interpretación.

1.3. Las muestras de agua residual o una dilución conveniente de las mismas, se incuban por cinco días a 20°C en la oscuridad. La disminución de la concentración de oxígeno disuelto (OD), medida por el método Winkler o una modificación del mismo, durante el periodo de incubación, produce una medida de la DBO.

2. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

2.1. Existen numerosos factores que afectan la prueba de la DBO, entre ellos la relación de la materia orgánica soluble a la materia orgánica suspendida, los sólidos sedimentables, los flotantes, la presencia de hierro en su forma oxidada o reducida, la presencia de compuestos azufrados y las aguas no bien mezcladas. Al momento no existe una forma de corregir o ajustar los efectos de estos factores.

2.2. *DBO carbonácea contra nitrogenácea.* La oxidación de las formas reducidas del nitrógeno como amoníaco y nitrógeno orgánico, mediada por los microorganismos, ejercen una demanda nitrogenácea, que ha sido considerada como una interferencia en la prueba; sin embargo, esta puede ser eliminada con la adición de inhibidores químicos. Cuando se inhibe la demanda nitrogenácea de oxígeno, se reportan los resultados como demanda bioquímica de oxígeno carbonácea (DBOC₅); cuando no se inhibe, se reportan los resultados como DBO₅.

Requerimientos de dilución. Si el agua de dilución es de baja calidad, su DBO aparecerá como DBO de la muestra, efecto que será amplificado por el factor de dilución, y el resultado tendrá una desviación positiva. El método de análisis debe incluir agua de dilución de verificación y agua de dilución como blanco para establecer su calidad, mediante la medición del consumo de oxígeno de



DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN

una mezcla orgánica conocida, generalmente glucosa y ácido glutámico. La fuente del agua de dilución puede ser: destilada a partir del agua de grifo, o agua libre de sustancias orgánicas biodegradables o bioinhibitorias tales como cloro o metales pesados. El agua destilada puede contener amoníaco o compuestos orgánicos volátiles; el agua desionizada también puede estar contaminada con compuestos orgánicos solubles lixiviados del lecho de la resina; el uso de destiladores con conductos o accesorios de cobre en las líneas de agua destilada puede producir agua con cantidades excesivas de cobre, que actúa como biocida.

3. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

3.1. Las muestras para determinación de la DBO se deben analizar con prontitud; si no es posible, refrigerarlas a una temperatura cercana al punto de congelación, ya que se pueden degradar durante el almacenamiento, dando como resultado valores bajos. Sin embargo, es necesario mantenerlas el mínimo tiempo posible en almacenamiento, incluso si se llevan a bajas temperaturas. Antes del análisis calentarlas a 20°C.


3.2. *Muestras simples.* Si el análisis se inicia en el intervalo de 2 h después de la recolección no es necesario refrigerarlas; de lo contrario, guardar la muestra a 4°C o menos; reportar junto con los resultados el tiempo y la temperatura de almacenamiento. Bajo ningún concepto iniciar el análisis después de 24 h de haber tomado la muestra; las muestras empleadas en la evaluación de las tasas retributivas o en otros instrumentos normativos, deben ser analizadas antes de que transcurran 6 h a partir del momento de la toma.

3.3. *Muestras compuestas.* Mantener las muestras a 4°C o menos durante el proceso de composición, que se debe limitar a 24 h. Aplicar los mismos criterios que para las muestras sencillas, contando el tiempo transcurrido desde el final del período de composición. Especificar el tiempo y las condiciones de almacenamiento como parte de los resultados.

4. APARATOS

4.1. *Botellas de incubación para la DBO,* de 250 a 300 mL de capacidad. Lavarlas con detergente, enjuagarlas varias veces, y escurrirlas antes de su uso. Para evitar la entrada de aire en la botella de dilución durante la incubación, se debe utilizar un sello de agua, que se puede lograr satisfactoriamente invirtiendo las botellas en un baño de agua o adicionando agua en el reborde cóncavo de la boca de las botellas especiales para la DBO. Colocar una copa de papel o plástica o un capuchón metálico sobre la boca de la botella para reducir la evaporación del sello de agua durante la incubación.

4.2. *Incubadora de aire o baño de agua,* controlada termostáticamente a $20 \pm 1^\circ\text{C}$; excluir cualquier fuente luminosa para eliminar el proceso de producción fotosintética de OD.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01
DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN				

5. REACTIVOS

5.1. *Solución tampón de fosfato:* Disolver 8,5 g de KH_2PO_4 , 21,75 g de K_2HPO_4 , 33,4 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, y 1,7 g de NH_4Cl en aproximadamente 500 mL de agua destilada y diluir a 1 L. El pH debe ser 7,2 sin posteriores ajustes. Si se presenta alguna señal de crecimiento biológico, descartar este o cualquiera de los otros reactivos.

5.2. *Solución de sulfato de magnesio:* Disolver 22,5 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluir a 1 L.

5.3. *Solución de cloruro de calcio:* Disolver 27,5 g de CaCl_2 en agua destilada y diluir a 1L.

5.4. *Solución de cloruro férrico:* Disolver 0,25g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada, diluir a 1L

5.5. *Soluciones ácida y alcalina, 1 N,* para neutralización de muestras cáusticas o ácidas.

5.5.1. *Acido.* A un volumen apropiado de agua destilada agregar muy lentamente y mientras se agita, 28 mL de ácido sulfúrico concentrado; diluir a 1 L.

5.5.2. *Alcali.* Disolver 40 g de hidróxido de sodio en agua destilada y diluir a 1 L.

5.6. *Solución de sulfito de sodio:* Disolver 1,575 g de Na_2SO_3 en 1000 mL de agua destilada. Esta solución no es estable y se debe preparar diariamente.

5.7. *Inhibidor de nitrificación:* 2-cloro-6-(triclorometil)piridina.


5.8. *Solución de glucosa-ácido glutámico:* Secar a 103°C por 1 h glucosa y ácido glutámico grado reactivo. Disolver 150 mg de glucosa y 150 mg de ácido glutámico en agua destilada y diluir a 1 L. Preparar inmediatamente antes de su uso.

5.9. *Solución de cloruro de amonio:* Disolver 1,15 g de NH_4Cl en 500 mL de agua destilada, ajustar el pH a 7,2 con solución de NaOH , y diluir a 1 L. La solución contiene 0,3 mg de N/mL.

6. PROCEDIMIENTO

6.1. *Preparación del agua de dilución.* Colocar la cantidad de agua necesaria en una botella y agregar por cada litro, 1 mL de cada una de las siguientes soluciones: tampón fosfato, MgSO_4 , CaCl_2 , y FeCl_3 . El agua de dilución se puede inocular como se describe en 6.4; chequear y guardar como se describe en 6.2 y 6.3, de tal manera que siempre se tenga disponible.

Llevar el agua de dilución a una temperatura de 20°C antes de su uso; saturarla con OD por agitación en una botella parcialmente llena, por burbujeo de aire filtrado libre de materia orgánica, o guardarla

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 4 de 4
	DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN				

en botellas lo suficientemente grandes con tapón de algodón, para permitir su saturación. Emplear material de vidrio bien limpio para proteger la calidad del agua.

