

**DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE Pb(II) A TRAVÉS DE
VOLTAMETRÍA, POR INCIDENCIA DEL VERTIMIENTO DE UNA MINA DE
CARBÓN SOBRE LA QUEBRADA EL ALISAL, UBICADA EN EL PÁRAMO
GUERRERO (COGUA, CUNDINAMARCA).**

DAVID RICARDO GONZÁLEZ SIERRA

LISSETH ANDREA SALAMANCA OVALLE

**UNIVERSIDAD SANTO TOMÁS
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS
FACULTAD DE INGENIERÍA AMBIENTAL
BOGOTÁ D.C
2019**

**DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE Pb(II) A TRAVÉS DE
VOLTAMETRÍA, POR INCIDENCIA DEL VERTIMIENTO DE UNA MINA DE
CARBÓN SOBRE LA QUEBRADA EL ALISAL, UBICADA EN EL PÁRAMO
GUERRERO (COGUA, CUNDINAMARCA).**

DAVID RICARDO GONZÁLEZ SIERRA

LISSETH ANDREA SALAMANCA OVALLE

**Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniero Ambiental
Modalidad: Solución de un problema de Ingeniería**

Director: Cesar Augusto Quiñones Segura (Ph. D.)

Codirector: Germán Amilkar Ramírez Díaz (Ing.)

**UNIVERSIDAD SANTO TOMÁS
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS
FACULTAD DE INGENIERÍA AMBIENTAL
BOGOTÁ D.C.
2019**

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar agradecemos a Dios por permitirnos desarrollar satisfactoriamente este proyecto, brindándonos sabiduría, inteligencia y destreza, durante el tiempo invertido en cada una de las actividades del mismo.

A nuestras familias por brindarnos todas las bases éticas y morales, además del apoyo económico y acompañamiento a lo largo de toda la carrera.

A la Universidad Santo Tomás por brindarnos las bases académicas para nuestra formación como ingenieros ambientales y por suministrarnos materiales y reactivos para el desarrollo de este proyecto, así como el apoyo económico para experiencias académicas internacionales.

Al Politécnico Gran Colombiano Institución Universitaria por abrirnos las puertas del laboratorio de química, tanto como por facilitarnos equipos y reactivos.

Al Semillero de Electroquímica e Instrumentación Ambiental (SEIA) por apoyarnos y brindarnos el conocimiento necesario relacionado con los principios básicos de la electroquímica para el desarrollo del proyecto.

A los señores Florentino Hernández y William Parra por brindarnos el acceso y la información necesarios de la mina de carbón San José.

Gracias a nuestro codirector Germán Amilkar Ramírez por brindarnos la asesoría de las técnicas de campo necesarias, para llevar a cabo un muestreo de aguas representativo, además de la orientación del planteamiento de la estructura de este proyecto.

Gracias a nuestro director César Augusto Quiñones Segura, quién nos guió y asesoró en cada una de las etapas de este proyecto, haciendo hincapié en la importancia de la electroquímica ambiental en nuestra formación profesional. Además de ser la persona clave en la gestión del convenio USTA-POLI para poder aprovechar otros espacios académicos extra institucionales.

CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN	16
2. OBJETIVOS	18
2.1 Objetivo General	18
2.2 Objetivos Específicos	18
3. MARCO DE REFERENCIA	19
3.1 Plomo.....	19
3.2 Consecuencias de la presencia de plomo en agua	19
3.3 Drenajes Ácidos de mina (DAM).....	20
3.3.1 Sulfuro de plomo	20
3.3.2 La minería de carbón y los DAM	21
3.4 El carbón y los sulfuros metálicos.....	22
3.5 Técnicas voltamétricas	22
3.5.1 Voltametría de onda cuadrada (SWV).....	23
3.5.2 Voltametría de redisolución anódica (ASV)	24
3.6 Configuración de la celda electroquímica.....	25
3.6.1 Electrodo de bajo costo para la determinación de Pb(II)	26
3.6.1.1 Electrodo de mina de grafito.....	26
3.6.1.2 Electrodo de pasta de carbón.....	27
3.6.1.3 Electrodo de pasta de carbón y residuos de café.....	27
3.7 Electrodo modificado con bismuto.....	28
4. DESARROLLO CENTRAL.....	29
4.1 METODOLOGÍA.....	29
4.1.1 Capítulo 1: Muestreo de agua	29
4.1.1.2 Lugar de muestreo	29
4.1.1.3 Frecuencia y número de muestras	30
4.1.1.4 Puntos de muestreo	31
4.1.1.5 Toma y preservación de muestras	33

4.1.2 Capítulo 2: Técnica electroquímica	37
4.1.2.1 Equipos y Reactivos	37
4.1.2.2 Configuración de la celda	38
4.1.2.3 Parámetros de la técnica electroquímica.....	43
4.1.3 Capítulo 3: Determinación de la concentración de Pb(II) en las muestras	44
4.1.3.1 Método de adición estándar	44
4.1.3.2 Acondicionamiento de la muestra para el análisis.....	45
4.1.3.3 Análisis por voltametría	49
4.2 RESULTADOS Y ANÁLISIS	52
4.2.1 Configuración de la celda	52
4.2.2 Muestras de agua.....	54
4.2.2.1 Punto 1	54
4.2.2.2 Punto 2	58
4.2.2.3 Punto 3	61
4.2.2.4 Punto 4	62
4.2.2.5 Análisis general de resultados.....	65
5. IMPACTO SOCIAL	68
6. CONCLUSIONES	69
7. RECOMENDACIONES.....	70
8. BIBLIOGRAFÍA	71
ANEXOS.....	75
A.1 Mapa: Ubicación de los puntos de muestreo sobre la quebrada el Alisal y mina San José.	75
.....	75
A.2 Formatos de campo toma de muestras.	76

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Descripción del punto y día de muestreo de cada muestra.....	54
Tabla 2. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 1.....	56
Tabla 3. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 2.....	58
Tabla 4. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 3.....	59
Tabla 5. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 4.....	61
Tabla 6. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 7.....	63
Tabla 7. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 8.....	65
Tabla 8. Resultados generales de la concentración de Pb(II) para cada muestra.	66

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Tipos de voltametría.....	22
Figura 2: (a) Señal de excitación para voltametría de onda cuadrada, (b) Corrientes de avance, de regreso y la diferencia	23
Figura 3. Etapas de la voltametría de redisolución anódica con deposición de mercurio y barrido lineal	25
Figura 4. Celda Electroquímica	26
Figura 5. Voltagrama de redisolución anódica de Zn(II), Cd(II) y Pb(II), (a) con deposición de Bi(III) y (b) sin deposición de Bi(III).	28
Figura 6. Ubicación de la mina de carbón San José en la vereda Páramo Alto, Cogua - Cundinamarca.....	29
.....	29
Figura 7. Mina de carbón San José	30
Figura 8. Punto de muestreo 1.....	31
Figura 9. Punto de muestreo 2.....	32
Figura 10. Punto de muestreo 3.....	32
Figura 11. Punto de muestreo 4.....	33
Figura 12: Diagrama de flujo de la metodología de muestreo.....	35
Figura 13. Toma de muestras de agua.	36
Figura 14. Almacenamiento y preservación de muestras.	36
Figura 15. Medición de caudales por método de trazadores y volumétrico	37
Figura 16. Montaje para el análisis voltamétrico.	38
Figura 17. Celda electroquímica	38
Figura 18. Vista de la superficie del electrodo de trabajo de pasta de carbón	40
Figura 19. Vista de la superficie del electrodo de trabajo de pasta de carbón con residuos de café.....	41
Figura 20. Vista de la superficie del electrodo de trabajo de mina de grafito 2H.....	41
Figura 21. Electrodo de referencia con junta de madera porosa.....	42
Figura 22. Electrodo de referencia de platino (Pt) 3M.....	42
Figura 23. Método de adición estándar.....	45
Figura 24. Filtrado de las muestras de agua.	46
Figura 25. Enmascaramiento de cobre (II) en la celda electroquímica	49
Figura 26. Metodología del análisis voltamétrico de las muestras.	51

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica 1. (a) Voltametría de onda cuadrada de Cu(II) en la muestra de agua. (b) Voltametría de onda cuadrada de Pb(II) y Cu(II) con adición de 3 ppm de Pb(II) en la muestra de agua.	47
Gráfica 2. Voltagramas de SWASV para la eliminación de la interferencia de cobre (II). (a) Desarrollo experimental en laboratorio y (b) bibliografía.	48
Gráfica 3. Voltagrama de SWASV y curva de calibración con mina de grafito como electrodo de trabajo, Ag/AgCl como electrodo de referencia y Pt como electrodo auxiliar, $R^2 = 0,989$	53
Gráfica 4. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 1, con 5 adiciones de 10 $\mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.986$	56
Gráfica 5. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 2, con 5 adiciones de 10 $\mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.992$	57
Gráfica 6. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 3, con 5 adiciones de 10 $\mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.992$	59
Gráfica 7. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 4, con 5 adiciones de 10 $\mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.995$	60
Gráfica 8. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 5 y 6, con barrido de -1,4 a 0 V.	62
Gráfica 9. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 7, con 5 adiciones de 10 $\mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.986$	63
Gráfica 10. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 8, con 5 adiciones de 10 $\mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.996$	64
Gráfica 11. Variación de la concentración de Pb(II) en el punto 1,2 y 4.	67

LISTA DE ECUACIONES

Ec 1. Oxidación de la Galena.....	20
Ec 2. Concentración problema cuando $Y=0$	45
Ec 3. Enmascaramiento de Cu(II)	47
Ec 4. Formación del azul de prusia.....	49
Ec 5. Concentración real de la muestra.	55

LISTA DE ANEXOS

A.1 Mapa: Ubicación de los puntos de muestreo sobre la quebrada el Alisal y mina San José	75
A.2 Formatos de campo toma de muestras.	76

LISTA DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

Abreviatura

Ag/AgCl

ASV

DAM

GRC

GC

HMDE

HDPE

IDEAM

SWV

SWASV

CAR

PTAR

Términos

Plata cloruro de plata

Anodic stripping voltammetry

Drenajes ácidos de mina

Graphite reinforce carbon

Glassy carbon

Hanging mercury drop electrode

Hard density polyethylene

Instituto de hidrología, meteorología y estudios ambientales

Square wave voltammetry

Square wave anodic stripping voltammetry

Corporación Autónoma Regional

Planta de tratamiento de aguas residuales

Símbolos

Pb

Zn

Bi

Cu

Fe

Co

As

Si

Cr

Ni

Cd

Ti

Pt

K

NaCl

KCl

PbS

ZnS

$CuFeS_2$

FeAsS

FeS_2

O_2

Términos

Plomo

Zinc

Bismuto

Cobre

Hierro

Cobalto

Arsénico

Silicio

Cromo

Níquel

Cadmio

Titanio

Platino

Potasio

Cloruro de sodio

Cloruro de Potasio

Galena

Esfalerita

Calcopirita

Arsenopiríta

Pirita

Oxígeno molecular

SO_4	Sulfato
HNO_3	Ácido Nítrico
NaOH	Hidróxido de sodio
$K_3[Fe(CN)_6]$	Hexacianoferrato de potasio 3
$C_2H_3NaO_2$	Acetato de sodio
mm	Milímetro
μm	Micrómetro
mM	Mili molar
M	Molar
V	Voltios
mV	Mili voltios
μA	Microamperios
s	Segundos
min	Minutos
h	Horas
t	Tiempo
Hz	Hertz
cm	Centímetro
cm^2	Centímetro cuadrado
L	Litro
ml	Mililitro
μL	Micro litro
ppm	Partes por millón
ppb	Partes por billón
mg	Miligramo
μg	Microgramo
$\mu g/L$	Microgramo por litro
mg/L	Miligramo por litro
msnm	Metros sobre el nivel del mar
pH	Potencial de hidrógeno
%	Porcentaje
$^{\circ}C$	Grados centígrados
R^2	Coeficiente de determinación
P	Respuesta
ΔC	Diferencia de concentración
X	Concentración problema
b	Intercepto
m	Pendiente
Y	Respuesta
rpm	Revoluciones por minuto

