

Anexo A: Varias consideraciones para el diseño del Protocolo de campo.

Este anexo trata el tema de diseño del protocolo de actuación en campo. Se exponen distintas consideraciones a tener en cuenta para diseñar un protocolo según distintos autores, todos ellos enumerados en la bibliografía de este anexo.

Muestreo de agua

Las muestras de agua deben recogerse lejos de las orillas, en la corriente principal o lo más cerca posible. Si no se puede recoger de la corriente principal, se puede tomar de una curva externa del río. No se recogerá de la parte superficial, ni de aguas embalsadas o detenidas. Al introducirse en el agua y desplazarse hasta el centro de la corriente, se debe hacer despacio y cuidadosamente. Si se ha levantado sedimento, se espera un momento que se asiente [17], [5], [28].

El equipo para muestrear agua superficial se clasifica en cinco categorías básicas, [5]:

- Botellas para aguas superficiales,
- Sistemas de bombeo para aguas superficiales y de profundidad media (10 m),
- Muestreadores de profundidad (de 50 m a más de 100 m, dependiendo del diseño),
- Muestreadores automáticos,
- Muestreadores integrados.

En el caso de botellas para aguas superficiales, la inmersión de la botella manualmente se debe hacer justo debajo de la superficie del agua (entre unos 0,25 y 0,5 m de profundidad), llevando guantes de plástico y evitando cualquier contribución de la capa más superficial. La botella debe sostenerse por la base y colocarse río abajo del punto donde se quiere recoger la muestra. Esto puede hacerse desde la ribera, o poniéndose en el agua superficial, o desde un barco. Sea como sea, es importante ponerse y tomar las muestras de frente a la corriente, [3]. Este procedimiento minimiza la contaminación del barco o de uno mismo. Para mantener una adecuada distancia entre el punto de muestreo y nuestra ubicación, pueden utilizarse como sujeción de la botella unas mordazas acrílicas al final de un palo de 1-2 m de policarbonato. La botella debe llenarse, enjuagarse y eliminar su contenido antes de tomar la muestra que se va a analizar [5].

El método de llenado de las botellas descrito anteriormente se utiliza cuando la botella no contiene previamente agentes de preservación, por lo que se pueden sumergir las botellas en el agua hasta llenarlas. Cuando las botellas contienen agentes de preservación antes de introducir la muestra, ésta se puede recolectar usando una bomba peristáltica de mano equipada con un tubo nuevo y limpio de silicona. Primero debería colocarse el extremo de entrada del tubo en el agua, apuntando corriente abajo, bombeando agua a través del tubo y descargándola antes de recolectar las muestras (enjuague del tubo) [28].



En cada punto se debe usar un par de guantes de látex nuevos y, si es necesario, ropa altamente impermeable para vadeo. Los guantes de muestreo se deben enjuagar en el agua ambientándolos durante 10 segundos [28].

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 ente el contenido y la tapa. [17].

Muestreo de sedimentos

El protocolo de muestreo de los sedimentos varía según el muestreador escogido para el estudio. Los objetivos del estudio deben guiarnos en esa elección. A continuación, algunas consideraciones a tener en cuenta:

- Cuando el estudio se centra en los sedimentos más finos, se debe tener cuidado durante la salida del muestreador a la superficie en no perder los finos 0, porque son esas partículas las más ricas en trazas de contaminantes [20].
- Muestrear la capa superficial provee información de la distribución horizontal de los parámetros o propiedades de interés por los materiales depositados más recientemente. La información obtenida a partir de los análisis de sedimentos superficiales puede utilizarse, por ejemplo, para mapear la distribución de un contaminante químico en sedimentos a través de un área específica de agua. En cambio, una columna de sedimentos, incluidos la capa superficial de sedimentos y los sedimentos de debajo esta capa, se recoge para el estudio de los cambios históricos en parámetros de interés y para caracterizar la calidad del sedimento en la profundidad [34].
- Cuando las formas químicas de los contaminantes y sus asociaciones con las fases del sedimento son interés de estudio, es necesario asegurar que el estado redox del sedimento no se altera, porque la oxidación (o reducción) provocará cambios irreversibles. Los sedimentos se oxigenan en contacto con el aire, por lo que las muestras deben ser tapadas inmediatamente y almacenadas. La oxidación se puede minimizar si las muestras se congelan a -20 °C [5].

El recipiente

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.



Material del recipiente

El recipiente de la muestra puede afectar a la composición de ésta, absorbiendo algunos de sus constituyentes [6]; por ejemplo los recipientes de cristal tienden a absorber fosfatos.

Una gran variedad de materiales han sido usados y se ha estudiado su tendencia a contaminar las muestras [16], [15], [23].

En general, los sedimentos y el agua con múltiples o desconocidos tipos de compuestos químicos deberían conservarse en contenedores hechos de HDPE o PTFE o teflón, ya que estos materiales son menos probables a provocar interferencias y son mucho menos frágiles que el cristal [34].

Cristal de borosilicato, HDPE, policarbonatos y plásticos fluoro carbonados deberían usarse siempre que fuese posible para minimizar la filtración, disolución, y sorción [4]. Se debería evitar el contacto directo entre muestras de sedimentos y las siguientes sustancias: PVC, caucho natural o neopreno, nylon, polvos de talco, poliestireno, metal galvanizado, latón, cobre, plomo, otros materiales metálicos, tejidos de papel, y superficies pintadas, [34].