6.2. *Verificación del agua de dilución.* Aplicar este procedimiento como una forma de verificación básica de la calidad del agua de dilución.

Si el agua consume más de 0,2 mg de oxígeno/L se debe mejorar su purificación o emplear agua de otra fuente; si se usa el procedimiento de inhibición de la nitrificación, el agua de dilución inoculada, se debe guardar en un sitio oscuro a temperatura ambiente hasta que el consumo de oxígeno se reduzca lo suficiente para cumplir el criterio de verificación. Confirmar la calidad del agua de dilución almacenada que está en uso, pero no agregar cepa para mejorar su calidad.


El almacenamiento no es recomendable cuando se va a determinar la DBO sin inhibición de nitrificación, ya que los organismos nitrificantes se pueden desarrollar en este período. Revisar el agua de dilución para determinar la concentración de amonio, y si es suficiente después del almacenamiento; de lo contrario, agregar solución de cloruro de amonio para asegurar un total de 0,45 mg de amonio como nitrógeno/L.

Si el agua de dilución no ha sido almacenada para mejorar su calidad, agregar la cantidad suficiente de cepa para producir un consumo de OD de 0,05 a 0,1 mg/L en cinco días a 20°C. Llenar una botella de DBO con agua de dilución, determinar el OD inicial, incubar a 20°C por 5 días y determinar el OD final como se describe en 6.8 y 6.10. El OD consumido en este lapso no debe ser mayor de 0,2 mg/L y preferiblemente menor de 0,1 mg/L.

6.3. *Chequeo con glucosa-ácido glutámico.* Debido a que la prueba de la DBO es un bioensayo, sus resultados pueden estar muy influenciados por la presencia de sustancias tóxicas o por el uso de cepas de mala calidad. Muchas veces el agua destilada puede estar contaminada con cobre, o algunos inóculos de aguas residuales pueden ser relativamente inactivos, y si se emplean tales aguas o inóculos siempre se van a obtener bajos resultados. Controlar periódicamente la calidad del agua de dilución, la efectividad de las cepas y la técnica analítica, por mediciones de la DBO para compuestos orgánicos puros y muestras con adiciones conocidas.

En general, para determinaciones de la DBO que no requieran una cepa adaptada, usar como solución estándar de chequeo una mezcla de 150 mg de glucosa/L y 150 mg de ácido glutámico/L. La glucosa tiene una velocidad de oxidación excepcionalmente alta y variable, pero cuando es empleada con ácido glutámico se estabiliza, y es similar a la obtenida con aguas residuales municipales. Si un agua residual contiene un constituyente mayoritario identificable, que contribuye a la DBO, usar este compuesto en reemplazo de la mezcla de glucosa-ácido glutámico.

Determinar la DBO₅ a 20°C de una dilución al 2% de la solución estándar de chequeo glucosa-ácido glutámico mediante las técnicas descritas en los numerales 6.4 a 6.10. Evaluar los datos como se describe en la sección de Precisión.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01
DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN				

6.4. Inoculación.

6.4.1. *Origen de las cepas o inóculo.* Es necesario que en la muestra esté presente una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable. Las aguas residuales domésticas no cloradas, los efluentes no desinfectados de plantas de tratamiento biológico, y las aguas superficiales que reciben descargas residuales contienen poblaciones satisfactorias de microorganismos.


Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente (por ejemplo, efluentes industriales sin tratamiento, aguas desinfectadas, efluentes con elevada temperatura o con valores extremos de pH), por tanto deben inocularse por adición de una población adecuada de microorganismos. La cepa o inóculo preferible es el efluente de un sistema de tratamiento biológico, en su defecto, el sobrenadante de aguas residuales domésticas después de dejarlas decantar a temperatura ambiente por lo menos 1 h pero no más de 36 h. Cuando se emplee el efluente de un proceso de tratamiento biológico, se recomienda aplicar el procedimiento de inhibición de la nitrificación.

Algunas muestras pueden contener materiales no degradables a las tasas normales de trabajo de los microorganismos; inocular tales muestras con una población microbiana adaptada, obtenida a partir de efluentes sin desinfectar de un proceso de tratamiento biológico de aguas residuales. También se puede obtener la cepa en el cuerpo de agua receptor del vertimiento, preferiblemente de 3 a 8 Km después del punto de descarga.

Cuando no se disponga de ninguna de dichas fuentes del inóculo, desarrollar en el laboratorio una cepa adaptada, por aireamiento continuo de una muestra clarificada de agua residual doméstica y adición de pequeños incrementos diarios de aguas residuales. Para obtener la población microbiana inicial, usar una suspensión de suelo, un lodo activado, o una preparación a partir de cepa comercial. Ensayar el rendimiento de la cepa haciendo pruebas de la DBO en las muestras hasta obtener una población satisfactoria. Si los valores de la DBO aumentan con el tiempo hasta un valor constante, se consideran como un indicio de la adaptación sucesiva de la cepa o inóculo.

6.4.2. *Control de inóculos.* Determinar la DBO del material inoculante como si se tratara de una muestra. A partir de este valor y del dato del agua de dilución determinar el OD consumido. Hacer las diluciones necesarias hasta obtener una disminución de por lo menos el 50% del OD. La gráfica de la disminución de OD expresada en miligramos por litro contra los mililitros de inóculo, origina una recta cuya pendiente debe interpretarse como la disminución de OD por mililitro de inóculo.

La intercepción de la recta con el eje de los valores de reducción del OD representa la disminución del oxígeno provocada por el agua de dilución, valor que debe ser inferior a 0,1 mg/L (ver 6.8). Con el objeto de corregir el valor de OD consumido por una muestra, se debe restar a éste el consumido por el inóculo. El consumo de OD del agua de dilución más el inóculo puede estar en el intervalo de 0,6 a

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 6 de 6
DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN					

1,0 mg/L. En el numeral 6.6 se describen las técnicas para adición de material inoculante al agua de dilución, para dos métodos de dilución de muestras.

6.5. *Blanco de agua de dilución.* Con el objeto de verificar la calidad del agua de dilución sin inóculo y la limpieza de los materiales, usar una porción de la misma y llevarla junto con las muestras a través de todo el procedimiento. El OD consumido por el agua de dilución debe ser menor de 0,2 mg/L y preferiblemente no mayor de 0,1 mg/L.

6.6. *Pretratamiento de la muestra.*

6.6.1. *Muestras con alcalinidad cáustica o acidez.* Neutralizar las muestras a pH entre 6,5 y 7,5 con una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) o hidróxido de sodio (NaOH) de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más de 0,5%. La menor dilución de muestra no debe afectar el pH dado por el agua de dilución inoculada.


6.6.2. *Muestras con compuestos residuales de cloro.* Evitar las muestras que contengan cloro residual; tomarlas antes del proceso de cloración; si la muestra ha sido clorada pero no presenta cloro residual detectable, inocular el agua de dilución; si hay cloro residual, declorar la muestra e inocular el agua de dilución (ver 6.7). No ensayar las muestras que han sido decloradas, sin inocular el agua de dilución.