RESUMEN

En este trabajo se realizó la determinación de Pb(II) en ocho muestras de agua provenientes de drenajes ácidos, tomadas en cuatro puntos entre la quebrada “El Alisal” y la mina de carbón “San José”, ubicada en el páramo Guerrero - Cogua, Cundinamarca, a través de voltametría de redisolución anódica con barrido de onda cuadrada. La configuración de la celda consistió de un electrolito soporte 0.1 M de buffer acetato pH 4.5 y tres electrodos de bajo costo: electrodo de mina de grafito modificado con bismuto como electrodo de trabajo (ET), Ag/AgCl 3 M como electrodo de referencia (ER), y un alambre de platino como electrodo auxiliar (EA). Los parámetros de la técnica utilizados fueron: deposición desde -1.4 a 0.0 V, durante 3 minutos en agitación constante, tiempo de reposo de 10 s y barrido de onda cuadrada con potencial inicial: -1.4 V, potencial final: 0.0 V, amplitud de impulso: 40 mV, tamaño de paso: 13 mV, frecuencia: 50 Hz y un área del electrodo de: 0.0314 cm². La determinación de la concentración se realizó a través del método de adición estándar añadiendo 10 $\mu\text{g/L}$ hasta 50 $\mu\text{g/L}$ de Pb(II) a partir de una solución patrón de 100 mg/L . La técnica voltamétrica utilizada presento voltagramas con altos coeficientes de determinación encontrando en promedio concentraciones de plomo de 10.36 $\mu\text{g/L}$ en el tubo que extrae agua del interior de la mina de carbón, 4.64 $\mu\text{g/L}$ a la salida de agua del sistema de tratamiento, 0 $\mu\text{g/L}$ aguas arriba de la quebrada El Alisal y 1.53 $\mu\text{g/L}$ aguas abajo del punto de confluencia entre el vertimiento y la quebrada, determinando que la mina de carbón cumple con la concentración límite máxima permisible de plomo (II) en los vertimientos puntuales de minería de carbón de piedra y lignito sobre cuerpos de agua superficiales, estipulado en la resolución 631 de 2015.

Palabras clave: Agua, Drenajes ácidos, Minería de carbón, Plomo, Voltametría de redisolución anódica.

ABSTRACT

In this work, Pb(II) was determined in eight water samples from acid drainages. They were taken at four points between El Alisal stream and the "San José" coal mine, located in the Guerrero moor - Cogua, Cundinamarca, through square wave- anodic stripping voltammetry. The cell configuration consisted of a 0.1 M acetate buffer electrolyte (pH 4.5) and three low-cost electrodes: pencil lead graphite electrode modified with bismuth as work electrode (WE), 3M Ag/AgCl as a reference electrode (RE) and platinum wire as an auxiliary electrode (AE). The parameters of the technique used were: Deposition from -1.4 to 0.0 V for 3 minutes in constant agitation, quiet time of 10 s and square wave swept with initial potential: -1.4 V, final potential: 0.0 V, pulse size: 40 mV, step size: 13 mV, frequency: 50 Hz and electrode area of 0.0314 cm². The determination of the concentration was made through the standard addition method, adding 10 $\mu\text{g/L}$ to 50 $\mu\text{g/L}$ of lead (II) from a standard solution of 100mg/L. The voltammetric technique used presented voltammograms with high coefficients of determination, finding on average lead concentrations of 10.36 $\mu\text{g/L}$ on the pipe that draws water inside of the coal mine, 4.64 $\mu\text{g/L}$ in the water outlet of the treatment system, 0.0 $\mu\text{g/L}$ upstream of El Alisal stream and 1.53 $\mu\text{g/L}$ downstream the point of confluence between the water discharge and the stream, determining that the coal mine fulfills the maximum permissible concentration of lead (II) in the punctual discharges of coal and lignite mining over surface water bodies, stipulated in resolution 631 of 2015.

Key words: Acid drainages, Anodic stripping voltammetry, Coal mining, Lead, Water.

1. INTRODUCCIÓN

En el área del páramo Guerrero se ha venido expandiendo ilícitamente las explotaciones carboníferas en zonas declaradas como protegidas según el concepto emitido por el Instituto de Investigación de Recursos Biológicos Alexander Von Humboldt. De esta manera, se han venido presentando conflictos entre el municipio y el Servicio Geológico Colombiano (SGC), ya que éste otorga concesiones y títulos mineros en zonas intocables del páramo sobre los 3200 msnm. De hecho, en el Acuerdo 22 de 2009 emitido por la CAR se declara como reserva a los páramos de Guargua y Laguna Verde, que hacen parte del complejo de páramos de Guerrero, delimitando de esta manera el derecho de dominio sobre los bienes inmuebles por encima de los 3000 msnm. Sin embargo, de acuerdo al artículo 3 de la Ley 1382 de 2010, no debe haber actividades mineras en áreas de reserva forestal protectora y ecosistemas de páramos, a no ser que la autoridad ambiental competente sustraiga dicha área y condicione la actividad [1], [2], [3] [4], [5]. En el año 2011, el Ministerio de Ambiente y el Instituto Humboldt afirmaron que en el páramo Guerrero las explotaciones de carbón generaban el fenómeno de drenajes ácidos de mina, ya que los desagües generaban acidez debido a una reacción de oxidación de los sulfuros metálicos que contiene el carbón y la roca encájate [6]. Particularmente, la minería de carbón ocasiona un deterioro significativo en los afluentes, ya que maneja grandes cantidades de agua, generando drenajes ácidos de mina (DAM), que contienen una alta cantidad de sulfuros metálicos, los cuales se oxidan al contacto con el oxígeno atmosférico, produciendo de esta manera sulfatos disueltos, metaloides y metales pesados tales como el Pb(II), estos compuestos generan altas afectaciones en la salud [7] [8]. El plomo es un metal pesado que puede afectar adversamente al sistema nervioso central, inmunológico y cardiovascular [9], por ello se centró esta investigación en dicho metal.

Los métodos electroquímicos se caracterizan por tener una alta sensibilidad, gran selectividad, límites de detección bajos y elevada precisión; además en comparación a otros métodos analíticos (como la espectrofotometría de absorción atómica y espectrofotometría de masas de plasma acoplado), no son tan costosos y no cuentan con instrumentación tan compleja. De esta manera, se utilizó la técnica de voltametría de redisolución anódica en vista de que puede llegar a detectar elementos traza y ultra traza [10] [11], no obstante, desde la aparición de la polarografía se usa como electrodo predilecto el de gota colgante de mercurio en las técnicas voltamétricas, a pesar de que el mercurio es un metal pesado altamente tóxico a nivel ambiental y genera afectaciones a la salud. Recientemente, se han venido realizando investigaciones en

otros metales para reemplazar al mercurio, uno de ellos es el bismuto, este posee un buen desempeño analítico y tiene características más amigables con el medio ambiente [11]. En cuanto a la configuración de la celda, frecuentemente el carbón vítreo es usado como electrodo de trabajo, el de Ag/AgCl como electrodo de referencia y platino como contra electrodo, sin embargo, los electrodos de carbón vítreo y el de Ag/AgCl son altamente costosos, por ello se tomó como alternativa la elaboración de electrodos de bajo costo que además de ser bastante económicos, utilizan materiales con menor efecto ambiental.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo General

Determinar la concentración de Pb(II) a través de voltametría, por la incidencia del vertimiento de una mina de carbón sobre la quebrada El Alisal, ubicada en el Páramo Guerrero (Cogua, Cundinamarca).

2.2 Objetivos Específicos

- Realizar un protocolo de muestreo basado en cuatro puntos para la caracterización del efecto de la mina sobre las concentraciones de Pb(II) en la quebrada, según la guía para el monitoreo de vertimientos, agua superficiales y subterráneas del IDEAM.
- Establecer la configuración de la celda, la técnica voltamétrica y los parámetros de la técnica apropiados para la detección de plomo (II) en agua.
- Determinar el contenido de plomo (II) en las ocho muestras compuestas a través de la técnica voltamétrica para su posterior análisis según la Resolución 631 de 2015.

3. MARCO DE REFERENCIA

3.1 Plomo

El plomo es un metal pesado de color gris, es blando y maleable el cuál se obtiene por fundición o refinamiento de las minas metalúrgicas y vertimiento de aguas de minas. Este metal se encuentra de forma natural en la corteza terrestre y está ampliamente distribuido en el ambiente [12].

El plomo rara vez es encontrado en estado elemental, su mineral más común es el sulfuro de plomo o galena (PbS) que se encuentra en rocas metamórficas y calizas; otros minerales de importancia comercial son el carbonato, cerusita y el sulfato de plomo, que son menos comunes. Este metal tiene muchos usos y fuentes, como las baterías para autos, aditivo de gasolina, fabricación de municiones, pigmentos para pinturas y barnices, también lo usan para vestimentas protectoras, debido a su gran capacidad de absorción de los rayos X [12], [13].

3.2 Consecuencias de la presencia de plomo en agua

El plomo es un metal tóxico que al entrar al organismo puede generar graves problemas de salud pública, ya que puede afectar al sistema nervioso, inmunológico, reproductivo y cardiovascular, los niños más pequeños son especialmente más vulnerables a este metal, ya que pueden llegar a absorber una cantidad de plomo entre 4 y 5 veces mayor que los adultos. Si el grado de exposición es elevado, ataca al cerebro y al sistema nervioso central, pudiendo provocar coma, convulsiones e incluso la muerte [14], [11]. También puede causar síntomas como anemia, hipertensión, disfunción renal, neurotoxicidad y toxicidad reproductiva, además se piensa que los efectos neurológicos y conductuales generados por la exposición al plomo son irreversibles [14]. La vida del plomo en el tejido cerebral es de aproximadamente 2 años y en los huesos persiste entre 20 y 30 años, donde puede movilizarse en situaciones como el embarazo, la exposición en concentraciones elevadas de plomo puede generar aborto natural, muerte fetal, parto prematuro, bajo peso al nacer o malformaciones leves [14], [11].

3.3 Drenajes Ácidos de mina (DAM)

Los drenajes ácidos de mina DAM son una consecuencia no deseada y documentada de las actividades mineras. La causa de la generación de los DAM es la oxidación de minerales que contienen azufre, como la pirita, durante el proceso de excavación. De esta manera se genera agua acidificada que eleva la concentración de metales pesados sobre el cuerpo de agua. Una de las propiedades físicas más importantes de los DAM es el pH, ya que controla la liberación de los metales disueltos y la precipitación de hidróxidos metálicos [15].

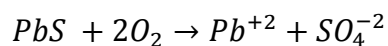
3.3.1 Sulfuro de plomo

El sulfuro de plomo o Galena (PbS) es el principal mineral que contiene plomo, pertenece al grupo de los sulfuros, es un mineral primario que se suele formar en cristales de hábito cúbico y octaédrico, o combinación de ambos [16], [17]. Además de las formas oxidadas de la galena como la anglesita y cerusita, la galena contiene sulfuros de otros metales en transición como el zinc (esfalerita), el cobre (calcopirita) y el hierro (pirita) [18].

El sulfuro de plomo es uno de los sulfuros metálicos más distribuidos sobre la corteza terrestre, junto con la pirita de cobre ($CuFeS_2$), piritas de hierro (FeS) y marquesina, son sulfuros que se encuentran principalmente en rocas carbonatadas [19].

La oxidación de la galena a través del contacto con el oxígeno genera la liberación de plomo (II) y sulfato [20], como se observa en la reacción de la Ec 1.