Los metales pueden estar presentes en concentraciones traza en ambas superficies de cristales y plásticos, mientras que los compuestos orgánicos se encuentran con más frecuencia en contenedores de plástico. Para metales, los contenedores preferidos son de polímeros fluoro carbonados, PTFE (Teflón) o FEP, así como también HDPE. El cristal no es el más favorable porque puede contener altas concentraciones de metales traza y existe el potencial de adsorción. Las botellas hechas de FEP son normalmente sólo utilizadas para el análisis de mercurio porque son muy costosas. Se recomiendan botellas de alta calidad, como por ejemplo, Nalgene, porque tienen buenos cierres que previenen la fuga de la muestra. Para muestras donde se debe analizar Selenio, las botellas hechas de policarbonato y algunos tipos de polietileno no son apropiadas. Para nutrientes, las botellas de polietileno (de baja o alta densidad) son las más favorables [5].

Las tapas de los contenedores suelen contener encajes de cartón, corcho o goma, que deberían evitarse porque pueden provocar contaminación [5].

A continuación, en la Tabla A. 1, recomendaciones sobre el material de los contenedores según la USEPA, 20001:



Contaminant	Container	Holding Time	Storage Condition
Ammonia	P,G	28 days	R; F
Sulfate	P,G	28 days	R; F
Sulfide	P,G	28 days	R or NaOH; pH>9
Oil and Grease	G	28 days	HCl, pH<2
Mercury	P,G	6 weeks	H ₂ SO ₄ , pH<2; R
Metals (except Cr or Hg)	P,G	6 months	HNO ₃ , pH<2; F
Extractable organics (including phthalates, arosamines, organochlorine pesticides, PCBs aromatics, isophorone, PAHs, haloethers, chlorinated hydrocarbons, and TCDD)	G, PTFE-lined cap	7 days (until extraction) 30 days (after extraction)	R; F
Purgables (halocarbons and aromatics)	G, PTFE-lined septum	14 days	R; F
Pesticides	G, PTFE-lined cap	7 days (until extraction) 30 days (after extraction)	R; F
Sediment Toxicity (acute and chronic)	P, PTFE	2 weeks*	R, dark
Bioaccumulation testing	P, PTFE	2 weeks*	R, dark

*Holding time might be longer depending on the magnitude and type of contaminants present.

P=plastic; G=glass, PTFE=polytetrafluoroethylene; R=refrigerate; F=freeze.

Tabla A. 1. Recomendaciones sobre contenedores, tiempos de duración de las muestras y condiciones de preservación para los análisis de sedimentos más comunes. *Fuente:* [34].

Preparación del recipiente

Disponer de equipo no contaminado es esencial, y debería limpiarse con ácidos para el muestreo de metales, o con detergentes y disolventes para el muestreo de compuestos orgánicos [5].

El rigor de los procedimientos de descontaminación de los recipientes varía según los distintos laboratorios y según los distintos autores. Incluso algunos han defendido el uso directo de ciertos tipos de botellas sin ningún método de limpieza [23]. Aunque normalmente estas prácticas generalizadas no se aconsejan porque la calidad de las botellas suele variar entre lotes. Alhers et al. (1990), [1], describe el tipo de rigor requerido para la preparación de los contenedores y para el método de muestreo [5].



Según distintos autores, el procedimiento de limpieza estrictamente necesario implica dejar en remojo las botellas en 10% de ácido nítrico durante al menos 24 horas y después enjuagarlas con cantidades copiosas de agua desionizada, [5].

Si los contenedores son nuevos, Environment Canada (1994) recomienda que la cristalería y el plástico deban ponerse en remojo en ácido de concentración 1:1 antes de su uso. Poner en remojo la noche anterior es adecuado para la cristalería. Para plásticos, el procedimiento aconsejado implica el remojo durante siete días en HCl, seguido de siete días en ácido nítrico, seguido de siete días en agua desionizada. Tiempos de remojo más cortos pueden ser satisfactorios en la mayoría de ejemplos [4]. Los contenedores usados deberían lavarse siguiendo los siguientes pasos: (1) lavado con detergente sin fosfatos, (2) triple enjuague de agua, (3) lavado con agua-disolvente orgánico miscible, (4) enjuague de agua, (5) lavado con ácido (como HCl concentrado al 5%) y (6) enjuague triple con agua desionizada-destilada. Normalmente puede utilizarse una solución de dicromato-ácido sulfúrico en lugar de disolvente orgánico o de ácido (pasos de 3 a 5), pero podría atacar a algún adhesivo de silicona presente en el contenedor [34].

Si la muestra se debe refrigerar, el contenedor se debe llenar hasta el borde para reducir la exposición de oxígeno. Esto es particularmente crítico para compuestos volátiles (por ejemplo, AVS). Si la muestra se debe congelar, el contenedor debe llenarse hasta un 90% de su volumen aprox. para permitir la expansión de la muestra durante su congelación. Para estudios en los que mantener los sedimentos recogidos bajo condiciones anóxicas es crítico (por ejemplo, cuando los metales son los contaminantes de interés), el contenedor debería purgarse con un gas inerte (por ejemplo, nitrógeno) antes de llenar y después otra vez antes de taponarlo fuertemente [34].

En los laboratorios de la [5], el lavado con ácido se lleva a cabo en habitaciones especiales libres de polvo, y los baños de ácido se almacenan en un área ventilada.

Para análisis de zinc en agua, Alhers et al. (1990) defendió que las botellas Nalgene fuesen puestas en remojo en ácido nítrico del 50% caliente durante 2 días, después enjuagadas con agua de alta pureza y, a continuación, en 1% de ácido nítrico durante dos semanas. El valor de esta precaución extrema se demostró claramente en la fiabilidad de los resultados analíticos, [5].



Análito 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.)

Tabla A. 2. Especificaciones para el lavado de los recipientes. *Fuente:* [17].