En algunas muestras, el cloro se elimina si se dejan 1 o 2 h a la luz, lo cual puede suceder durante el transporte y manejo de la muestra. Para muestras en las cuales el cloro residual no se disipa en un tiempo razonablemente corto, eliminar el cloro residual por adición de solución de Na_2SO_3 . El volumen de Na_2SO_3 requerido se determina en una porción de 100 a 1000 mL de la muestra, previamente neutralizada, por la adición de 10 mL de ácido acético 1 + 1 o H_2SO_4 1 + 50, 10 mL de solución de yoduro de potasio (10 g KI/100 mL), por cada 1000 mL de muestra; el volumen resultante se titula con solución de Na_2SO_3 hasta su punto final, determinado por el indicador almidón-yodo.

Se agrega a la muestra neutralizada, el volumen relativo de solución de Na_2SO_3 determinado, se mezcla bien y se deja en reposo cerca de 10 a 20 minutos. Ensayar la muestra para determinar el cloro residual. (NOTA: Un exceso de Na_2SO_3 en la muestra, consume oxígeno y reacciona con ciertas cloraminas orgánicas que pueden estar presentes en muestras tratadas).

6.6.3. *Muestras contaminadas con sustancias tóxicas.* Las muestras de aguas residuales provenientes de industrias, por ejemplo electroquímicas, contienen metales tóxicos. Estas muestras requieren de estudios especiales y deben ser tratadas antes de medirles la DBO.

6.6.4. *Muestras sobresaturadas con OD.* En muestras procedentes de aguas muy frías o de aguas en que la producción primaria es alta, los valores de OD a 20°C suelen ser mayores de 9 mg de OD/L. Para prevenir pérdidas de oxígeno durante la incubación, llevar la temperatura de la muestra a 20°C en una botella parcialmente llena, mientras se sacude fuertemente o se burbujea aire comprimido

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 7 de 7
DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN					

filtrado y limpio.

6.6.5. *Ajuste de temperatura de la muestra.* Llevar las muestras a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ antes de hacer las diluciones.

6.6.6. *Inhibición de la nitrificación.* A las muestras contenidas en botellas de 300 mL se agregan 3 mg de 2-cloro-6-(triclorometil)-piridina (TCMP) o se puede agregar directamente al agua de dilución para lograr una concentración final de aproximadamente 10 mg de TCMP/L. (NOTA: Es posible que la TCMP se disuelva lentamente y permanezca flotando en la superficie de la muestra; algunas formulaciones comerciales se disuelven más fácilmente pero no son 100% puras, por lo que se debe ajustar la dosificación).

Las muestras que requieren el procedimiento de inhibición de la nitrificación incluyen: efluentes tratados biológicamente, muestras inoculadas con efluentes tratados biológicamente, y aguas de río, pero no se limitan necesariamente a estas. En el reporte de los resultados registrar el uso del procedimiento de inhibición de la nitrificación.


6.7. *Técnica de dilución.* Los resultados más acertados se obtienen con diluciones de muestra en las que los valores de OD residual son por lo menos 1 mg/L y un consumo de OD de por lo menos 2 mg/L después de los 5 días de incubación. La experiencia con muestras de diferente origen permiten optimizar el número de diluciones requeridas; la correlación de la DQO con la DBO puede constituir una guía efectiva para la selección de las diluciones más convenientes.

Si no se dispone de esta metodología, se pueden emplear las diluciones de 0,0 a 1,0 % para efluentes líquidos industriales, 1 a 5 % para efluentes industriales no tratados y decantados, 5 a 25 % para efluentes con tratamiento secundario o biológico, y 25 a 100 % para corrientes contaminadas.

Las diluciones se efectúan en probetas y luego se transfieren a las botellas de DBO, o se preparan directamente en las botellas. Cualquiera de los dos métodos de dilución puede combinarse con cualquier técnica para medición de OD. El número de botellas a ser preparadas para cada dilución depende de la técnica de análisis del OD y del número de réplicas deseadas. Cuando sea necesaria la inoculación, agregar la cepa directamente al agua de dilución o a cada probeta o botella de DBO antes de la dilución. La inoculación en las probetas evita la disminución de la relación cepa: muestra cuando se hace un incremento en las diluciones.

6.7.1. *Diluciones preparadas en probeta.* Si se emplea el método modificado de la azida para la medición de OD, transvasar cuidadosamente el agua de dilución -inoculada si es necesario-, hasta llenar la mitad de una probeta de 1 a 2 L de capacidad por medio de sifón para evitar la entrada de aire. Agregar la cantidad deseada de muestra cuidadosamente mezclada y diluir al nivel apropiado con agua de dilución; mezclar bien con una varilla tipo émbolo y evitar la entrada de aire.

Trasvasar la dilución a dos botellas de DBO por medio de sifón. Determinar el OD inicial en una de

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 8 de 8
DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN					

estas botellas. Tapar herméticamente la segunda botella, con sello de agua, e incubar por 5 días a 20°C. Si se determina el OD por el método de electrodo de membrana, transvasar la mezcla de dilución a una botella de DBO por medio de sifón. Determinar el OD inicial en esta botella, descartar el residuo y llenar nuevamente la botella con la muestra diluida. Tapar herméticamente la botella, con sello de agua, e incubar por 5 d a 20°C.

6.7.2. *Diluciones preparadas directamente en botellas DBO.* Con una pipeta de boca ancha agregar el volumen de muestra deseado a diferentes botellas para DBO de volumen conocido. Agregar, a cada botella o al agua de dilución, las cantidades apropiadas de cepa; llenar las botellas con suficiente agua de dilución, inoculada si es necesario, de tal manera que al insertar el tapón se desplace todo el aire, sin dejar burbujas. Para diluciones mayores de 1:100 hacer una dilución preliminar en una probeta antes de hacer la dilución final.

Preparar dos botellas de cada dilución cuando se empleen los métodos yodométricos de volumetría para la medición del OD; determinar el OD inicial en una de las dos botellas, tapar herméticamente la segunda botella, con sello de agua, e incubar por 5 d a 20°C. Si se emplea el método de electrodo de membrana para la medición de OD, preparar solamente una botella de DBO por cada dilución; determinar el OD inicial en esta botella y reemplazar cualquier contenido desplazado con agua de dilución para llenar la botella. Tapar herméticamente, con sello de agua, e incubar por 5 d a 20°C. Enjuagar el electrodo de OD entre determinaciones para prevenir la contaminación cruzada de las muestras.

6.8. *Determinación del OD inicial.* Si la muestra contiene sustancias que reaccionan fácilmente con el OD, es necesario determinar el OD antes de llenar la botella de DBO con la muestra diluida. Si el consumo de OD inicial es insignificante, el período entre la preparación de la dilución y la medida del OD inicial no es crítico. Emplear el método modificado de la azida (método yodométrico) o el método de electrodo de membrana, para determinar el OD inicial en todas las muestras diluidas, testigos y, si se considera necesario, en los controles de cepa.

6.9. *Incubación.* Incubar a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ las botellas que contienen las diluciones, los controles de cepa, los blancos de agua de dilución y los patrones de glucosa-ácido glutámico. Hacer un sello de agua como se describe en 6.7.

6.10. *Determinación del OD final.* Determinar el OD en las muestras diluidas, los blancos y los patrones después de 5 días de incubación como se describe en 6.8.