Ec 1. Oxidación de la Galena



3.3.2 La minería de carbón y los DAM

La minería de carbón genera vertimientos de aguas ácidas, definidas como descargas de agua con altos contenidos de lodos y productos de la oxidación de sulfuros con metales pesados disueltos como: el As, Si, Cu, Zn, Ni, Co, Cd, Pb y Cr. La escala de los impactos generados por el drenaje ácido de mina y las posibles soluciones han sido investigadas durante los últimos 50 años [21].

La acumulación de residuos en pilas de escombros en patios de estériles, también es una fuente importante de aguas ácidas, debido a que los materiales expuestos allí pueden contener partículas de roca con sulfuros metálicos que se oxidan rápidamente por el contacto directo con el oxígeno y el agua [20].

La generación de DAM ocurre de forma natural, sin embargo las actividades antropogénicas como la minería de carbón, aceleran el proceso de oxidación de los sulfuros metálicos, debido a que aumentan la superficie de estas rocas expuestas al aire, agua y microorganismos [22].

Los principales factores generadores de las tasas de DAM son los contenidos de sulfuros de metales en los residuos de mina, pH, temperatura, contenido de oxígeno en la fase gaseosa, grado de saturación del agua, actividad química del metal, área de roca expuesta con contenido de sulfuros metálicos, energía de activación química requerida para la oxidación y la actividad bacteriana [21].

En un estudio de la geoquímica de metales pesados en suelos sobre la cuenca del río Bogotá llevado a cabo por Ingeominas y el Ministerio de Minas y Energía en el 2004, se realizó la toma de muestras de agua en las quebradas Cubillos, Honda y Guerrero dentro del municipio de Cogua, comprendidas dentro de la cuenca del río Bogotá, donde se encontraron concentraciones de plomo (Pb) desde 0,3 a 19 $\mu g/L$ [23].

3.4 El carbón y los sulfuros metálicos

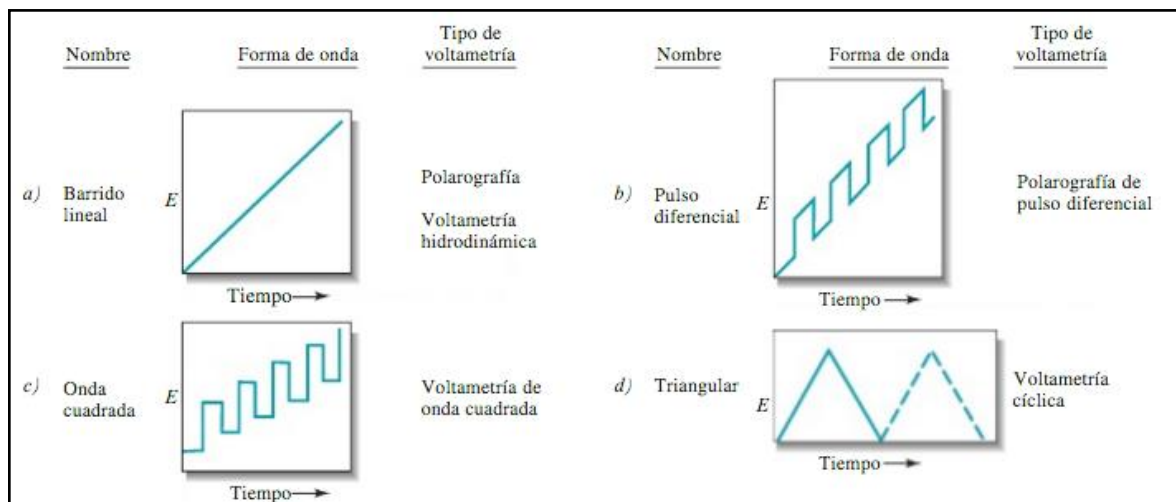
El carbón tiene formas de azufre orgánico e inorgánico en su composición, dentro de los inorgánicos se encuentran los sulfuros y sulfatos. El sulfuro presente en el carbón es comúnmente conocido como azufre pirítico, debido a que la piritita (sulfuro de hierro) es el sulfuro metálico presente en mayor cantidad, mas no es el único, ya que también se encuentran presentes en menor concentración, la calcopirita ($CuFeS_2$), arsenopirita ($FeAsS$), esfalerita (ZnS) y galena (PbS), este último es la forma de sulfuro de plomo [24].

3.5 Técnicas voltamétricas

El análisis voltamétrico mide la intensidad de la corriente que atraviesa un electrodo por la aplicación de una diferencia de potencial. Es decir, las técnicas voltamétricas estudian la cinética de los procesos en electrodos, en la cual se observan los cambios en el potencial al variar el flujo de corriente. La voltametría se puede usar para identificar las especies presentes en una solución y su concentración. Los diferentes tipos de voltametría se distinguen por la variación en la aplicación del potencial [25] [26].

De esta manera encontramos varios tipos de señales de potencial de excitación y forma de onda, los más utilizados se encuentran en la Figura 1.

Figura 1. Tipos de voltametría.

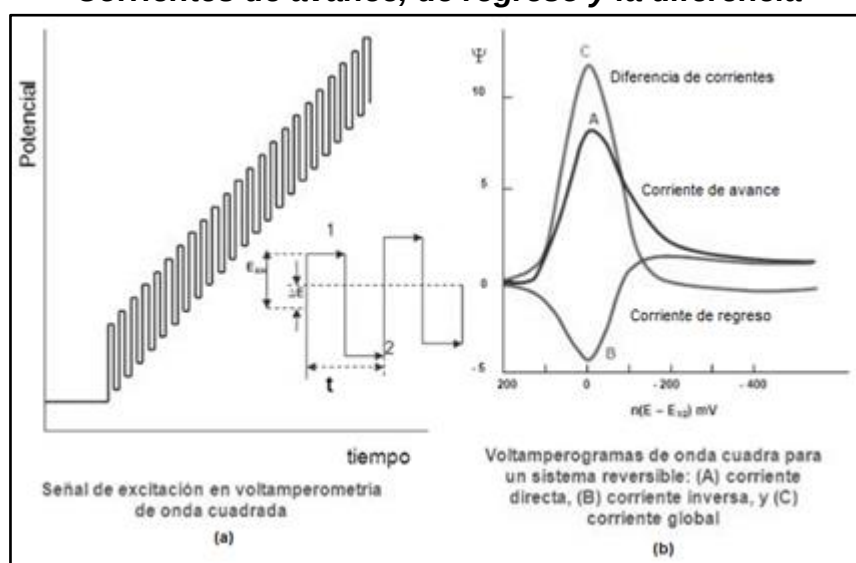


Fuente [27]

3.5.1 Voltametría de onda cuadrada (siglas en ingles SWV)

En SWV se aplica un pulso con una onda cuadrada, el cual es superpuesto sobre una onda en forma de escalera donde un impulso frontal (punto 1 de la Figura 2a) coincide con un escalón (donde t es el tiempo de un ciclo de la onda cuadrada en segundos). En cada pulso catódico llega una cantidad del analito en forma reducida sobre la superficie del electrodo de trabajo. En cada pulso anódico la cantidad de analito reducida es re oxidada hacia la solución. Como resultado se obtiene un voltagrama (Figura 2, b) que presenta la corriente en función del voltaje, donde la corriente es obtenida de la diferencia de la intensidad del punto 1 menos la intensidad del punto 2, las cuales son denominadas corriente de avance y corriente de regreso respectivamente [28].

Figura 2: (a) Señal de excitación para voltametría de onda cuadrada, (b) Corrientes de avance, de regreso y la diferencia



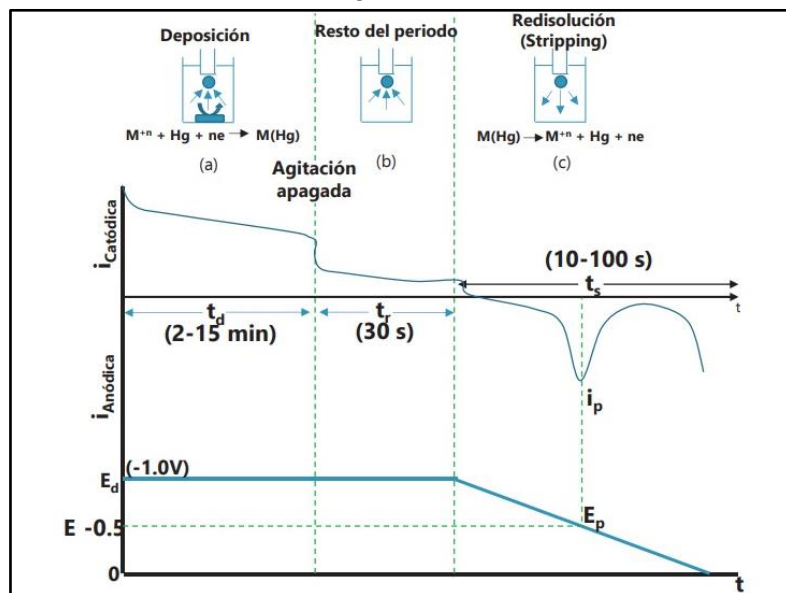
Fuente [28]

3.5.2 Voltametría de redisolución anódica (siglas en ingles ASV)

En la ASV el analito se pre-concentra en una película delgada sobre el electrodo de trabajo, esto generalmente dado por una electro reducción. Las especies electroactivas se separan del electrodo debido a la inversión de la dirección del barrido de voltaje. El potencial se vuelve más positivo y oxida de nuevo en solución. La corriente medida durante la oxidación es proporcional a la cantidad de analito que fue depositada [29]. La ASV consta de las siguientes etapas:

- **Etapas de preconcentración:** En esta etapa se deposita el analito de interés sobre el electrodo de trabajo con una corriente y agitación constante, es decir la cantidad de analito es mayor sobre el electrodo que en el seno de la solución, teniendo en cuenta parámetros como el tiempo de preconcentración, velocidad de agitación, área del electrodo y potencial de deposición [29].
- **Etapas de reposo:** La agitación dentro de la celda es detenida, finalizando el transporte de iones del analito por convección, para solo dar lugar al transporte por difusión, puesto que se sigue aplicando potencial en la celda, permitiendo que la deposición del analito sobre el electrodo se estabilice para luego ser reoxidada en la siguiente etapa [29]. En la Figura 3 se maneja un tiempo de reposo de 30 s.
- **Etapas de redisolución:** Se determina la cantidad de analito depositado mediante un procedimiento voltamperométrico, aplicando un barrido de potenciales en sentido contrario al inicial. Este barrido puede realizarse mediante varias técnicas como la voltametría de onda cuadrada [29].

Figura 3. Etapas de la voltimetría de redisolución anódica con deposición de mercurio y barrido lineal.

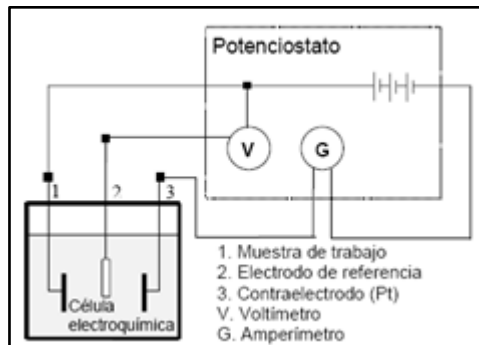


Fuente [29].

3.6 Configuración de la celda electroquímica

La célula electroquímica como se observa en la Figura 4, consta de tres electrodos sumergidos en una disolución que contiene el analito y el electrolito soporte (exceso de electrolito no reactivo, impide el transporte por migración). Estos tres electrodos se denominan de trabajo, auxiliar y de referencia. Encontramos, que el electrodo de trabajo es pequeño y contiene un potencial controlado, en este sucede la reducción u oxidación del analito, el electrodo de referencia tiene un potencial constante a lo largo del experimento y un contra electrodo (auxiliar) que suele ser un alambre en espiral de platino o charco de mercurio que sirve para hacer pasar la corriente del electrodo de trabajo a través de la solución [27] .