Descontaminación del equipo

Para la mayoría de aplicaciones, el enjuague del equipo con agua de campo entre puntos es normalmente suficiente [22]. Sin embargo, si se muestrean muchos puntos, incluyendo algunas que pueden estar altamente contaminadas, el enjuague con agua de campo puede no ser suficiente para minimizar la contaminación de las muestras entre puntos. En estos casos, podría ser necesario descontaminar todo el material de muestreo entre puntos. Esto incluiría todo utensilio que esté en contacto con el sedimento [34].

Un método recomendado por ASTM (2000a) para muestras de campo de composición desconocida incluye: (1) lavado con agua y jabón, (2) enjuague con agua destilada, (3) enjuague con etanol o acetona, y (4) enjuague con agua de campo. En general, disolventes no deberían



usarse debido a los riesgos de salud y seguridad asociados. Los restos de disolventes deberían recogerse en contenedores etiquetados. Si el sedimento puede recogerse del interior del muestreador y sacarlo fuera de las fuentes de contaminación del muestreador, sería adecuado enjuagar con agua de campo entre puntos [34].

Si los metales u otros compuestos inorgánicos son objeto de estudio, el equipo de muestro debería enjuagarse con ácido nítrico al 10% [31], [4]. Si los compuestos orgánicos son objeto de estudio, el equipo de muestreo puede descontaminarse usando acetona seguido del enjuague de agua de campo.

Conservación y almacenaje de las muestras

Tras la recolección de las muestras, es importante mantener su integridad y asegurarse de que no sufre cambios durante su trayecto al laboratorio. La preservación de las muestras varía en función de los parámetros a medir. La preservación completa e inequívoca es prácticamente imposible. En el mejor de los casos, las técnicas de preservación sólo retardan los cambios químicos y biológicos, que inevitablemente tienen lugar después de la recogida de muestras [5]. 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.

Normalmente, para prevenir cambios químicos y biológicos, las muestras de agua se enfrían a 4°C, o se congelan, o se filtran, o se les añade un aditivo químico. Congelar (a -10°C) reduce, pero no elimina, la actividad biológica en las muestras. Toda la actividad biológica se elimina de manera efectiva a -40°C. Agentes químicos como cloroformo y acetato de mercurio (II) se usan también para prevenir la actividad biológica. Normalmente se añade ácido para prevenir la adsorción de metales de las muestras de agua a los contenedores y la precipitación de sales insolubles [5].

Los conservantes químicos deberían evitarse, si es posible, porque pueden contaminar muestras o interferir en análisis químicos o biológicos. Por ejemplo, el mercurio puede interferir en la determinación colorimétrica de fosfato. Si se usan conservantes, éstos deben tenerse en cuenta también en el análisis de blancos [5].

Para las muestras que deben conservarse vía congelación (por ejemplo, aquellas cuyos parámetros de interés son determinados metales o compuestos orgánicos), se puede usar hielo seco y así congelar las muestras temporalmente durante su transporte [29], [31], [34]. Es importante conocer las capacidades de enfriamiento y la eficiencia del equipo para asegurar que la regulación de la temperatura es adecuada. Se debe tener cuidado en prevenir la congelación de las muestras



refrigeradas y la descongelación de las muestras congeladas. La congelación provoca cambios en el volumen del sedimento dependiendo del contenido de agua, y cambia permanentemente la estructura del sedimento y potencialmente altera la biodisponibilidad de los contaminantes asociados al sedimento [34].

Los muestreadores core deberían transportarse como tubos intactos. Antes del transporte de la muestra, el espacio que sobre dentro del recipiente debería llenarse con agua de campo, y ambos extremos del tubo deberían ser completamente cerrados para prevenir la mezcla del sedimento en su interior. Los core deberían mantenerse en una posición vertical particularmente si las muestras no son material altamente consolidado, y asegurado o bien en transporte en contenedores (por ejemplo, un refrigerador o una caja aislada) con hielo o paquetes de hielo, o bien en una unidad refrigerada que pueda mantener una temperatura de 4°C [12].

Impregnando los sedimentos no consolidados de los core con resina epoxídica o de poliéster, se conservará la estructura y la textura del sedimento [13], [9], pero no las características químicas. Por lo tanto, este procedimiento no se recomienda para el transporte y almacenamiento de los sedimentos a caracterizar químicamente o testar biológicamente [12].

Change	Preservation techniques
Physical	
Adsorption/absorption	Inorganic: reduce pH on storage
Volatilisation	No head space
Diffusion	Choose correct container type and cap liners
Chemical	
Photochemical action	Use dark containers
Precipitation	Lower pH, avoid use of chemicals which cause precipitation (e.g. sulfates)
Speciation	Refrigerate at 4°C. Add fixing agent
Biological	
Microbiological action	Reduce pH, filter, add bactericide, e.g. for sulfide add zinc acetate; if chlorine present add thiosulfate, leave small airspace to preserve viability, avoid light, refrigerate (4°C)
Cell degradation	Freeze, add fixing agent, e.g. formaldehyde, ethanol

Tabla A. 3. Estrategias de preservación y almacenamiento para muestras físicas, químicas y biológicas.
Fuente: [5].

El tiempo de conservación de las muestras debe determinarse antes de la recogida de las muestras y los protocolos deben estar diseñados para asegurar que las muestras se analicen antes de que ocurra algún cambio significativo. Los límites de tiempo para el mantenimiento efectivo dependen del tipo de sedimento y de las características de los contaminantes [4]. Debido a que estas cualidades no siempre se conocen, una recomendación general es almacenar los sedimentos y el agua intersticial a 4°C en la oscuridad [26].