7. CÁLCULOS

7.1. Cuando el agua de dilución no ha sido inoculada:

$$\text{DBO}_5, \text{ mg/L} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

7.2. Cuando el agua de dilución ha sido inoculada:



DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN

$$DBO_5, \text{ mg / L} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)f}{P}$$

donde:

- D_1 = OD de la muestra diluida inmediatamente después de la preparación, mg/L,
- D_2 = OD de la muestra diluida después de 5 d de incubación a 20°C, mg/L,
- P = fracción volumétrica decimal de la muestra empleada,
- B_1 = OD del control de cepa antes de la incubación, mg/L (sección 6.1.4),
- B_2 = OD del control de cepa después de la incubación, mg/L (sección 6.1.4), y
- f = proporción de cepa en la muestra diluida a la cepa en el control de cepa
= (% de cepa en la muestra diluida)/(% de cepa en el control de cepa).

7.3. Si el material inoculante se agrega directamente a la muestra o a las botellas de control:

$$F = (\text{volumen de cepa en la muestra diluida})/(\text{volumen de cepa en el control de cepa})$$

7.4. Si se ha inhibido la nitrificación, reportar los resultados como DBO_5 .

7.5. Los resultados obtenidos para las diferentes diluciones pueden ser promediados si se cumple con los requisitos de valores de OD residual de mínimo 1 mg/L y un consumo de OD de por lo menos 2 mg/L. Este promedio se puede hacer si no hay evidencia de toxicidad en las muestras menos diluidas o de alguna alteración detectable.

7.6. En estos cálculos no se hace corrección por el OD consumido por el blanco de agua de dilución durante la incubación. Esta corrección no es necesaria si el agua de dilución cumple el criterio de blanco estipulado en el procedimiento. Si el agua de dilución no cumple este criterio, la corrección es difícil y los resultados serán cuestionables.

8. PRECISIÓN

8.1. No existe un procedimiento aceptable para establecer la precisión y exactitud de la prueba de la DBO. El control de glucosa-ácido glutámico prescrito está proyectado como un punto de referencia para la evaluación de la calidad del agua de dilución, la efectividad de la cepa, y la técnica analítica.

8.2. Ochenta y seis analistas, pertenecientes a 58 laboratorios analizaron muestras de aguas naturales dosificadas con incrementos exactos de compuestos orgánicos, con valores promedios de DBO de 2,1 y 175 mg/L; su desviación estándar fue de $\pm 0,7$ y ± 26 mg/L, respectivamente.


8.3. Las pruebas realizadas en un laboratorio con una solución de glucosa-ácido glutámico de 300 mg/L, produjeron los siguientes resultados:

Número de meses: 14

Número de triplicados: 421

Promedio recuperado mensualmente: 204 mg/L

Desviación estándar promedio mensual: 10,4 mg/L

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0087	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 10 de 10
	DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN				

8.4. Los estudios estadísticos de precisión y exactitud de las determinaciones de la DBO, realizados en ejercicios de intercalibración que involucraron de 2 a 112 laboratorios, con diferentes analistas y cepas, en muestras sintéticas que contenían glucosa y ácido glutámico en proporción 1:1 en el intervalo de concentraciones de 3,3 a 231 mg/L, proporcionaron el promedio, X, y la desviación estándar, S, a través de las ecuaciones de regresión correspondientes:

$$X = 0,658 (\text{nivel agregado, mg/l}) + 0,280 \text{ mg/L}$$

$$S = 0,100 (\text{nivel agregado, mg/l}) + 0,547 \text{ mg/L}$$

Para el estándar primario de 300 mg/L, el promedio de DBO 5-d fue de 198 mg/L con una desviación estándar de 30,5 mg/L.

8.5. *Valores límites de control:* Debido a la gran variedad de factores que afectan las pruebas de la DBO en los estudios multi-laboratorios y la consecuente disparidad en los resultados, se recomienda como valor límite de control para laboratorios individuales una desviación estándar ($\pm 1S$), la determinada en las pruebas interlaboratorios. Para cada laboratorio, establecer los valores límites de control efectuando un mínimo de 25 análisis de glucosa-ácido glutámico (ver 6.3) en un período de algunas semanas o meses y calcular la media y la desviación estándar.

Emplear como valor límite de control para futuros chequeos de glucosa-ácido glutámico la media ± 3 desviaciones estándar; comparar los valores calculados para los ensayos de un solo laboratorio, presentados anteriormente, con los resultados interlaboratorios. Reevaluar los valores límite de control si estos se ubican fuera del intervalo de $198 \pm 30,5$ e investigar el origen del problema. Si la DBO medida para un patrón de glucosa-ácido glutámico está fuera del intervalo aceptado, rechazar las pruebas hechas con tal cepa y agua de dilución.

8.6. *Intervalo de trabajo:* es igual a la diferencia entre el máximo OD inicial (7 a 9 mg/L) y el mínimo OD residual de 1 mg/L multiplicado por el factor de dilución. Un límite de detección más bajo de 2 mg/L se establece para una disminución del OD mínima de 2 mg/L.

9. REFERENCIAS

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 19 ed., New York, 1995. pp 5-2 a 5-12.

Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.

10. BIBLIOGRAFÍA

RODIER, J. Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Omega, Barcelona, 1981.



Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales
Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

Código: PT0087

Sección: 001

Fecha: 10/02/2002

Versión: 01

Página: 11 de 11

DETERMINACIÓN DE DBO EN AGUAS POR EL MÉTODO DE INCUBACIÓN

SAWYER, C.; McCARTY, P. Chemistry for Environmental Engineering. McGraw Hill, New York, 1996

GARAY, J.; PANIZZO, L.; LESMES, L.; RAMIREZ, G.; SANCHEZ, J. Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-Químicos y Contaminantes Marinos. 3ª ed. Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas. Cartagena, 1993

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 1 de 1
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

1. SUMARIO Y APLICACIONES

1.1. El método respirométrico proporciona una medida directa del oxígeno consumido por los microorganismos a partir del aire ambiente o de un medio enriquecido con oxígeno en un recipiente cerrado bajo condiciones de temperatura y agitación constantes.


La respirometría mide el consumo de oxígeno más o menos continuamente en el tiempo. Los métodos respirométricos son útiles para evaluar: biodegradación de sustancias químicas específicas; tratabilidad de residuos orgánicos industriales; el efecto de cantidades conocidas de compuestos tóxicos en la reacción de consumo de oxígeno de una muestra de agua residual o de sustancias químicas orgánicas; la concentración medible a la cual un contaminante o un agua residual inhibe la degradación biológica; el efecto en las tasas de oxidación de varios tratamientos tales como desinfección, adición de nutrientes, y ajuste de pH; los requerimientos de oxígeno para completar la oxidación de materia oxidable biológicamente; la necesidad de usar cepas adaptadas en otras mediciones bioquímicas de consumo de oxígeno, tales como la prueba de dilución de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO); y la estabilidad de los lodos.

Los datos respirométricos típicamente se usan en una comparación directa entre el consumo de oxígeno de dos muestras de ensayo o entre una muestra y un control. Debido a que las diferencias inherentes entre los usos, entre cultivos de cepas, entre aplicaciones de resultados, y entre instrumentos, no se puede definir un procedimiento sencillo para pruebas respirométricas que aplique para todos los casos.