Figura 4. Celda Electroquímica



Fuente [30]

3.6.1 Electrodo de bajo costo para la determinación de Pb(II)

3.6.1.1 Electrodo de mina de grafito

Los electrodos de mina de grafito o GRC han sido ampliamente utilizados como electrodo de trabajo de bajo costo como alternativa de los electrodos de carbón vítreo (GC) y gota colgante de mercurio (HMDE), para la determinación de metales como Pb(II), Cd(II), Fe(II) y Zn(II) mediante voltametría de onda cuadrada y redisolución anódica [[31], [32], [33].

Estudios han demostrado el rendimiento de los electrodos GRC según su dureza, ya que la influencia de la dureza sobre la respuesta voltamétrica del electrodo resulta en que las minas de mayor dureza (2H, 6H) presentan mayor respuesta que las más blandas u oscuras (2HB, 2B) debido a la cantidad de grafito que cada tipo contiene, ofreciendo altos picos, sensibilidad y reproducibilidad [34].

3.1.6.2 Electrodo de pasta de carbón

Los electrodos de pasta de carbón para la determinación de metales pesados como el Pb(II) han sido altamente estudiados como sustrato para ser modificados y sin modificar, para la determinación directa de metales pesados en muestras de agua natural y agua de llave [35].

El sustrato de los electrodos consiste en una mezcla de polvo de grafito y parafina líquida con una mina de grafito como barra conductora, como resultado presentan alta sensibilidad, conductividad y reproducibilidad [35].

3.1.6.3 Electrodo de pasta de carbón y residuos de café

La pasta de carbón es una mezcla entre carbono (en este caso es grafito en polvo) que actúa como superficie eléctricamente conductora y un aglutinante que le proporciona la textura viscosa al electrodo. Así pues, existen dos tipos de electrodos de pasta de carbón, los modificados y los no modificados; a los primeramente mencionados se les agrega uno o dos componentes adicionales para mejorar la selectividad y la sensibilidad [36].

De esta manera, se ha venido investigando el nivel de adsorción de metales en diferentes tipos de residuos, dentro de los que encontramos los residuos de café. De hecho, durante el procesamiento del café se generan cantidades significativas de residuos, bien sea durante la etapa de fresado o la etapa de su preparación. Además, el café contiene azufre y pequeñas cantidades de calcio, facilitando una absorción eficaz de iones metálicos en solución acuosa. Por dichas razones, los electrodos de pasta de carbón modificados con residuos de café se convierten en una alternativa viable para la detección efectiva de iones metálicos como el plomo [36].

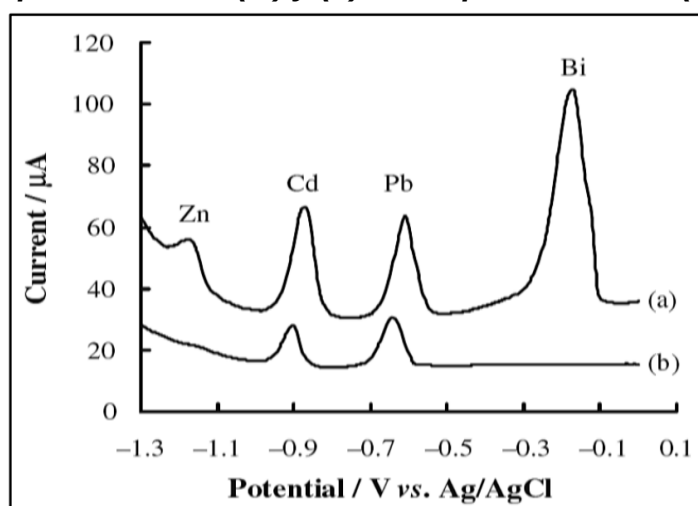
3.7 Electrodo modificado con bismuto

El uso de electrodos modificados con bismuto resultan ser una alternativa verde para reemplazar los electrodos de mercurio (electrodos de gota colgante o film de mercurio) en la determinación de metales pesados [37]. La idea de utilizar el bismuto para reemplazar el mercurio resultó de un estudio donde este se empleó como patrón interno para la determinación de plomo en sangre sobre un electrodo de carbón vítreo (GC), los voltagramas resultantes arrojaron picos de potencial definidos con alta linealidad [37].

En la actualidad se han desarrollado numerosos estudios con películas de bismuto in-situ sobre los electrodos de carbón vítreo, pasta de carbón, grafito y serigrafiados, para la detección de Pb(II), Zn(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Cu(II) y Ti(II) (como se evidencia en el voltagrama de la Figura 5) y en menor número para la determinación de fármacos, pesticidas y demás compuestos orgánicos [31], [37], [38]].

Estos electrodos se caracterizan por el buen comportamiento en la voltametría de redisolución anódica, la capacidad de formar aleaciones con numerosos metales pesados, alta estabilidad mecánica, alta conductividad eléctrica, baja afectación por oxígeno disuelto y principalmente la baja toxicidad humana y ambiental [37].

Figura 5. Voltagrama de redisolución anódica de Zn(II), Cd(II) y Pb(II), (a) con deposición de Bi(III) y (b) sin deposición de Bi(III).



Fuente: [39]

4. DESARROLLO CENTRAL

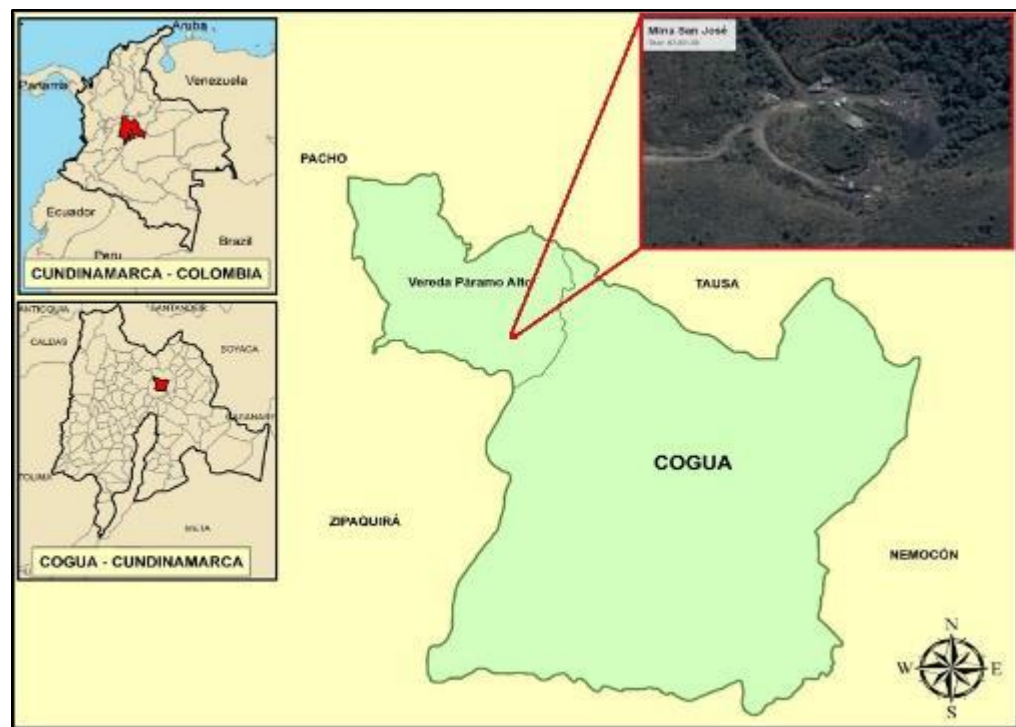
4.1 METODOLOGÍA

4.1.1 Capítulo 1: Muestreo de agua

4.1.1.2 Lugar de muestreo

El muestreo se realizó en la mina San José, mina de carbón ubicada en la vereda páramo Alto dentro del páramo Guerrero en Cogua, Cundinamarca (Figura 6 y Figura 7).

Figura 6. Ubicación de la mina de carbón San José en la vereda Páramo Alto, Cogua - Cundinamarca.



Fuente: Autores, ArcMap 10.0

Figura 7. Mina de carbón San José



Fuente: Autores.

4.1.1.3 Frecuencia y número de muestras

Se realizó un muestreo de agua no probabilístico intencional o de juicio con muestras compuestas, debido a que los puntos de muestreo fueron seleccionados a criterio del investigador.

El muestreo se llevó a cabo los días 23 y 25 de enero de 2019, mes en el que se presentan bajas precipitaciones en Cagua, Cundinamarca. La frecuencia de muestreo fue de dos días a la semana, un día a mitad de semana (miércoles) y otro a fin de semana laboral (viernes), con el propósito de abarcar la alta y baja intensidad de trabajo de la mina, debido a que la producción es suspendida durante el fin de semana. En cada uno de los cuatro puntos (Figuras 8, 9, 10, 11) se tomó una muestra compuesta de ocho horas con alícuotas de 125 ml, recolectadas cada hora para un volumen final de 1 L, obteniendo un total de ocho muestras compuestas.

4.1.1.4 Puntos de muestreo

El muestreo de agua se realizó en cuatro puntos ubicados en zonas específicas para asegurar la representatividad de las muestras sobre la mina (ANEXO A.1), esto debido a que el vertimiento de la mina sobre la quebrada El Alisal es previamente tratado a través de una PTAR compuesta de un desarenador, floculador, sedimentador y filtros de carbón antracita (Figura 9). A continuación se explica la ubicación y justificación de la selección de los cuatro puntos:

Punto 1 - Tubo que extrae agua del interior de la mina de carbón: Determina si el agua que se extrae está contaminada con plomo debido a la actividad de la mina previo al tratamiento.

Figura 8. Punto de muestreo 1.



Fuente: Autores.

Punto 2 - Salida de agua del sistema de tratamiento: Determina si el tratamiento influye sobre la concentración de plomo en el agua.

Figura 9. Punto de muestreo 2.



Fuente: Autores.

Punto 3 - Aguas arriba de la quebrada El Alisal: Punto de referencia, donde se determina si el cuerpo de agua contiene concentraciones de plomo, antes del punto de confluencia con el vertimiento de la mina.

Figura 10. Punto de muestreo 3.



Fuente: Autores.

Punto 4 - Aguas abajo del punto de confluencia entre el vertimiento y la quebrada:
Determina si la mina contamina la quebrada el Alisal con plomo.

Figura 11. Punto de muestreo 4.



Fuente: Autores.

4.1.1.5 Toma y preservación de muestras

La toma de las muestras fue realizada según la Guía de monitoreo de vertimientos, aguas superficiales y subterráneas del IDEAM, como se muestra en el diagrama de flujo de la Figura 12 , el cual se divide en tres fases: preparación de campo, procedimiento en campo y almacenamiento y preservación de muestras. La metodología fue aplicada en cada punto de muestreo durante los dos días de campo.