Las muestras recogidas para tests de toxicidad deberían usarse cuanto antes posible. El tiempo máximo de mantenimiento recomendado va de 10 días [21] a dos semanas [4], [33], a ocho semanas [30], [32]. Los tiempos de mantenimiento preferidos reportados para tests de toxicidad han variado substancialmente [11], [7], [8], [19], [25], [27], [10], y las diferencias parecen depender principalmente de los tipos o clases de contaminantes presentes.

Un almacenamiento prolongado de sedimentos que contengan altas concentraciones de contaminantes (por ejemplo, amonio, orgánicos volátiles) podría conducir a la pérdida de estos contaminantes y la correspondiente reducción en toxicidad. Bajo estas circunstancias, el sedimento debería ser testado tan pronto como posible después de la recogida, pero no más tarde de dos semanas [25]. Los sedimentos expuestos a baja o moderada toxicidad podrían presentar una alta variabilidad en toxicidad cuando fuesen testados siguiendo almacenamientos de corta duración (por ejemplo, dos semanas). Los tests podrían ser, de hecho, más fiables siguiendo largos tiempos de almacenamiento para este tipo de muestras, si la demora de tiempo resulta reducir la interferencia potencial asociada a depredadores autóctonos [10]. Los sedimentos contaminados con compuestos relativamente estables (por ejemplo, compuestos de alto peso molecular como PCBs) o esos expuestos a moderadas o altas toxicidades, no parecen variar apreciablemente en toxicidad con el aumento del tiempo de almacenamiento [19], [10]. Un tiempo más largo sería aceptable en esos casos. Si se da desconocimiento completo de los cambios que puedan ocurrir, se recomienda que los sedimentos no se almacenen durante más de dos semanas para tests de toxicidad, a menos que información específica de la zona indique otra cosa [34].

Los sedimentos de core recogidos para estudios estratigráficos o geológicos pueden mantenerse a 4°C en una habitación de humedad controlada durante varios meses sin ningún cambio substancial en las propiedades del sedimento [20], [34].

Una opción práctica para evitar errores en la preservación y posibles derrames por reacciones químicas inesperadas, es incluir en los recipientes que serán utilizados para la toma de las muestras, el preservante según las necesidades de cada uno de los análisis [17].

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 [17].

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 [17].

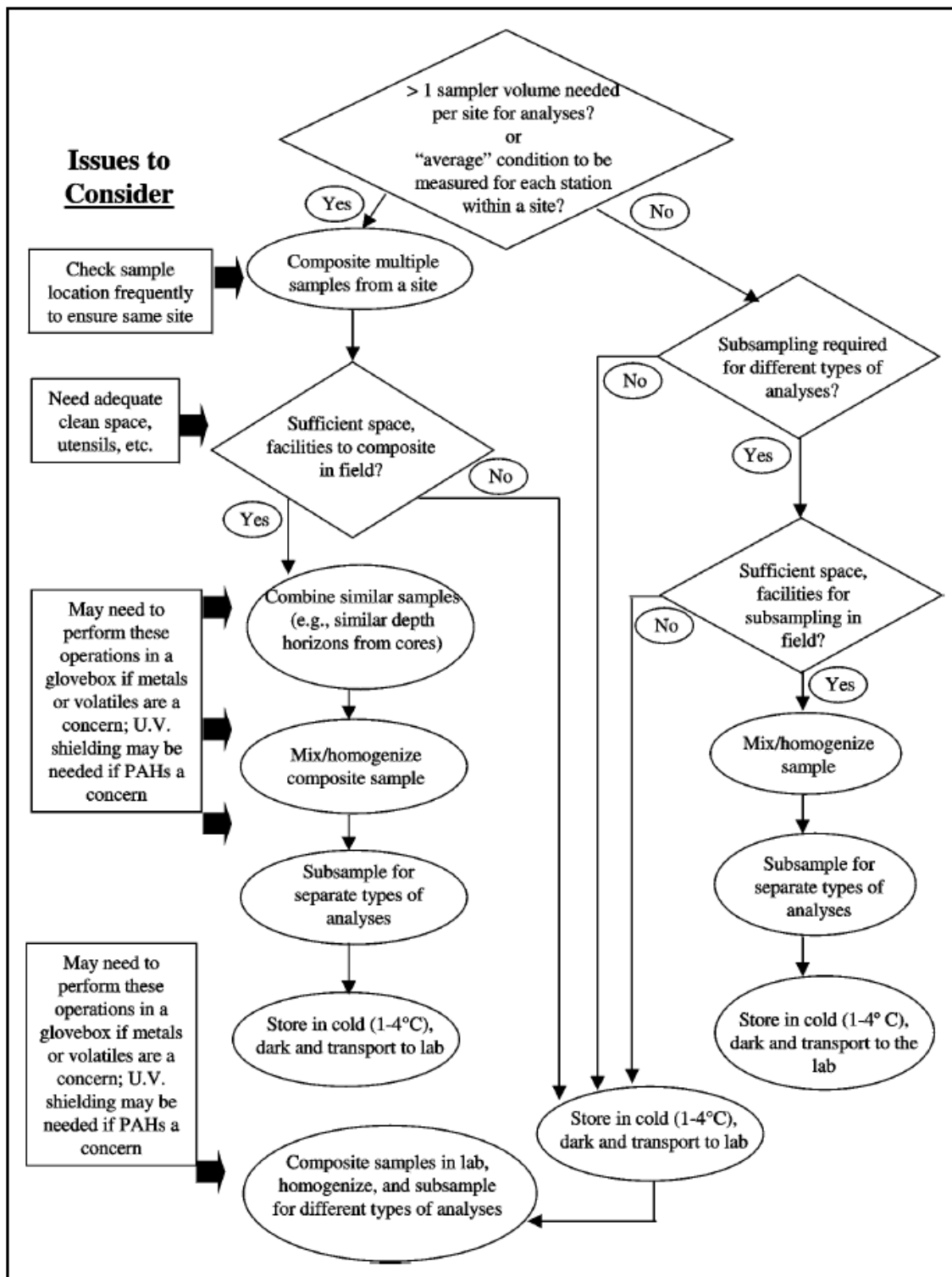


Figura A. 1. Esquema de los procedimientos sugeridos por la EPA de procesamiento de sedimentos. Fuente: [34].