Sin embargo, se da una guía y recomendaciones para el ajuste de las pruebas y los procedimientos. Deben seguirse las recomendaciones del fabricante para detalles de operación de instrumentos comerciales específicos.

1.2 Tipos de respirómetros. Existen cuatro tipos principales de respirómetros comerciales. Respirómetros manométricos que relacionan el consumo de oxígeno con cambios de presión causadas por el consumo de oxígeno mientras se mantiene un volumen constante. Respirómetros volumétricos que miden el consumo de oxígeno en cambios incrementales del volumen de gas mientras se mantiene una presión constante en el tiempo de lectura. Respirómetros electrolíticos que monitorean la cantidad de oxígeno producida por electrólisis del agua para mantener una presión de oxígeno constante dentro del recipiente de reacción. Los respirómetros de entrada, entregan oxígeno a la muestra cada minuto a partir de una fuente de oxígeno puro con base en la demanda, cuando se detecta por diferencias en la presión.

La mayoría de los respirómetros se han instrumentado para permitir la captura de datos y el procesamiento por computador. El contenido del recipiente de reacción se mezcla con un dispositivo de agitación magnético o mecánico o por burbujeo de fase gaseosa a través de la fase líquida, dentro del recipiente de reacción. Todos los respirómetros remueven el dióxido de carbono

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 2 de 2
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

producido durante el crecimiento biológico, por suspensión de un adsorbente concentrado (granular o en solución) dentro de la cámara cerrada de reacción o por recirculación de la fase gaseosa a través de un removedor externo.

2. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS


2.1 La evolución de gases diferentes del CO₂ puede introducir errores en las mediciones de presión o volumen; esto no es común en presencia de oxígeno disuelto. La absorción incompleta de CO₂ producirá errores si no se emplean cantidades y concentraciones adecuadas de absorbente alcalino. Las fluctuaciones de temperatura o una mezcla inadecuada también pueden introducir errores. Las fluctuaciones en la presión barométrica pueden causar errores en algunos respirómetros. Es necesario familiarizarse con las limitaciones del instrumento.

2.2. Concentración mínima detectable: La mayoría de los respirómetros comerciales pueden detectar la demanda de oxígeno en incrementos tan pequeños como 0.1 mg pero las pruebas de precisión dependen de la cantidad total de oxígeno consumido en el tiempo de lectura, la precisión en la medida de presión o volumen, y el efecto de los cambios de temperatura y presión barométrica. Límites superiores en la rata de consumo de oxígeno se determinan según la habilidad para transferir oxígeno a la solución a partir de la fase gaseosa, lo cual se relaciona normalmente con la intensidad de mezclado.

El rango típico de transferencia va desde menos de 10 mg de O₂/L/h para mezcla de baja intensidad hasta por encima de 100 mg de O₂/L/h para mezcla de intensidad alta.

2.3 Interrelación con la dilución de DBO: Las variaciones en la composición de los residuos, la concentración del sustrato, la mezcla, y en las concentraciones de oxígeno de una fuente de agua residual a otra, generalmente impiden el uso de una relación general entre el consumo de oxígeno en los respirómetros y la DBO a 5 días y 20°C. Existe la posibilidad de correlaciones razonablemente exactas para aguas residuales específicas. El período de incubación para las mediciones respirométricas no requiere los 5 días porque pueden hacerse correlaciones igualmente válidas entre los 5 días de dilución de DBO y el consumo respirométrico de oxígeno en cualquier momento después de dos días. El punto de dilución común y la DBO respirométrica parece ocurrir en aproximadamente dos a tres días de incubación para aguas residuales municipales.

Las correlaciones son menos acertadas entre mediciones respirométricas y DBO a 5 días para residuos industriales y sustancias químicas específicas. Las mediciones respirométricas también pueden proporcionar un indicio de la DBO última. En muchos casos, es posible considerar que 28 a 30 días de consumo de oxígeno es esencialmente igual a la DBO última.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 3 de 3
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

Comúnmente los respirómetros se usan como herramienta de diagnóstico. Las lecturas continuas de salida de consumo de oxígeno en las mediciones respirométricas dan indicios de retardo, toxicidad, o cualquier anomalía en la reacción de biodegradación. El cambio en la forma normal de una curva de consumo de oxígeno en las primeras horas puede ayudar a identificar el efecto de tóxicos o residuos inusuales que entran a una planta de tratamiento a tiempo, para realizar acciones correctivas.

2.4 Interrelación con otros métodos de ensayo y protocolos: Este método apoya la mayoría de protocolos y guías establecidas por la Organización Europea para la Cooperación y el Desarrollo Económico (OECD) que requieren mediciones del consumo de oxígeno.

3. MUESTREO Y ALMACENAMIENTO

3.1 Toma de muestras: Si el análisis se inicia dentro de las dos horas siguientes a la toma de muestra, no es necesaria la refrigeración. De lo contrario, la muestra debe mantenerse a una temperatura igual o inferior de 4°C a partir del momento de recolección. El análisis se inicia dentro de las 6 horas siguientes; cuando esto no es posible, se almacena a 4°C o a una temperatura inferior y se reporta el tiempo y la temperatura de almacenamiento. Nunca debe comenzarse el análisis después de 24 horas de haberse tomado la muestra.

3.2 Muestras compuestas: Se deben conservar las muestras a una temperatura igual o inferior de 4°C durante la composición. El período límite de composición es de 24 horas. Se usan los mismos criterios de toma de muestras y almacenamiento, tomando como inicio del tiempo de manipulación, el momento final del período de composición. Se registra junto con los resultados, el tiempo y las condiciones de almacenamiento.

4. APARATOS

4.1 Sistema respirométrico: Se usan aparatos comerciales y se siguen las instrucciones del fabricante para requerimientos específicos del sistema, tipo y volumen del recipiente de reacción, y características de operación del instrumento.

4.2 Incubadora o baño de agua: Se usa un cuarto a temperatura constante, cámara de incubación, o baño de agua con un control de temperatura de +/- 1°C. Se protege completamente de la luz para evitar la formación de oxígeno proveniente de algas en la muestra. Se usan botellas rojas con cubierta actínica para el análisis por fuera de la oscuridad de la incubadora.

5. REACTIVOS

La preparación de las soluciones de reactivos se dan para volúmenes de 1 L, pero pueden prepararse volúmenes superiores o inferiores según la necesidad. Debe descartarse cualquier

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 4 de 4
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

reactivo que muestre signos de crecimiento biológico o precipitación química. Las soluciones stock pueden esterilizarse mediante autoclave para permitir una vida útil más prolongada.

5.1 Agua destilada: Debe usarse solamente agua destilada de alta calidad. Se puede usar agua desionizada pero ésta con frecuencia presenta un conteo alto de bacterias. El agua debe contener menos de 0.01 mg de metales pesados /L y debe estar libre de cloro, cloraminas, alcalinidad cáustica, material orgánico, o ácidos. Cuando se requiera agua de otra calidad para propósitos de pruebas específicas, se establece claramente su fuente y características de calidad.

5.2 Solución buffer de fosfatos 1.5 N: se disuelven 207 g de fosfato de sodio dihidrogenado , $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, en agua. Se neutraliza a pH 7.2 con KOH 6N y se diluye a 1 L.