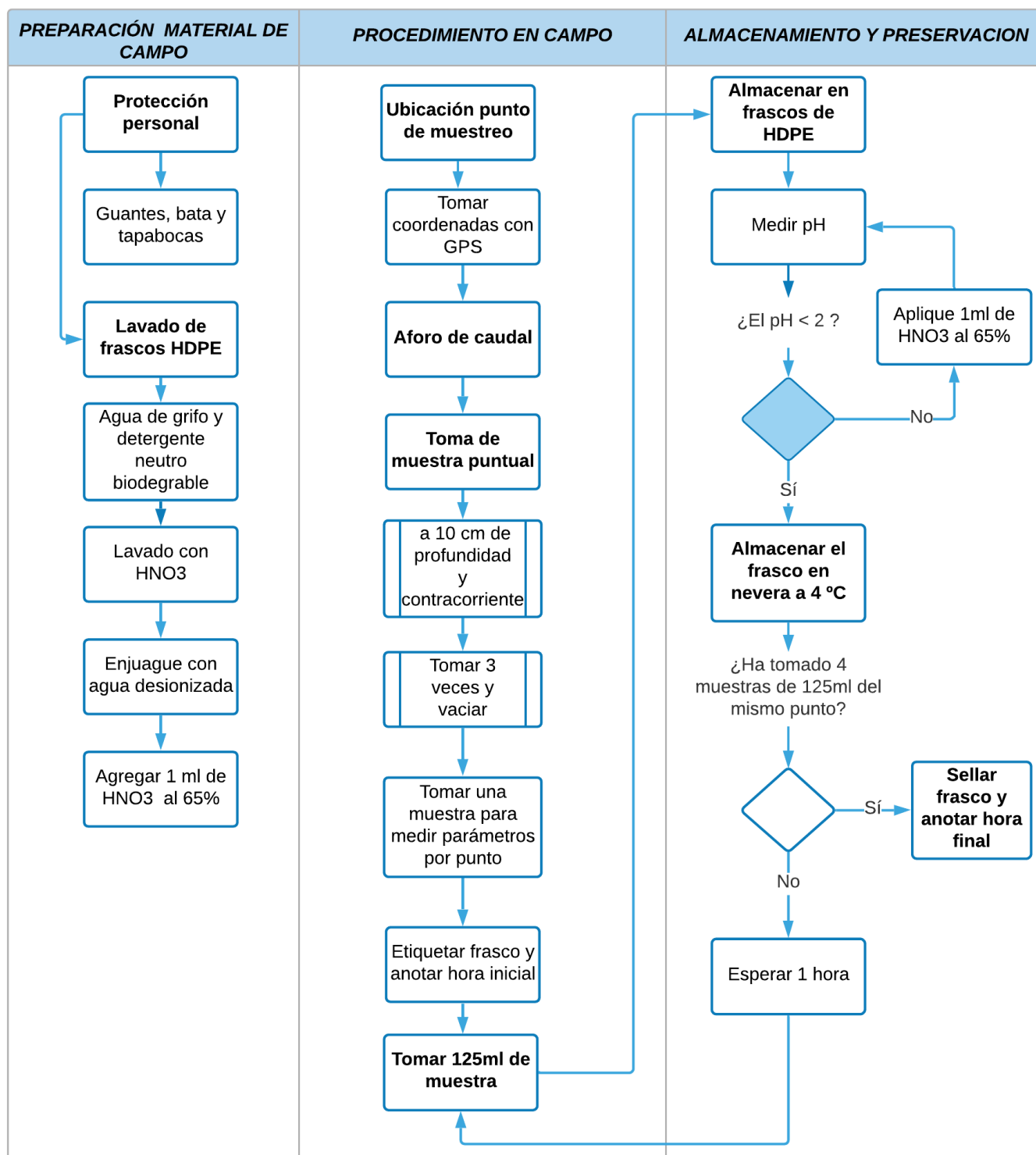
Los frascos utilizados para el almacenamiento de las muestras fueron de polietileno de alta densidad (HDPE), para evitar que la concentración del analito sea alterada durante su almacenamiento. Estos frascos fueron previamente lavados con HNO_3 , detergente biodegradable neutro y agua desionizada.

Para la toma de la muestra o alícuota en cada punto (Figura 13), inicialmente el beaker fue enjugado tres veces con el cuerpo de agua, luego la muestra fue tomada a una profundidad de 10 cm y a contracorriente, con la precaución de no levantar sedimentos del lecho del río. En cada muestra se realizó la respectiva medición de pH, conductividad, turbiedad, temperatura y sólidos suspendidos a través de un multiparámetro.

Cada alícuota de las muestras fueron acidificadas con 1 ml de HNO_3 al 65% hasta $pH < 2$, etiquetadas y almacenadas en una nevera de icopor a una temperatura menor de 4 °C (Figura 14).

La medición de los caudales se llevaron a cabo por el método de aforo volumétrico para el caso de los vertimientos por tubo y método de trazadores para las muestras tomadas sobre la quebrada El Alisal, utilizando NaCl como sustancia trazadora (Figura 15), esto debido a que la quebrada presentaba baja profundidad y el caudal no se pudo medir por otros métodos convencionales [40].

Figura 12: Diagrama de flujo de la metodología de muestreo



Fuente: Autores.

Figura 13. Toma de muestras de agua.



Fuente: Autores.

Figura 14. Almacenamiento y preservación de muestras.



Fuente: Autores.

Figura 15. Medición de caudales por método de trazadores y volumétrico



Fuente: Autores.

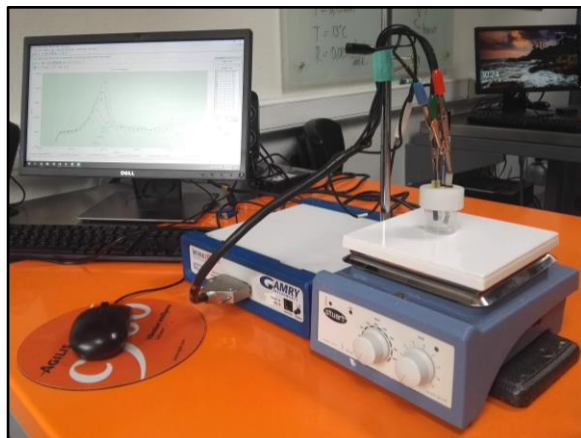
4.1.2 Capítulo 2: Técnica electroquímica

4.1.2.1 Equipos y Reactivos

Para el desarrollo de la técnica se utilizaron soluciones estándar de plomo y bismuto de 1000 mg/L de Panreac AppliChem ITW Reagents, agua desionizada, solución 0.3M de hexacianoferrato de potasio (III), ácido nítrico 65%, hidróxido de sodio sólido (NaOH) y buffer acetato (pH 4.5) preparado con ácido acético glacial 99% y acetato de sodio sólido ($C_2H_3NaO_2$).

Los equipos utilizados fueron un potenciostato Interface 1000T de Gamry instruments (Figura 16), agitador magnético Stuart, ultrasonido Branson 1800, bomba de vacío Boeco germany R-300 y Mufla Ney Vulcan D-130.

Figura 16. Montaje para el análisis voltamétrico.

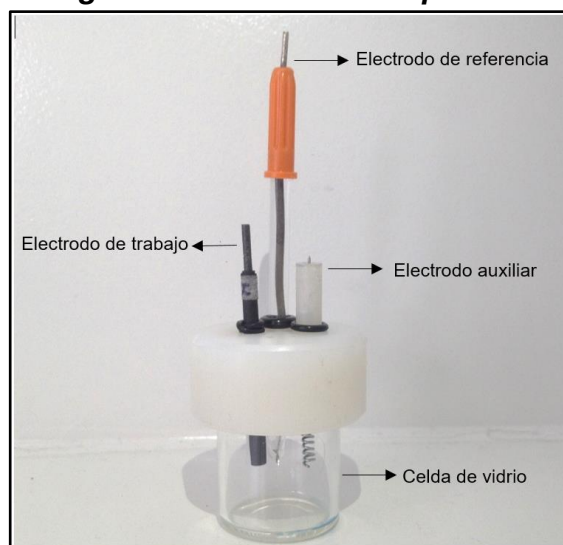


Fuente: Autores.

4.1.2.2 Configuración de la celda

La configuración de la celda se compone de una celda de vidrio de 20 ml, un electrodo de trabajo de mina de grafito 2H, electrodo de referencia de plata - cloruro de plata (Ag/AgCl) 3M y electrodo auxiliar de alambre de platino (Pt) (Figura 17).

Figura 17. Celda electroquímica



Fuente: Autores.

Para el análisis de Pb (II) en las muestras de agua de la mina de carbón se esperaban encontrar trazas del analito (1000 a $1\text{ }\mu\text{g/L}$), lo que llevó a aplicar un método voltamétrico con menor límite de detección como lo es la voltametría de redisolución anódica con barrido de onda cuadrada y deposición de bismuto. Para ello se elaboraron tres electrodos de trabajo de bajo costo con el fin de modificarlos, debido a que el electrodo de carbón vítreo no era posible modificarlo por su alto costo, estos electrodos fueron probados con concentraciones de plomo(II) conocidas a partir de una solución estándar de plomo(II) de 1000 mg/L .

Los tres electrodos de trabajo desarrollados fueron: electrodo de pasta de carbón (Figura 18), electrodo de pasta de carbón y residuos de café (Figura 19) y un electrodo de mina de grafito 2H (Figura 20), donde este último presentó las mejores respuestas de corriente, para diferentes concentraciones de plomo(II), convirtiéndose en el electrodo de trabajo seleccionado para el análisis en las muestras de agua reales.

Por otro lado, se elaboraron dos electrodos de referencia de Ag/AgCl 3M (Figura 21 y Figura 22) de bajo costo para la medición del voltaje con respecto al electrodo de trabajo.

- **Electrodo de pasta de carbón**

El electrodo se construyó utilizando una pasta de carbono, compuesta por 800 μL de aceite mineral y 1g de grafito, esta fue comprimida con ayuda de un émbolo en una jeringa de insulina, en su parte superior se agregó mina de grafito como contacto eléctrico y se dejó secar por 24 horas.

Figura 18. Vista de la superficie del electrodo de trabajo de pasta de carbón

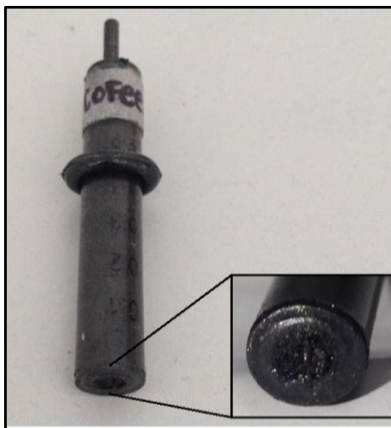


Fuente: Autores.

- **Electrodo de pasta de carbón y residuos de café**

Los residuos de café fueron sometidos a un lavado con agua desionizada, después se llevaron a secado en una Mufla Ney Vulcan D-130 por 24h a 60°C, posteriormente, los residuos fueron molidos, luego se hizo la mezcla de pasta de carbón con aceite mineral, grafito en polvo y residuos de café, obteniendo así una pasta consistente [36]. La proporción de la mezcla de la pasta de carbón se realizó con 50% y 60% de café, y 600 μL de aceite mineral. La mezcla obtenida fue insertada en una jeringa de insulina de 3 mm de diámetro y el contacto eléctrico fue hecho con una mina de grafito 2H [36].

Figura 19. Vista de la superficie del electrodo de trabajo de pasta de carbón con residuos de café.

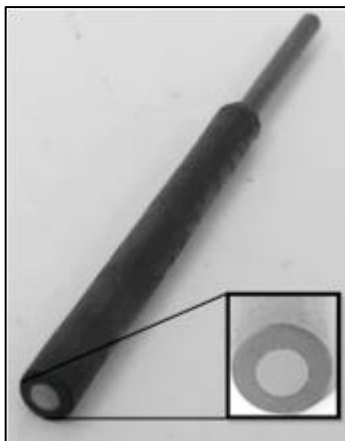


Fuente: Autores.

- **Electrodo de mina de grafito**

El electrodo GRC fue elaborado con una mina de grafito 2H de 2 mm de diámetro y 4 cm de largo. Para su revestimiento las minas se adhirieron con pegante epóxico a la poliolefina retráctil, calentándose a 120°C para su adherencia y sellado, dejando expuesta 1cm de la mina para el contacto eléctrico [31], como se muestra en la Figura 20.

Figura 20. Vista de la superficie del electrodo de trabajo de mina de grafito 2H.