Preservantes	Acción	Aplicable a
Ácido (HNO_3)	Solución de metales, previene precipitación.	Metales.
Ácido (H_2SO_4)	Inhibidor bacteriano.	Muestras orgánicas (COT, DQO, Grasas y Aceites, N-NH ₃ , N-NO ₃ , N-orgánico).
Alcali (NaOH)	Formación de sales con compuesto volátiles.	Cianuro.
Refrigeración	Inhibidor bacteriano.	Acidez, alcalinidad, color, olor, DBO.
Congelamiento a -20 °C	Inhibidor bacteriano y de reacciones.	Microorganismos, DBO, conductividad.

Tabla A. 4. Agentes preservantes usados en muestreo de aguas. Fuente: [24].

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_3PO_4 o H_2SO_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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{L}$	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_2SO_4 hasta pH<2; refrigerar	7 d	28 d
Fenoles	P, V	500	s, c	Refrigerar; agregar H_2SO_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_2SO_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 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 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_2SO_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_2SO_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_2SO_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.

Tabla A. 5. Requerimientos para envase, preservación y almacenamiento de muestras. *Fuente:* [17].

Parámetro (laboratorio)	Volumen requerido (mL)	Técnica y volumen de preservación	Tiempo de conservación máximo antes del análisis
Metales totales y cationes (CAS)	250	HNO ₃ con pH<2 (0.75 mL 8N); refrigeración opcional	180 días
Metales y cationes disueltos (CAS)	250	HNO ₃ con pH<2 (0.75 mL 8N); refrigeración opcional	180 días
Aniones (cloruro, fluoruro, sulfato) (CAS)	250	4°C	28 días
Alcalinidad (CAS)	Misma botella que aniones	4°C	14 días
DOC carbono orgánico disuelto (CAS)	125	H ₂ SO ₄ con pH <2 (1.0 mL 9N); almacenar a 4°C en la oscuridad	28 días
Nitrato+nitrito, amoníaco (CAS)	125	H ₂ SO ₄ con pH <2 (1.0 mL 9N); almacenar a 4°C	28 días
Cianuro disociable en ácido débil WAD (CAS)	250	NaOH con pH>12 (1.0 mL 10N); almacenar a 4°C	14 días
TSS, TDS (SGS)	1.000	4°C	7 días
Bacterias coliformes (SGS)	250	4°C	48 horas

CAS = Columbia Analytical Services; SGS = SGS Laboratorios.

Tabla A. 6 . Ejemplo de botellas para muestreo y técnicas de preservación. *Fuente:* [28].



Identificación y etiquetado de muestras

Estos datos, dependiendo del propósito del monitoreo, pueden guardarse desde que se toma la muestra, hasta que los datos analíticos se conocen. Toda esta información es necesaria para comprobar si se ha mantenido la integridad de la muestra.

El procedimiento de la cadena de custodia se usa si el proyecto se lleva a cabo para razones legales. Esta forma es crítica para la validez y el buen estado del proyecto y asegura que la muestra no ha sido alterada. También asegura que sólo el personal autorizado ha manejado las muestras, y que se han usado las técnicas de manejo adecuadas.

Cada muestra debe etiquetarse claramente con marcadores a prueba de agua, en los laterales del recipiente y no en las tapas. Se debería codificar la información que no necesite saber el laboratorio a la hora de hacer los análisis. Los datos de campo a anotar de cada muestra son, [28]:

- código de identificación de la muestra
- localización del punto de muestreo
- descripciones del acceso al punto
- fecha y hora de la muestra
- tipo de muestra
- cantidad de la muestra
- agente preservante empleado, si corresponde
- tipo de muestreador utilizado
- prelavado del muestreador
- tipo de recipiente
- prelavado del recipiente
- análisis necesario
- responsables del muestreo
- descripciones de olor, color, materia flotante, vegetación
- condiciones meteorológicas, por ejemplo, cambios en la velocidad del viento y en la cobertura de las nubes pueden afectar a la T y a OD
- parámetros de campo medidos (T, pH, OD, conductividad, caudal,...)
- video o fotos
- otras observaciones



Medición de Parámetros en Campo

Para la revisión y calibración de los equipos de muestreo en campo, se debe tener a mano el manual de operación y calibración para cada uno de ellos, el cual deberá ser revisado antes del desplazamiento a campo, con el fin de identificar las necesidades de reactivos y estándares de calibración [17].

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. [17].

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 [17].

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 [17].

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 [17].

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 [17].

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. En el caso de que el OD se mida dentro de un balde, se deberá mantener en movimiento el sensor durante 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.

Según Stratus Consulting, las medidas de conductividad se deben ajustar para compensar por la temperatura del agua según las instrucciones del fabricante. Los medidores de pH se deben calibrar al comenzar cada jornada y revisar en cada punto nuevo de muestreo. Además, el medidor se debe ajustar a la temperatura del agua según las instrucciones del manual del medidor. Para tomar las lecturas, se coloca la sonda de pH dentro del caudal, asegurando que el extremo de la misma esté sumergido. El medidor de oxígeno disuelto se calibra en cada sitio para ajustarse a la temperatura y altitud según las especificaciones del fabricante [28].