5.3 Solución de cloruro de amonio 0.71N. se disuelven 38.2 g de cloruro de amonio, NH_4Cl , en agua. Se neutraliza a pH 7.0 con KOH, diluir a 1 L; 1 mL = 10 mg N.

5.4 Solución de cloruro de calcio 0.25 N: se disuelven 27.7 g de CaCl_2 en agua y se diluye a 1 L; 1 mL = 10 mg Ca.

5.5 Solución de sulfato de magnesio 0.41N: se disuelven 101 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua y se diluye a 1 L; 1 mL = 10 mg Mg.

5.6 Solución de cloruro férrico 0.018N: se disuelven 4.84 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua y se diluye a 1L; 1 mL = 1.0 mg Fe.


5.7 Solución de hidróxido de potasio 6N: se disuelven 336 g de KOH en aproximadamente 700 mL de agua y se diluye a 1 L. Precaución: la adición de KOH al agua debe hacerse lentamente con agitación constante para evitar sobrecalentamiento. Alternativamente se usan soluciones comerciales que contienen 30 a 50% de KOH en peso.

5.8 Soluciones de ácido 1N: se adicionan 28 mL de H_2SO_4 concentrado u 83 mL de HCl concentrado en aproximadamente 700 mL de agua y se diluye a 1 L.

5.9 Solución de álcali 1N: se adicionan 40 g de NaOH a 700 mL de agua y se diluye a 1 L.

5.10 Inhibidor de nitrificación: se utiliza 2-cloro-6-(triclorometil) piridina (TCMP) grado reactivo analítico o equivalente.

5.11 Solución de glucosa-ácido glutámico: Se somete a secado a 103°C por 1 h glucosa y ácido glutámico grado reactivo. Se Disuellen 15.0 mg de glucosa y 15.0 mg de ácido glutámico en agua destilada y se diluye a 1 L. Se neutraliza a pH 7.0 usando KOH 6N. Esta solución puede almacenarse hasta por 1 semana a 4°C .

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 5 de 5
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

5.12 Solución de electrolitos: (para respirómetros electrolíticos). Se usan las recomendaciones del fabricante.

5.13 Solución de sulfito de sodio 0.025N: Se disuelven 1,575 g de Na₂SO₃ en 1000 mL de agua destilada. Esta solución no es estable y se debe preparar diariamente

5.14 Solución de elementos traza: se disuelven 40 mg MnSO₄.4H₂O, 57 mg de H₃BO₃, 43 mg de ZnSO₄.7H₂O, 35 mg de (NH₄)₆Mo₇O₂₄, y 100 mg de quelato de hierro (FeCl₃-EDTA) y se diluyen a 1 L en agua. Se esteriliza a 120°C y 200 kPa (2 atm) de presión por 20 min.

5.15 Solución de extracto de levadura: se adicionan 15 mg de extracto de levadura de cerveza grado laboratorio o farmacéutico a 100 mL de agua. Se prepara inmediatamente antes de su uso.

5.16 Solución de nutrientes: Se adicionan 2.5 mL de solución buffer de fosfatos (5.2), 0.65 mL de solución de cloruro de amonio (5.3), 1.0 mL de solución de cloruro de calcio (5.4), 0.22 mL de solución de sulfato de magnesio (5.5), 0.1 mL de solución de cloruro férrico (5.6), 1 mL de solución de elementos traza (5.14), y 1 mL de solución de extracto de levadura (5.15) y se diluye a 1 L con agua. Esta solución de nutrientes y las soluciones 5.14 y 5.15 se usan específicamente para los métodos OECD.

NOTA: Puede hacerse una solución de nutrientes concentrada 10:1 y diluirse según la necesidad.

6. PROCEDIMIENTO


6.1 Operación del instrumento: seguir las instrucciones del fabricante para el respirómetro en cuanto a ensamble, ensayo, calibración, y operación del instrumento. NOTA: Los límites máximos y mínimos de medición establecidos por el fabricante no siempre son los mismos que los límites de salida instrumental. Se debe asegurar que las condiciones de ensayo estén dentro de los límites de medición.

6.2 Volumen de muestra: el volumen de la muestra o la concentración de químicos orgánicos que se adiciona a los recipientes de ensayo es una función de las características de consumo de oxígeno esperado y de la capacidad de transferencia de oxígeno del instrumento. Para mejorar la exactitud pueden requerirse pequeños volúmenes de bajas concentraciones, para residuos de baja potencia.

6.3 Intervalo de registro de datos: el instrumento se ajusta para dar lecturas a intervalos útiles. Se usan típicamente intervalos de 15 minutos a 6 horas.

6.4 Preparación de la muestra:

6.4.1 Homogenización: si la muestra contiene gran cantidad de sólidos sedimentables o flotantes, homogenizar con un mezclador y transferir porciones representativas de la muestra de modo que los

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 6 de 6
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

sólidos se mantengan en suspensión. Si hay preocupación por el cambio de las características de la muestra, se puede omitir este paso.

6.4.2 Ajuste de pH: neutralizar las muestras a pH 7.0 con H₂SO₄ o NaOH de una concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra más de 0.5%.

6.4.3 Declorinación: se debe evitar analizar las muestras que contienen cloro residual colectando las muestras antes del proceso de cloración. Si hay presencia de cloro residual, airear como se describe en el punto 6.4.5. o permitir exposición a la luz por 1 a 2 horas. Si el cloro residual persiste, adicionar solución de Na₂SO₃.

Determinar el volumen requerido de solución de Na₂SO₃ por adición de 10 mL 1+1 de ácido acético o 1+ 50 H₂SO₄ y 10 mL de solución de yoduro de potasio (10 g/100 mL) a una porción de la muestra. Titular con solución de Na₂SO₃ 0.025N hasta el punto final yodo-almidón. Adicionar a la muestra neutralizada un volumen proporcional de solución de Na₂SO₃, mezclar, y después de 10 a 20 minutos chequear la presencia de cloro residual. Re-sembrar la muestra (ver numeral 6.8).


6.4.4 Muestras que contienen sustancias tóxicas: ciertos residuos industriales contienen metales o compuestos orgánicos tóxicos. Generalmente estos requieren estudio y tratamiento especial.

6.4.5 Concentración de oxígeno inicial: si las muestras contienen concentraciones de oxígeno disuelto por encima o por debajo de la concentración deseada, agitar o airear con aire comprimido limpio y filtrado por 1 h inmediatamente antes del ensayo. Las concentraciones mínima y máxima de oxígeno disuelto OD variarán con los objetivos del ensayo. En algunos casos, puede adicionarse el oxígeno puro a los recipientes del respirómetro para incrementar los niveles de oxígeno por encima de los del ambiente.

6.4.6 Ajuste de temperatura: llevar tanto las muestras como el agua de dilución a la temperatura deseada del ensayo +/- 1°C antes de realizar diluciones o transferencia a los recipientes de ensayo.