Fuente: Autores

- **Electrodo de referencia de Ag/AgCl**

Se elaboraron dos electrodos de referencia, uno con junta de madera porosa (Figura 21) y otro con punta de alambre de platino (Figura 22). Para ello se utilizó un alambre de plata, ácido clorhídrico 0.1 M, KCl 3M, un alambre de platino y tubo de vidrio de laboratorio. Sobre el alambre de plata se depositó una capa de plata cloruro de plata sumergiéndolo en ácido clorhídrico 1M a un voltaje constante de 10 V, luego el alambre de platino fue puesto en la punta del tubo de vidrio y luego este fue llenado con KCl 3M [41].

Figura 21. Electrodo de referencia con junta de madera porosa.



Fuente: Autores.

Figura 22. Electrodo de referencia de platino (Pt) 3M



Fuente: Autores.

4.1.2.3 Parámetros de la técnica electroquímica

Los parámetros utilizados para la técnica de redisolución anódica con barrido de onda cuadrada (SWASV) fueron seleccionados según bibliografía [31], [38] y ensayos de laboratorio, evaluando su óptimo comportamiento con los resultados arrojados. Los parámetros a tener en cuenta fueron amplitud de pulso (consiste en la altura de un pulso), el tamaño de paso (se basa en la diferencia entre las corrientes tomadas en el pulso positivo y en el pulso negativo) y la frecuencia (se refiere al número de pulsos en un determinado tiempo); cada uno de estos parámetros es decisivo a la hora de realizar una lectura, ya que con una sincronización correcta, se puede llegar al punto exacto donde se oxida la especie, generando de esta manera una lectura más exacta de la concentración que se encuentra en solución [26], [42], [43].

El plomo presenta oxidación en un rango de voltaje de -0.6 a -0.4 V y el bismuto dentro de -0.4 a 0.0 V respecto al electrodo de referencia de Ag/AgCl [37], para lo cual se decidió aplicar un barrido de onda cuadrada en un rango de voltaje desde -1.4 V a 0.0 V para alcanzar la oxidación completa del analito (plomo) y el metal de deposición (bismuto).

Parámetros de la técnica utilizados:

- Deposición desde -1.4 a 0.0 V
- Tiempo de deposición: 3 min
- Velocidad de agitación: 100 rpm
- Tiempo de reposo: 10 s
- Concentración de bismuto: 300 ppb
- Tipo de barrido: Onda cuadrada
- Potencial inicial: -1.4 V
- Potencial final: 0.0 V
- Amplitud de pulso: 40 mV
- Tamaño de paso: 13 mV
- Frecuencia: 50 Hz
- Área del electrodo de: 0,0314 cm²

Se encontró que un tiempo de deposición de entre 2 a 6 minutos resulta óptimo para la formación de una capa de bismuto sobre el electrodo de trabajo, debido a que el tiempo de deposición y la concentración es directamente proporcional al grosor de

la capa de bismuto formada sobre el electrodo, y una capa muy fina o muy gruesa disminuye la detección de plomo en la técnica utilizada [11].

La velocidad de agitación utilizada es suficiente para generar un transporte convectivo de los iones de plomo y bismuto hacia el electrodo de trabajo, sin destruir la capa de bismuto que progresivamente se forma sobre el electrodo [11].

4.1.3 Capítulo 3: Determinación de la concentración de Pb(II) en las muestras

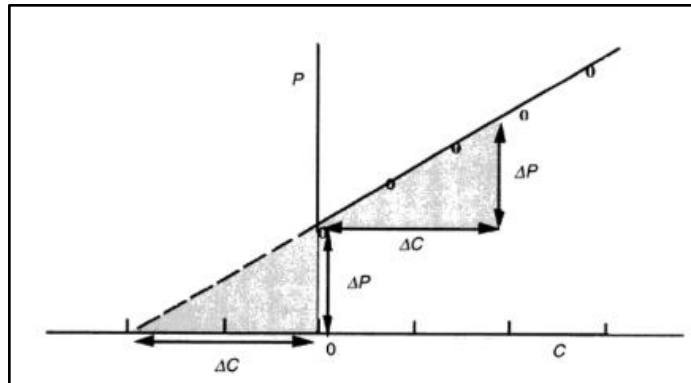
4.1.3.1 Método de adición estándar

El método de adiciones estándar es muy utilizado en absorción atómica y emisión, así como también en variadas técnicas electroanalíticas. Consiste en realizar una medición inicial de la solución problema y registrar su respuesta, para luego hacer adiciones de volúmenes con concentraciones conocidas del analito que se pretende determinar. Para cada una de las adiciones se registra la respuesta, generando una gráfica de las respuestas en función de la concentración, donde la respuesta perteneciente a la solución problema tendrá un valor de $X=0$, como se muestra en la Figura 23 [44].

La determinación del valor de concentración de la solución problema, se realizará por extrapolación de la recta de regresión al punto del eje X donde $Y=0$, siendo la concentración igual al inverso del valor X en ese punto (E_c 2). Esto se explica gráficamente en la Figura 23, por simple igualdad de triángulos, ya que el ΔC necesario para producir un incremento en P , es el mismo cuando se parte de la muestra cuando $Y>0$ [44].

Los volúmenes añadidos en las adiciones deben ser muy pequeños, de tal forma que la dilución generada sobre la muestra sea muy baja, disminuyendo el error del método debido a que este determina la concentración problema por extrapolación.

Figura 23. Método de adición estándar



Fuente: [44]

Ec 2. Concentración problema cuando $Y=0$.

$$X = \frac{Y - b}{m} * -1$$

Donde:

X =Concentración problema

b = intercepto

m = Pendiente

Y = Respuesta, $y=0$.

El resultado es multiplicado por (-1) por que el valor de la concentración será igual al inverso del valor resultante.

4.1.3.2 Acondicionamiento de la muestra para el análisis

- **Filtración de la muestra**

La filtración se llevó a cabo con una bomba de vacío Boeco germany R-300, embudo büchner, erlenmeyer con desprendimiento lateral y disco de papel filtro Boeco germany grado 391 y tamaño de poro de 2 a 3 μm , (Figura 24), para remover todo tipo de materia orgánica y partículas de carbón suspendidas en las muestras. Es muy importante llevar la muestra a la celda electroquímica sin ningún contenido de materia orgánica u otro tipo de sólidos, debido a que constituyen una interferencia al generar la pasivación de la superficie del electrodo de trabajo evitando la correcta reacción de óxido-reducción del analito de interés.

Figura 24. Filtrado de las muestras de agua.



Fuente: Autores.

- **Eliminación de la interferencia por cobre (II)**

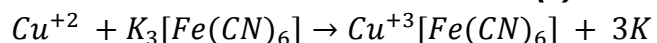
El cobre es el metal más interferente para la lectura voltamétrica de plomo en agua, debido a que su rango de óxido reducción del voltaje (-0,4 a -0,1 V) se encuentra muy cercano al rango de óxido reducción del plomo (-0,6 a -0,4 V), pues para la determinación de 1M de Pb(II) la altura de pico se disminuye en un 65,8%, en presencia de 1×10^{-4} M de Cu(II) [32].

La lectura inicial de una de las muestras por voltametría de redisolución anódica, arrojó una curva donde no se podía distinguir el pico de óxido reducción del plomo (II), como se evidencia en la curva denominada “Muestra” de la Gráfica 2a; por lo que se procedió a hacer una lectura con voltametría de onda cuadrada para distinguir la especie interferente (Gráfica 1a), una vez obtenido el voltagrama se definió que la especie interferente era cobre (II), por el rango de voltaje en el que se encontraba el pico, posteriormente se adiciono una alta concentración de plomo (II) para confirmar que aquel pico si se trataba de cobre(II) (Gráfica 1b).

Una vez identificada la especie interferente, se procedió a buscar un agente enmascarante para evitar la oxido reducción del cobre (II) dentro de la técnica de voltametría de redisolución anódica, para lograr obtener un voltagrama en el que se identificara sólo la especie de plomo (II).

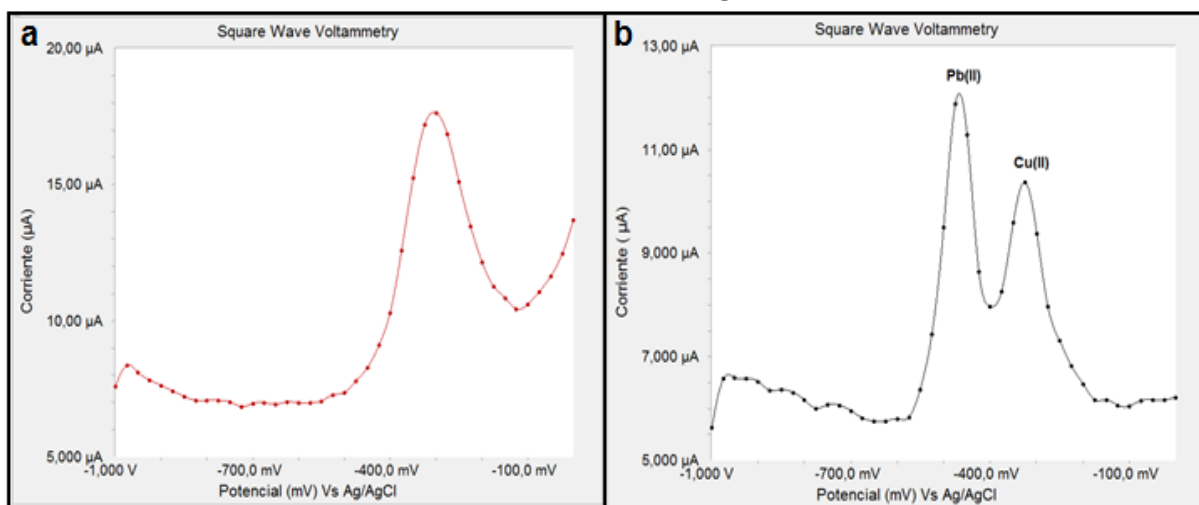
En un trabajo desarrollado en la Universidad de Cranfield (Inglaterra), se evaluó la capacidad de enmascaramiento del hexacianoferrato de potasio (III) sobre una alta concentración de cobre(II) para la lectura de plomo(II) a través de cronoamperometría [45], como se muestra en la Gráfica 2b. El enmascaramiento sucede a través de la reacción de la Ec 3.

Ec 3. Enmascaramiento de Cu(II).



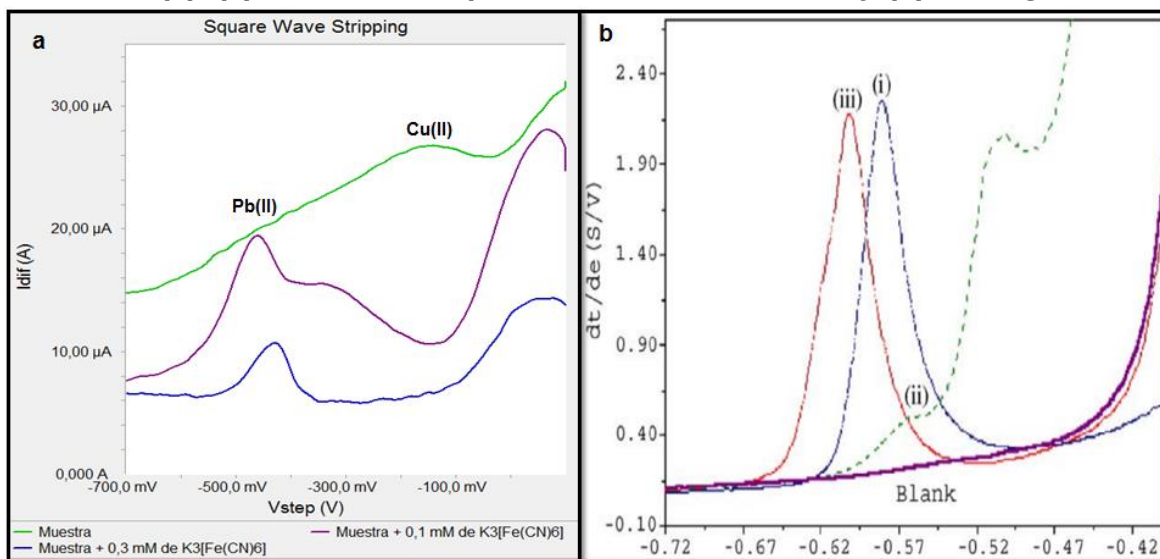
Para llevar a cabo el enmascaramiento de cobre (II) en las muestras, inicialmente se adicionaron 0,1 mM de hexacianoferrato de potasio (III) a la muestra, obteniendo la curva llamada “Muestra+0,1 mM de $K_3[Fe(CN)_6]$ ”, de la Gráfica 2a, evidenciando una reducción del pico de cobre (II) y la aparición del pico de plomo (II). Una vez observado el enmascarado efectivo de cobre (II), se procedió a añadir 0,2 mM adicionales de hexacianoferrato de potasio (III), obteniendo la inactivación completa del cobre y la aparición de solo el pico de plomo(II), como se muestra en la curva llamada “Muestra+0,3 mM de $K_3[Fe(CN)_6]$ ”, de la Gráfica 2a.