Se aconseja medir primero la conductividad y después el pH, para evitar la posible contaminación de cloruro de potasio del electrodo del pH.

Para medir la temperatura con termómetros (de alcohol o de mercurio), se deben seguir estos pasos:

1. Se mide la temperatura del ambiente.
2. Se coloca en la corriente principal.
3. Se sumerge el termómetro unos 10 cm. en el agua.
4. Se espera un minuto para que se estabilice.
5. Se lee el termómetro mientras está en el agua.
6. Se toma otra vez más y se saca el promedio.

Para medir el pH del suelo, se deberán mezclar 1 parte de sedimento con 2,5 partes de agua destilada y agitar durante al menos 30 minutos antes de la medición. [14].



Medición de caudal

Se deben tomar las mediciones del caudal inmediatamente corriente abajo de donde se recolecten las muestras, [28].

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 [17]:

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

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 [17].

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 A. 7, se presentan algunas de las de las ecuaciones y características de los vertederos comúnmente utilizados.



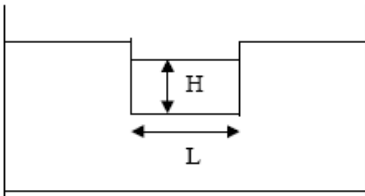
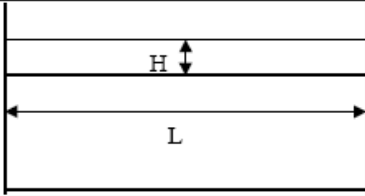
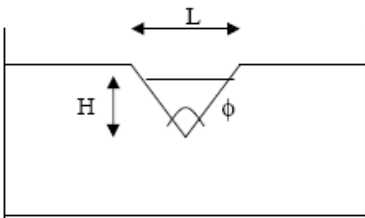
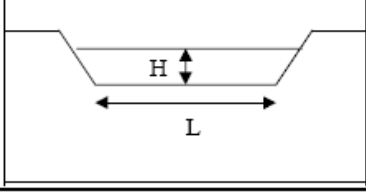
TIPO DE VERTEDERO	DIAGRAMA	ECUACIÓN
Rectangular con contracción		$Q = 1,83 * L * H^{1,5}$ Q = caudal en m ³ /seg L = Longitud de cresta en m H = Cabeza en m
Rectangular sin contracción		$Q = 3,3 * L * H^{1,5}$ Q = Caudal en m ³ /seg L = Longitud de cresta en m H = Cabeza en m
Triangular		$\phi = 90^\circ$ $Q = 1,4 * H^{5/2}$ 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

Tabla A. 7 . Ecuaciones según el tipo de vertedero. Fuente: [17].

En caso de encontrar instalado en el efluente un vertedero con una geometría diferente a las consignadas en la Tabla A. 7, 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.

Aforo con Flotadores

Se debe escoger un tramo recto del río o canal y de sección homogénea, 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 [17].

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 = Área 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

Para determinar el área de la sección transversal A (m²), se deben medir varias profundidades y el ancho del río en el tramo escogido.

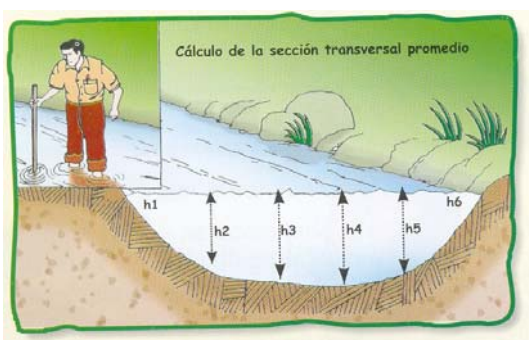


Figura A. 2. Cálculo de la sección transversal promedio del río. Fuente: [18].

Canaleta Parshall

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 [17].

Método de la solución de sal

Se basa en el cambio de la conductividad del agua, se produce cuando se le agrega una solución salina. El equipo y materiales necesarios son, [18]:

- Sal
- Balanza de precisión en gramos
- Conductímetro
- Cronómetro
- Termómetro
- Calculadora
- Papel milimetrado
- Machete
- Pico
- Pala

El procedimiento a seguir es:

- 1.- Estimar el caudal de la fuente a medir.
- 2.- Pesarse una cantidad de sal en gramos (1g/L).
- 3.- Medir la temperatura del agua y registrarla en el conductímetro.
- 4.- Seleccionar un tramo del río uniforme (de longitud mayor a 20m).
- 5.- Disolver la sal en un balde de agua (recomendable 10L).
- 6.- Ubicar lugares de colocación de la solución salina y donde se tomarán las medidas.
- 7.- Introducir el conductímetro y registrar la conductividad base del agua.
- 8.- Verter la solución salina en el punto de inicio y en el otro extremo registrar la conductividad cada 5 s.
- 9.- Procesar los datos obtenidos en el papel milimetrado.
- 10.- Graficar la conductividad vs. tiempo.
- 11.- Calcular el área bajo la curva .
- 12.- Determinar el factor de conversión por temperatura.
- 13.- Aplicar la fórmula $Q = k \cdot M / A$

Donde: k = el factor de corrección por temperatura
 M = masa de la sal en miligramos
 A = área bajo la curva

En la Tabla A. 8 se presentan algunas condiciones y restricciones para la utilización de los 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 	<p>Descargas libres</p>
Carga piezométrica	Vertederos	<p>Todos los vertederos</p> <ul style="list-style-type: none"> 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 más recto posible, alejado de curvas y que el agua corra libremente. Sección transversal lo más 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>

Tabla A. 8 . Condiciones y restricciones para la utilización de diferentes métodos de medición de caudal. Fuente: [17].