6.5 Dilución de la muestra: usar agua destilada o agua de otra fuente apropiada libre de materia orgánica. En algunos casos, se puede usar para dilución agua corriente. Adicionar el volumen de muestra deseada a los recipientes de ensayo usando una pipeta volumétrica de punta ancha u otro dispositivo adecuado. Adicionar agua de dilución hasta llevar la muestra al 80% del volumen final deseado. Adicionar cantidades apropiadas de nutrientes, minerales, buffer, inhibidor de nitrificación si se desea, y se cultiva la cepa como se describe en los numerales 6.6. y 6.8. Diluir la muestra al volumen final deseado. El número de recipientes de ensayo a alistar para cada dilución depende de los objetivos del ensayo y el número de réplicas deseadas.

6.6 Nutrientes, minerales y buffer: Adicionar suficiente nitrógeno amoniacal para proporcionar una relación DQO:N:P de 100:5:1 o una relación COT:N:P de 30:5:1. Adicionar 2 mL de soluciones de cloruro de calcio, de magnesio y férrico, y trazas de minerales a cada litro de muestras diluidas a

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 7 de 7
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

menos que cantidades suficientes de estos minerales estén presentes en la muestra original. Los requerimientos de fósforo se suplen con el buffer de fosfato (normalmente es suficiente 1 mL/50 mg/L de DQO o DBO última de la muestra diluida, para mantener un pH entre 6.8 y 7.2). Debe tenerse precaución al adicionar el buffer de fosfato a las muestras que contienen sales de metales porque los fosfatos metálicos pueden precipitar y mostrar un efecto menos tóxico o benéfico que cuando no está presente el fosfato. Para ensayos compatibles con OCDE, sustituir los nutrientes, minerales, y cantidades de buffer descritas en 5.16 por las cantidades de nutrientes/minerales/buffer descritas anteriormente en este numeral.

6.7 Inhibición de la nitrificación: si se desea la inhibición de la nitrificación, adicionar 10 mg de 2-cloro-6-(triclorometil) piridina (TCMP)/L a la muestra en el recipiente de ensayo. Entre las muestras que pueden nitrificar rápidamente se encuentran los efluentes tratados biológicamente, muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente, y aguas de ríos.

6.8 Siembra: Usar suficiente cantidad de cepa de cultivo para evitar pérdidas mayores en la reacción de consumo de oxígeno, pero no tanta que el consumo de oxígeno de la cepa exceda el 10% del consumo del oxígeno de la muestra sembrada.

Determinar el consumo de oxígeno tanto para la cepa como para la muestra. Este es el control de siembra. Generalmente, el volumen de cepa en el control de cepa debe ser 10 veces el volumen usado en muestras sembradas.

6.9 Incubación: incubar las muestras a 20°C o a otra temperatura conveniente +/- 1°C. Se debe tener el cuidado de que el dispositivo de agitación no incremente la temperatura de la muestra.

7. CÁLCULOS

Para convertir las lecturas del instrumento a consumo de oxígeno, es necesario remitirse a los procedimientos del fabricante.

La corrección del consumo de oxígeno para la cepa y el agua de dilución se realiza mediante la siguiente ecuación:

$$C = [A - B (S_A / S_B)](1000/N_A)$$

Donde:

C = consumo de oxígeno de la muestra corregido, mg/L


A = consumo de oxígeno medido en la muestra sembrada, mg.

B = consumo de oxígeno medido en el control de cepa

S_A = volumen de cepa en la muestra A, mL.

S_B = volumen de cepa en la muestra B. ML

N_A = volumen de la muestra sin diluir en la muestra A, mL.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0361	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 8 de 8
	DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO				

8. CONTROL DE CALIDAD

Usar periódicamente los siguientes procedimientos para chequear la calidad del agua destilada, la calidad del instrumento, funcionamiento del instrumento y técnica analítica realizando mediciones del consumo de oxígeno a una mezcla de glucosa y ácido glutámico como solución estándar de control.

Ajustar el agua para la preparación de la muestra a la temperatura del ensayo y saturar de OD por aireación con aire filtrado limpio libre de orgánicos. Proteger la calidad del agua usando vidriería, tubería y botellas limpias.

Preparar una *solución de prueba* por adición de 10 mL de glucosa – ácido glutámico (5.11.); 6 mL de buffer de fosfato (5.2.); 2 mL de cloruro de amonio (5.3), sulfato de magnesio (5.5.), cloruro de calcio (5.4), cloruro férrico (5.6), y solución de elementos traza (5.14) a aproximadamente 800 mL de agua. Adicionar 10 mg de inhibidor de nitrificación (TCMP)/L. Adicionar suficiente cepa de una fuente apropiada como se describe en 6.8. para dar un tiempo de retardo inferior de 6 horas (generalmente es suficiente 25 mL de sobrenadante a partir del efluente primario establecido /L de la solución de prueba). Diluir a 1 L. Ajustar la temperatura a 20 +/- 1°C.

Colocar la solución de prueba y la solución del blanco de cepa en recipientes de reacción (del respirómetro) separados e incubar por 5 días a 20°C. Correr al menos tres réplicas de cada una. El consumo de oxígeno corregido de la cepa después de 5 días de incubación debe ser de 260 +/- 30 mg/L. Si el valor del chequeo está fuera de este rango, repetir el ensayo usando un cultivo fresco de cepa y buscar la causa del problema.

9. PRECISIÓN Y SESGO

9.1. Precisión: No hay un estándar disponible para chequear la precisión de las mediciones del consumo de oxígeno respirométrico. Para obtener datos de precisión de laboratorio, usar una mezcla de glucosa-ácido glutámico teniendo un valor teórico máximo conocido de consumo de oxígeno.

Ensayos con estas mezclas y compuestos orgánicos similares han mostrado, que la desviación estándar, expresada como coeficiente de variación Cv, es aproximadamente 5% para muestras que presentan consumos totales de oxígeno de 50 a 100 mg/L y 3% para muestras más concentradas.

Instrumentos individuales tienen diferentes límites de lectura que pueden afectar la precisión. La respuesta mínima o la sensibilidad de la mayoría de los respirómetros está en un rango de 0.05 a 1 mg de oxígeno. Para verificar la sensibilidad del instrumento se deben seguir las especificaciones del fabricante.



IDEAM

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales
Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

Código: PT0361

Sección: 001

Fecha: 10/02/2002

Versión: 01

Página: 9 de 9


DETERMINACIÓN DE DBO 5 DÍAS EN AGUA POR EL MÉTODO RESPIROMÉTRICO

9.2 Límites de control: para establecer los límites de control de laboratorio, hacer por lo menos 25 chequeos con glucosa – ácido glutámico en un periodo de varias semanas o meses y calcular el promedio y la desviación estándar. Si el consumo de oxígeno medido en 5 días a 20°C excede el rango de 260 +/- 30 mg/L, re-evaluar el proceso para identificar la fuente de error. Para otras muestras, usar el promedio +/- 3 desviaciones estándar como límite de control.

9.3 Límites de detección y rango de trabajo: el rango de trabajo y los límites de detección se establecen con los límites de cada instrumento comercial, para lo que deben seguirse las especificaciones del fabricante.

10. REFERENCIAS:

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 19 ed., New York, 1995. pp 5-9 a 5-12.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0088	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 1 de 1
	DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES POR SECADO A 103 – 105° C				

1. SUMARIO Y APLICACIONES

1.1. Los sólidos suspendidos totales o el residuo no filtrable de una muestra de agua natural o residual industrial o doméstica, se definen como la porción de sólidos retenidos por un filtro de fibra de vidrio que posteriormente se seca a 103-105°C hasta peso constante.