Gráfica 1. (a) Voltimetría de onda cuadrada de Cu(II) en la muestra de agua. (b) Voltimetría de onda cuadrada de Pb(II) y Cu(II) con adición de 3 ppm de Pb(II) en la muestra de agua.



Fuente: Autores, Gamry Instruments Framework.

Gráfica 2. Voltagramas de SWASV para la eliminación de la interferencia de cobre (II). (a) Desarrollo experimental en laboratorio y (b) bibliografía.



Fuente: Autores, Gamry Instruments Framework.

Fuente: [45]

En la Gráfica 2 se muestra, (a) Voltograma de SWASV para la eliminación de la interferencia de Cu(II) sobre la respuesta de Pb(II) en muestras de agua, con 0,3 mM de hexacianoferrato de potasio (III). (b) Muestra el efecto del cobre en la respuesta de redisolución del plomo sobre un electrodo modificado con bismuto, donde (i) 0 $\mu g/L$ Cu (II), (ii) 2000 $\mu g/L$ Cu(II) y (iii) 2000 $\mu g/L$ Cu(II) + 0,1 mM de hexacianoferrato de potasio (III).

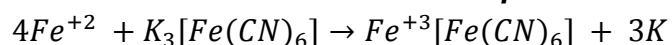
Figura 25. Enmascaramiento de cobre (II) en la celda electroquímica



Fuente: Autores.

Se obtuvo en la celda un color azul en la solución al adicionar el hexacianoferrato de potasio (III) como se evidencia en la Figura 25, esto sucede por la presencia de hierro (II) disuelto en la muestra, este fenómeno se conoce como azul de prusia o azul turnbull y obedece a la Ec 4, [46].

Ec 4. Formación del azul de prusia



4.1.3.3 Análisis por voltametría

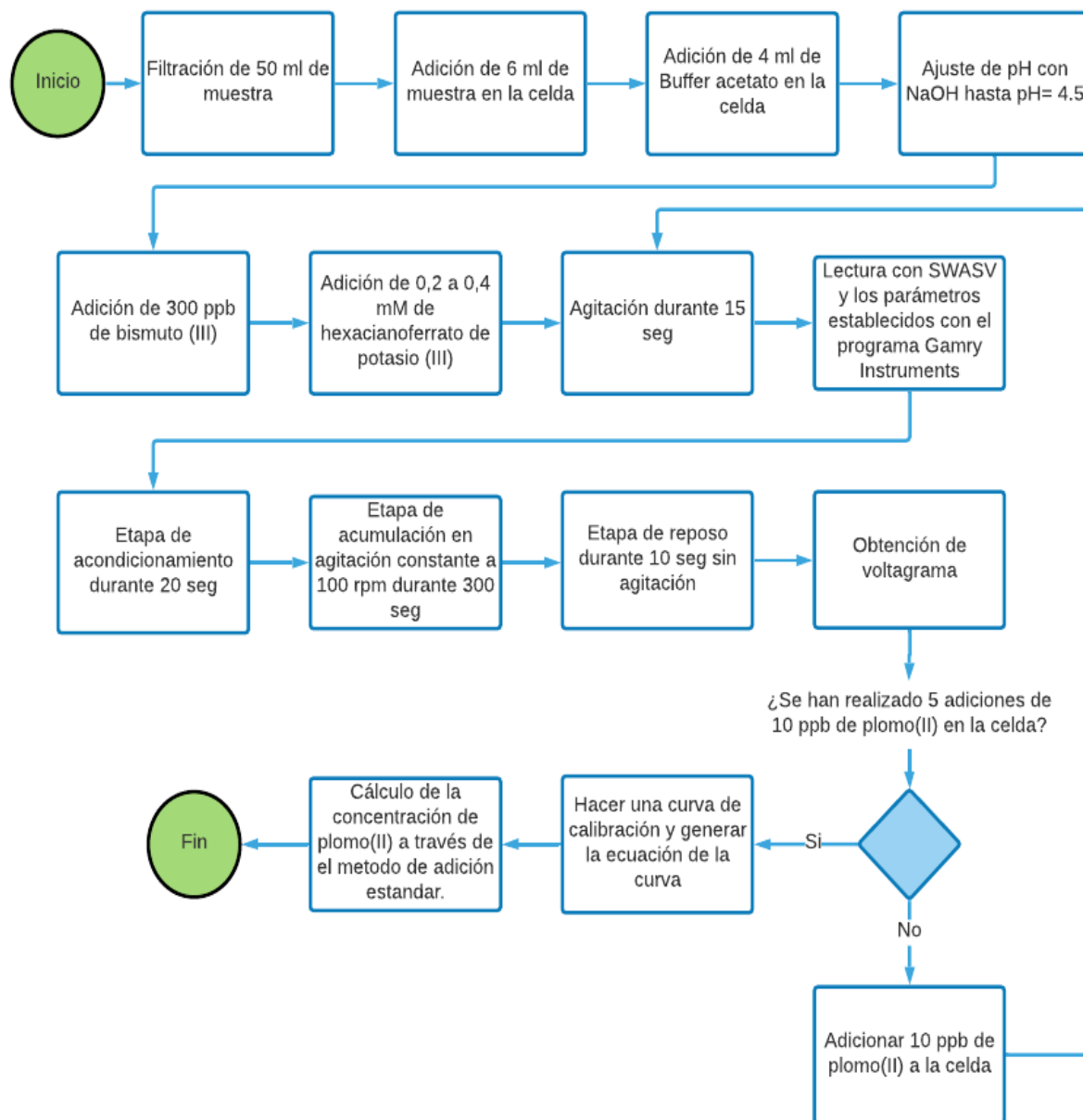
El análisis voltamétrico fue realizado con un potenciómetro de Interface 1000T, con *software Gamry Instruments framework*. Para el desarrollo de la técnica, se agregaron 6 ml de muestra y 4 ml de buffer de acetato (pH 4,5), dichas proporciones se seleccionaron según bibliografía y se adecuaron a la capacidad de la celda de 10 ml. Posteriormente, se realizó un ajuste de pH utilizando hidróxido de sodio (en escamas) hasta llegar a un pH de 4.5, ya que la especie de plomo en estado Pb(II) se presenta en medios ácidos y es óptimamente detectada a pH 4,5.

Después de lo anterior, se le adicionaron 300 ppb de bismuto (según bibliografía), 0,2 mM de hexacianoferrato de potasio (III), y se fue aumentando la concentración de a 0,1mM (Figura 25), dependiendo del grado de enmascaramiento en cada una de las muestras compuestas. Finalmente, se realizó una agitación durante 15 segundos para homogenizar la solución.

A continuación, se realizó la lectura de SWASV con los parámetros electroquímicos establecidos, dicha lectura cuenta con tres etapas específicas, la primera etapa: acondicionamiento, se da sin agitación durante 20 s, la segunda etapa: acumulación, se realizó en agitación constante a 100 rpm durante 300 s, la tercera etapa: reposo, se dio sin agitación durante 10 s y la cuarta etapa: redisolución, se genera el barrido para así obtener el voltograma.

Después de la lectura de la muestra, se adicionaron 10 ppb de plomo y se realizó una lectura para obtener la curva correspondiente, posteriormente se hicieron adiciones de 10 ppb hasta llegar a 50 ppb de Pb(II) para desarrollar el método de adición estándar. Todo el proceso anterior se resume en el diagrama de la Figura 26 y fue realizado por duplicado obteniendo dos curvas de adición estándar por muestra, donde a través de la ecuación de la curva de cada una, se calculó la cantidad de plomo, obteniendo la concentración final de plomo como el promedio de estas.

Figura 26. Metodología del análisis voltamétrico de las muestras.



Fuente: Autores.

4.2 RESULTADOS Y ANÁLISIS

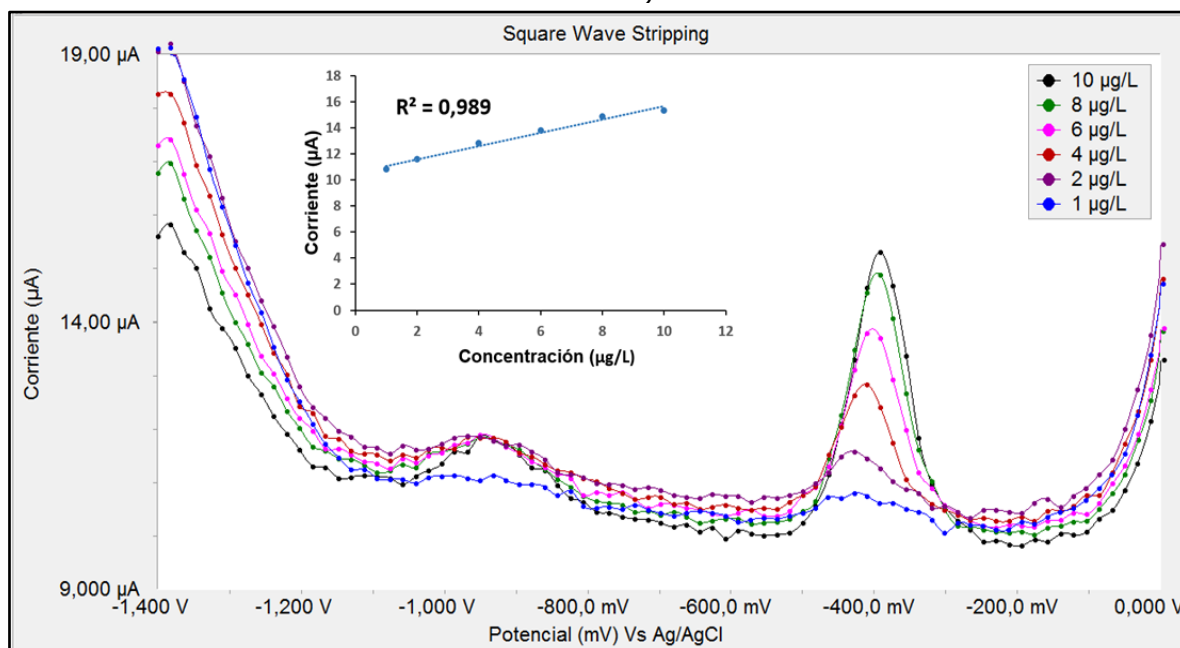
4.2.1 Configuración de la celda

Los tres electrodos de trabajo elaborados fueron inicialmente probados con una curva de calibración con concentraciones de 100 a 1000 $\mu\text{g/L}$ de Pb(II) a través de SWV. El electrodo de pasta de carbón detectó concentraciones desde 200 $\mu\text{g/L}$ de Pb(II), presentando un voltagrama con poca diferencia en la corriente inicial de cada curva, sin embargo se obtuvo mucho ruido y una corriente pico fuera del rango de óxido-reducción esperado, además después de varias pruebas el electrodo acumulaba plomo.