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 [17].

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 [17].

Normas de seguridad

Las personas que recojan y manejen las muestras no deberían trabajar solas y deberían tomar todas las precauciones de seguridad necesarias para la prevención de daños físicos y enfermedades, las cuales podrían resultar de las actividades de muestreo, ingestión o invasión de agentes infecciosos, inhalación o absorción de sustancias corrosivas o tóxicas, a través del contacto con la piel o asfixia. Debido a que la recogida de muestras ocurre normalmente sin el conocimiento total de la fuente o grado de amenaza, el contacto con los sedimentos debe ser minimizado de la siguiente manera: (1) utilizando guantes, batas de laboratorio o delantales, lentes de seguridad, mascarilla y botas, durante el muestreo, manejo de muestras y preparación de las sustancias de análisis, y (2) manipulando los sedimentos al aire libre o en cajas cerradas de guantes [34].

Se deben proveer planes de emergencia y contactos de emergencia.

El equipo de personas de muestreo debe saber nadar y trepar las orillas de los ríos. Además deben estar todos entrenados y familiarizados con los protocolos, las posibles amenazas, el uso de los equipos y los procedimientos de seguridad.

Algunos consejos para minimizar los riesgos durante el muestreo son los siguientes, [5]:

- Limitar la conducción continua. Si los puntos de muestreo están a una considerable distancia, no conducir sin paradas. Hacer descansos de al menos 15 minutos cada 3 horas, y muestrear durante no más de 10 horas/día.
- Escoger sitios seguros de fácil acceso. Realizar inspecciones del terreno a muestrear una vez escogidos puntos sobre un mapa para verificar el acceso razonable y libre de animales peligrosos o plantas espinosas y venenosas; orillas ni empinadas, ni resbaladizas, ni inestables; y que no esté sujeto a rápidas inundaciones o la subida de la marea sin previo aviso.



- Llevar ropa apropiada. Obtener los pronósticos del tiempo de la zona a muestrear. Estar preparado, por ejemplo, llevar chubasqueros si hay probabilidad de lluvia, ropa caliente si hace frío, sombrero y protección solar en cualquier caso y zapatos que no resbalen en las rocas. Prestar atención al hecho de que la protección solar puede resultar una fuente de contaminación y debería usarse con debido cuidado. Tomar extra ropa y una toalla por si acaso alguien cae al agua.
- Toma un equipo de seguridad apropiado y un kit de primeros auxilios. Lo ideal sería que alguien del equipo esté entrenado para primeros auxilios.
- Mantén contacto con ayudantes y nunca muestree solo. Trabaje con al menos dos personas más y mantén contacto con alguien que pueda dar la alarma y que esté informado de los movimientos planeados; lleva un teléfono móvil. En áreas remotas, lleve mapas y brújula.

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) [17].

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 [17].

Finalmente, el plan de seguridad debería responder a las siguientes preguntas, [5]:

- ¿Puede el personal acceder al lugar de muestreo de manera segura?
- ¿Puede recogerse la muestra de manera segura? ¿Corre el agua con velocidad? ¿Es la ribera estable?
- ¿Estará el personal expuesto a toxicidad u otras sustancias amenazantes?
- ¿Estará el personal expuesto a patógenos, como por ejemplo malaria, virus, etc.?
- ¿Se encontrará fauna peligrosa, como por ejemplo arañas, serpientes, sanguijuelas, garrapatas, cocodrilos, perros rabiosos?
- ¿Son las condiciones meteorológicas probables a poner en peligro al personal?

Hojas de campo

Antes de las salidas a campo se deben preparar las siguientes fichas:

- Lista de chequeo de equipos y materiales.
- Lista de captura de datos de muestra de agua y sedimentos, conocida como ficha de campo.
- Lista de especificaciones de los requerimientos de cada muestra para el laboratorio.
- Resumen del procedimiento de muestreo y normas de seguridad para llevar a campo.



BIBLIOGRAFÍA

- [1] Ahlers, W.W., Reid, M.R., Kim, J.P. and Hunter, K.A., 1990. *Contamination-free sample collection and handling protocols for trace elements in natural fresh waters*. Aust. J. Mar.FreshwaterRes. 41: 713–720.
- [2] APHA, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20th Edition, American Public Health Association, Water Environment Federation, American Water Works Association, Washington, USA.
- [3] Apte, S.C., Batley, G.E., Szymczak, R., Rendell, P.S., Lee, R. and Waite, T.D. (1998): *Baseline trace metal concentrations in New South Wales coastal waters*. Mar. Freshwater Res. 49: 203–214.
- [4] ASTM 2000a. *Standard guide for collection, storage, characterization, and manipulation of sediments for toxicological testing*. p. 768-788. In: 2000 ASTM Standards on Environmental Sampling, Vol. 11.05 Conshohocken, PA.
- [5] Australian and New Zealand Environment and Conservation Council. Agriculture and Resource Management Council of Australia and New Zealand. *Australian Guidelines for Water Quality Monitoring and Reporting*. Capítulo 4: Field Sampling Program, Octubre 2000.
- [6] Batley, G.E., 1989. *Collection, preparation and storage of samples for speciation analysis*. En Trace Element Speciation: Analytical Methods and Problems (G.E. Batley, ed.), pp. 1–24. CRC Press Inc. Florida.
- [7] Becker, D.S. and T.C. Ginn, 1990. *Effects of sediment holding time on sediment toxicity*. Prepared by PTI Environmental Services, Inc. for the U.S. EPA, Region 10 Office of Puget Sound, Seattle, WA. EOA 910/9-90-009.
- [8] Carr, R.S. and D.C. Chapman, 1992. *Comparison of solid-phase and pore-water approaches for assessing the quality of marine and estuarine sediments*. Chemical Ecology 7:19-30.
- [9] Crevello,, P.D., J.M. Rine, and D.E. Lanesky, 1981. *A method for impregnating unconsolidated cores and slabs of calcareous and terrigenous muds*. Journal of Sediment Petrology 51:658-660.
- [10] Defoe, D.L and G.T. Ankley, 1998. *Influence of storage time on toxicity of freshwater sediments to benthic macroinvertebrates*. Environmental Pollution In Press.
- [11] Dillon, T.M., D.W. Moore, and A.S. Jarvis, 1994. *The effects of storage temperature and time on sediment toxicity*. Archives of Environmental Contamination & Toxicology 27:51-53.
- [12] Environment Canada, 1995. *Guidance Document on Measurement of Toxicity Test Precision Using Control Sediments Spiked with a Reference Toxicant*. Report EPS 1/RM/30.
- [13] Ginsburg, R.N., H.A. Bernard, R.A. Moody, and E.E. Daigle, 1966. *The shell method of impregnating cores of unconsolidated sediments*. Journal of Sediment Petrology 36:1118-1125.
- [14] Gustavo Pérez González. *Disponibilidad de metales tóxicos en sitios contaminados*. Departamento de Química Unidad de Química Analítica. Universitat Autònoma de Barcelona. Abril 2005.