1.2. Una muestra bien mezclada se pasa a través de un filtro estándar de fibra de vidrio, previamente pesado, y el residuo retenido se seca a 103-105°C hasta peso constante. El incremento de peso del filtro representa el total de sólidos suspendidos.

1.3. Si el material suspendido tapona el filtro y prolonga la filtración, la diferencia entre los sólidos totales y los sólidos disueltos totales puede dar un estimativo de los sólidos suspendidos totales.

1.4. Este método es aplicable a aguas potables, superficiales, y salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida, en un intervalo de 4 a 20 000 mg/L.

2. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

2.1. Debido a que un residuo excesivo en el filtro puede formar una costra que impide el paso del agua, limitar el tamaño de muestra de tal manera que se obtengan como máximo 200 mg de residuo.

2.2. El taponamiento del filtro prolonga la filtración y puede producir resultados altos debido a la excesiva retención de sólidos coloidales.

2.3. Para muestras con elevado contenido de sólidos disueltos, enjuagar muy bien el filtro para asegurar la remoción del material disuelto.


3. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

3.1. Eliminar de la muestra partículas flotantes grandes o aglomerados dispersos de material no homogéneo.

3.2. Usar frascos de plástico o de vidrio resistente, en los que el material en suspensión no se adhiera a las paredes del recipiente.

3.3. Realizar el análisis tan pronto como sea posible.

3.4. Refrigerar la muestra a 4°C hasta el momento del análisis para minimizar la descomposición microbológica de los sólidos. Antes de iniciar el análisis, llevar las muestras a temperatura ambiente.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0088	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 2 de 2
DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES POR SECADO A 103 – 105° C					

3.5. Es preferible no almacenar las muestras por más de 24 h; bajo ningún concepto guardar las muestras por más de 7 días.

4. APARATOS

4.1. *Filtros circulares de fibra de vidrio*, sin aditivos orgánicos.

4.2. *Aparato de filtración*: puede ser uno de los siguientes, adecuado para el filtro seleccionado:

a) *Embudo con filtro de membrana*.

b) *Crisol Gooch*, de 25 a 40 mL de capacidad, con su respectivo adaptador.

c) *Aparato de filtración* con recipiente y disco fritado grueso (40- a 60- μ m) como soporte del filtro.

4.3. *Erlenmeyer con tubuladura lateral*, de suficiente capacidad para el tamaño de muestra seleccionado.

4.4. *Discos de aluminio o de acero inoxidable*, de 65 mm de diámetro, para pesar.

4.5. *Desecador*, con desecante e indicador coloreado de humedad o indicador instrumental.

4.6. *Estufa para secado*, para operar en el intervalo de 103 a 105°C.

4.7. *Balanza analítica*, con precisión de 0,1 mg.

4.8. *Bomba de vacío*.

4.9. *Agitador magnético* con barra agitadora de teflón.


4.10. *Pipetas de punta ancha*.

5. REACTIVOS

Agua destilada Tipo III., agua destilada y desmineralizada.

6. PROCEDIMIENTO

6.1. *Preparación del filtro de fibra de vidrio*: Insertar el filtro circular en el aparato de filtración con el lado rugoso hacia arriba, aplicar vacío y lavar el filtro con tres porciones sucesivas de 20 mL de agua destilada; continuar la succión hasta remover todas las trazas de agua, y descartar el filtrado. Remover el filtro y transferirlo a un disco para pesaje, con el cuidado necesario para prevenir que el filtro seco se adhiera al disco; el material que se adhiera al disco debe agregarse al filtro para evitar errores.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0088	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 3 de 3
DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES POR SECADO A 103 – 105° C					

También se puede pesar el filtro seco junto con el disco tanto antes como después de la filtración; si se emplea un crisol Gooch, remover y pesar este junto con el filtro. Secar en una estufa a 103-105°C por 1 h (si se van a determinar sólidos volátiles, secar a 550°C por 15 min. en un horno).

Dejar enfriar en un desecador y pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriado, desecado y pesado hasta obtener peso constante, o hasta que la pérdida de peso sea menor del 4% o de 0,5 mg de la pesada anterior, lo que sea menor. Guardar el filtro en un desecador hasta que se vaya a emplear.

6.2. *Selección del filtro y tamaño de muestras:* Tomar una alícuota de muestra que produzca entre 10 y 200 mg de residuo seco. Si se emplean más de 10 minutos para completar la filtración, aumentar el tamaño del filtro o disminuir el volumen de muestra; para muestras no homogéneas tales como agua residuales, usar un filtro grande que permita filtrar una muestra representativa.

6.3. *Análisis de muestras.* Ensamblar el filtro al aparato de filtración e iniciar la succión; humedecer el filtro con una pequeña cantidad de agua destilada para fijarlo. Mientras se agita la muestra con un agitador magnético, tomar una alícuota con pipeta y transferirla al filtro. Lavar el residuo con tres porciones sucesivas de 10 mL de agua destilada, y se deja secar completamente entre lavados; continuar la succión por tres minutos después de completar la filtración. Las muestras con alto contenido de sólidos disueltos pueden requerir lavados adicionales.

Remover cuidadosamente el filtro del aparato de filtración y transferirlo al disco de pesaje; si se usa un crisol Gooch, removerlo de su adaptador. Secar en una estufa a 103-105°C, mínimo durante 1 h; dejar enfriar en un desecador hasta temperatura ambiente y pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriado, desecado y pesado hasta obtener peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor del 4% o de 0,5 mg del peso anterior, lo que sea menor. Las determinaciones por duplicado deben coincidir hasta en un 5% de su promedio.


7. CÁLCULOS

$$\text{mg de sólidos suspendidos totales/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{volumen de muestra, mL}}$$

donde: A = peso del filtro + residuo seco, mg,
B = peso del filtro, mg

8. PRECISIÓN

8.1. En un estudio hecho por dos analistas con cuatro series de 10 determinaciones cada una, la desviación estándar fue de 5,2 mg/L (coef. variación 33%) para un nivel de concentración de 15 mg/L; 24 mg/L (10%) para 242 mg/L, y 13 mg/L (0,76%) para 1707 mg/L.

 IDEAM	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: PT0088	Sección: 001	Fecha: 10/02/2002	Versión: 01	Página: 4 de 4
DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES POR SECADO A 103 – 105° C					

8.2. En un laboratorio individual se realizaron análisis por duplicado de 50 muestras de aguas naturales y aguas residuales con una desviación estándar de $\pm 2,8$ mg/L.

9. REFERENCIAS

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation*. 19ed., New York, 1995. Pp 2-53 a 2-58

Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.

10. BIBLIOGRAFÍA

RODIER, J. Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Omega, Barcelona, 1981.

SAWYER, C.; McCARTY, P. Chemistry for Environmental Engineering. McGraw Hill, New York, 1996

GARAY, J.; PANIZZO, L.; LESMES, L.; RAMIREZ, G.; SANCHEZ, J. Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-Químicos y Contaminantes Marinos. 3ª ed. Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas. Cartagena, 1993.