- [15] Hall, G.E.M., 1998. *Relative contamination levels observed in different types of bottle used to collect water samples*. Explore 101: 3–7.
- [16] Hunt, D.T.E. and Wilson, A.L., 1986. *The Chemical Analysis of Water, General Principles and Techniques*. Royal Society of Chemistry, Cambridge.
- [17] IDEAM, Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales de Colombia. *Guía para el monitoreo de vertimientos, aguas superficiales y subterráneas*.
- [18] Ing. Gilberto Villanueva Vigo. *Evaluación de recursos*. “Evaluación, Diseño y Gestión de Sistemas Hidroenergéticos”. Programa ENISER SOLUCIONES PRACTICAS – ITDG
- [19] Moore, D.W., T.M. Dillon, and E.W. Gamble, 1996. *Long-term storage of sediments: Implications for sediment toxicity testing*. Environmental Pollution 89:341-342.
- [20] Mudroch, A. and Azcue, J.M., 1995. *Manual of Aquatic Sediment Sampling*. Lewis Publishers, Boca Raton, FL.
- [21] National Oceanic and Atmospheric Administration (NOAA), 1991. *NOAA diving manual: diving for science and technology*. U.S. Department of Commerce, NOAA, Office of Undersea Research. Publication number VM981.U6228.
- [22] Puget Sound Estuary Program (PSEP). 1997a. *Recommended guidelines for sampling marine sediment, water column, and tissue in Puget Sound*. U.S. Environmental Protection Agency, Region 10, Seattle, WA and Puget Sound Water Quality Authority, Olympia, WA.
- [23] Reimann, C., Siewers, U., Skarphagen, H. and Banks, D., 1999. *Does bottle type and acid-washing influence trace element analyses by ICP-MS on water samples?* Sci Tot. Environ. 239: 111–130.
- [24] Sancha, A.M., 2006. *Review of coagulation technology for removal of arsenic: Case of Chile*. Journal of health, population, and nutrition.
- [25] Sarda, N. and G.A. Burton Jr. 1995. *Ammonia variation in sediments: Spatial, temporal and method-related effects*. Environmental Toxicology and Chemistry 14:1499-1506.
- [26] SETAC. 2001. *Porewater Toxicity Testing: Biological, Chemical, and Ecological Considerations with a Review of Methods and Applications, and Recommendations for Future areas of Research*. SETAC Technical Workshop. Society for Environmental Toxicology and Chemistry, Pensacola, FL.
- [27] Sijm, R.T.H., M. Haller, and S.M. Schrap. 1997. *Influence of storage on sediment characteristics and drying sediment on sorption coefficients of organic contaminants*. Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology 58:961-968.
- [28] Stratus Consulting INC, *Reporte de la Evaluación independiente de la calidad y cantidad del agua en la cercanía del distrito minero Yanacocha*. Cajamarca, Perú, Octubre 2003
- [29] U.S. Environmental Protection Agency. 1983. *Methods for the chemical analysis of water and wastes*. EPA 600/4-79-020. U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH. 460pp.



- [30] U.S. Environmental Protection Agency. 1991. *Methods for measuring the acute toxicity of effluents and receiving waters to freshwater and marine organisms*. Fourth edition. EPA-600/4-90/027F, Cincinnati, OH.
- [31] U.S. Environmental Protection Agency. 1993. U.S. EPA *Contract Laboratory Program -statement of work for organic analysis, multi-media, multi-concentration*. Document ILMO1.0-ILMO-1.9, 1993. U.S. Environmental Protection Agency, Washington, DC.
- [32] U.S. Environmental Protection Agency. 1998. *Contaminated sediment management strategy*. EPA 823-R-98-001. Office of Water, Washington, DC.
- [33] U.S. Environmental Protection Agency. 2000d. *Methods for measuring the toxicity and bioaccumulation of sediment-associated contaminants with freshwater invertebrates*. Second Edition. EPA/600/R-99/064, Duluth, MN.
- [34] U.S. Environmental Protection Agency, 2001. *Methods for Collection, Storage and Manipulation of Sediments for Chemical and Toxicological Analyses: Technical Manual*. Octubre 2001.