El electrodo de pasta de carbón modificado con residuos de café, detectó igualmente concentraciones desde 200 $\mu\text{g/L}$ de Pb(II), presentando un voltagrama con picos dentro del rango de óxido-reducción del plomo, sin embargo se generaron diferencias en la corriente inicial de cada curva, obteniendo una altura de pico no representativa, al igual que el electrodo de pasta de carbón, este también acumuló plomo después de varias medidas. Esta acumulación se debe a la alta porosidad que la superficie del electrodo presento, además las partículas de café pueden absorber los iones de plomo, ya que este es un biosorbente orgánico.

El electrodo de mina de grafito 2H, detectó concentraciones desde 100 $\mu\text{g/L}$ de Pb(II), obteniendo un voltagrama con un coeficiente de determinación de 0.992, donde cada pico tuvo la misma corriente inicial y no generó acumulación de plomo debido a que su superficie es más compacta e uniforme. Debido a lo anterior, este electrodo fue el que presentó mejor comportamiento y fue usado para detectar menores concentraciones de plomo a través de SWASV modificado con bismuto, de esta manera se obtuvo un voltagrama con detección de concentraciones conocidas de plomo (II) de 1 a 10 $\mu\text{g/L}$ como se evidencia en la Gráfica 3.

Gráfica 3. Voltagrama de SWASV y curva de calibración con mina de grafito como electrodo de trabajo, Ag/AgCl como electrodo de referencia y Pt como electrodo auxiliar, $R^2 = 0.989$



Fuente: Autores, Gamry Instruments Framework.

Los electrodos de referencia de Ag/AgCl elaborados fueron probados para la determinación de una concentración de $100 \mu\text{g/L}$ de Pb(II) y se comparó su comportamiento con un electrodo de referencia comercial de Ag/AgCl Gamry.

El electrodo de referencia de Ag/AgCl 3M con punta de madera porosa (Figura 21) presentó un voltagrama con picos de corriente en el mismo potencial de óxido-reducción que el arrojado por el electrodo comercial, determinando así que la madera porosa permitía el contacto necesario entre la solución de KCl y la solución contenida en la celda. Por otro lado, su vida útil fue corta, debido a que la madera porosa perdió consistencia por la humedad, desprendiéndose del cuerpo de vidrio del electrodo.

El electrodo de referencia de Ag/AgCl 3M con punta de alambre de Pt (Figura 22) igualmente generó un voltagrama con picos de corriente en el mismo potencial de óxido-reducción que el electrodo comercial. Este electrodo tiene mayor vida útil debido a que el alambre de Pt quedó fuertemente agarrado a la punta de vidrio, causando que el sello imperfecto entre el alambre y el vidrio diera lugar al contacto entre el electrolito y el KCl contenido en el electrodo.

4.2.2 Muestras de agua

Tabla 1. Descripción del punto y día de muestreo de cada muestra.

No Muestra	Descripción
1	Muestra del punto 1, día 1
2	Muestra del punto 1, día 2
3	Muestra del punto 2, día 1
4	Muestra del punto 2, día 2
5	Muestra del punto 3, día 1
6	Muestra del punto 3, día 2
7	Muestra del punto 4, día 1
8	Muestra del punto 4, día 2

Fuente: Autores.

4.2.2.1 Punto 1

- **Muestra 1**

A partir de los datos de corriente corregida de la Tabla 2 se realizó la curva de calibración con respecto a las concentraciones de Pb(II) adicionadas, obteniendo un $R^2 = 0.986$. Posteriormente, se generó la regresión lineal como se evidencia en la Gráfica 4 y a continuación se determinó la concentración de Pb(II) según el método de adición estándar explicado anteriormente en la Ec 2.

$$\begin{aligned} Y &= mx + b \\ Y &= 0,5231x + 3,3329 \\ x &= \left(\frac{-3.3329}{0.5231} \right) (-1) \\ x &= 6.3714 \mu g/L \end{aligned}$$

Finalmente, se procedió a determinar la concentración real de la muestra teniendo en cuenta que esta fue diluida en la celda con el volumen del buffer acetato, bismuto (III) y hexacianoferrato de potasio (III), obteniendo una concentración real de $10.64 \mu g/L$ de Pb(II) en la muestra 1, utilizando la Ec . Esta concentración corresponde al punto de muestreo 1, es decir la concentración de Pb(II) que sale directamente desde dentro de la mina de carbón.

Ec 5. Concentración real de la muestra.

$$C_R = \frac{V_C * X}{V_R}$$

Donde:

V_C = Volumen de solución en la celda (ml)

X = Concentración determinada por adición estándar ($\mu g/L$)

V_R = Volumen real de la muestra agregado a la celda (ml)

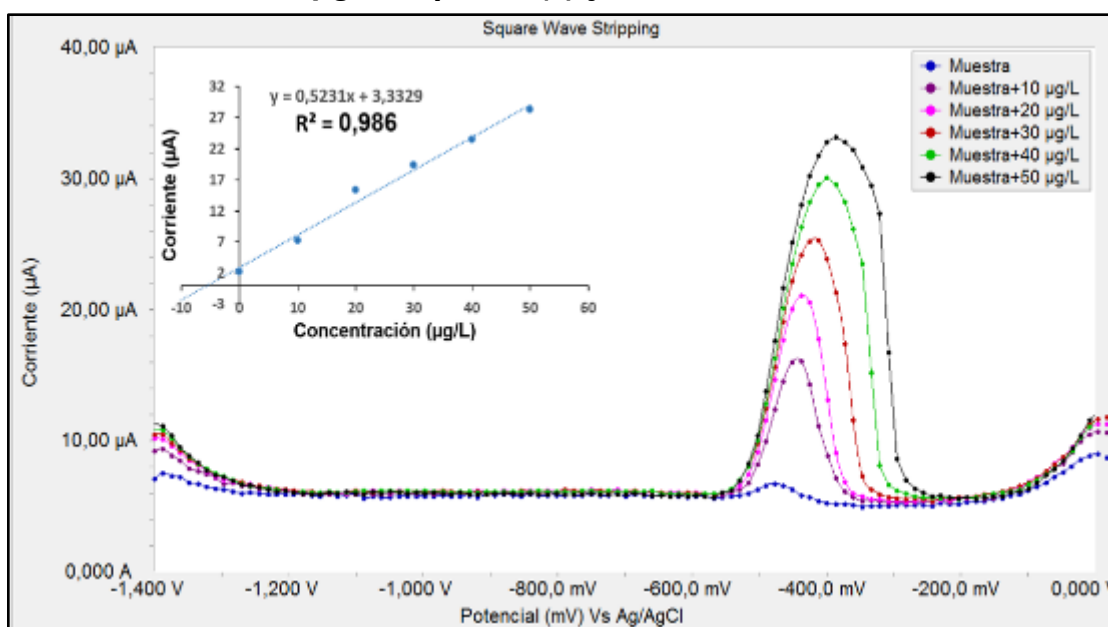
C_R = Concentración real sin dilución ($\mu g/L$)

$$C_R = \frac{V_C X}{V_R}$$

$$C_R = \frac{(10.017ml)(6.3714 \mu g/L)}{6ml}$$

$$C_R = 10.63711 \mu g/L$$

Gráfica 4. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 1, con 5 adiciones de 10 µg/L de plomo (II) y barrido de -1.4 a 0 V, $R^2 = 0.986$.



Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

Tabla 2. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 1.

Muestra 1		
	Corriente (µA)	Corriente corregida (µA)
Blanco	4,754	0
Muestra	6,974	2,22
Muestra+10 µg/L Pb(II)	12,03	7,276
Muestra+20 µg/L Pb(II)	20,14	15,386
Muestra+30 µg/L Pb(II)	24,13	19,376
Muestra+40 µg/L Pb(II)	28,25	23,496
Muestra+50 µg/L Pb(II)	33,06	28,306

Fuente: Autores.

El R^2 obtenido en la curva de calibración de la Gráfica 4, indica que las adiciones sucesivas de 10 µg/L de Pb(II) presentaron un aumento proporcional de la respuesta en corriente, siendo representativa para la determinación de la concentración del analito en la muestra.

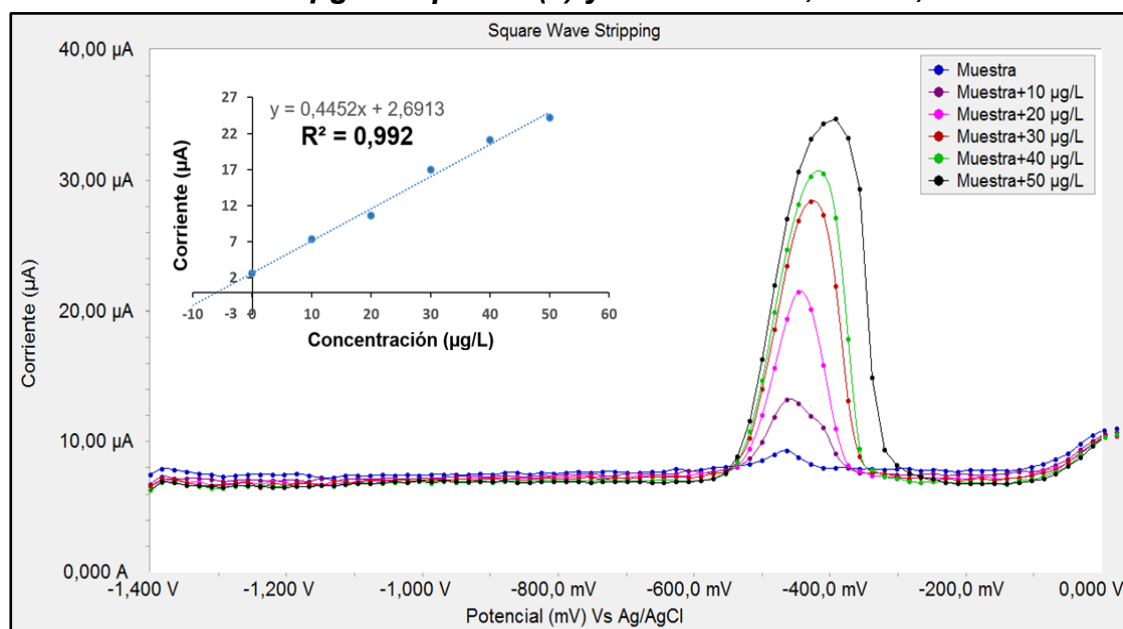
La respuesta de las seis curvas de la Gráfica 4, inician desde la misma respuesta en corriente, aproximadamente $5 \mu A$, obteniendo únicamente un aumento en la altura del pico de plomo a medida que se adicionan mayores concentraciones.

El desplazamiento de potencial evidenciado en los picos de los voltagramas sucede por el aumento de concentración en cada curva, pues a mayor concentración mayor será la cantidad de iones de plomo oxido-reducibles, requiriendo un mayor flujo de electrones y consiguiente aumento del potencial, causando que el pico se desplace a mayores potenciales [38], Sin embargo este desplazamiento no afecta la respuesta.

- **Muestra 2**

A partir de los datos de la Tabla 3 se realizó la curva de calibración con respecto a las concentraciones de Pb(II) adicionadas, obteniendo un $R^2 = 0.992$. Posteriormente se generó la regresión lineal (Gráfica 5), y se determinó la concentración de Pb(II) según el método de adición estándar (Ec 2), determinando la concentración real según la (Ec), obteniendo una concentración de $10.08 \mu g/L$ de Pb(II).

Gráfica 5. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 2, con 5 adiciones de $10 \mu g/L$ de plomo (II) y barrido de $-1,4$ a $0 V$, $R^2 = 0.992$.



Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

Tabla 3. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 2.

Muestra 2		
	Corriente (μA)	Corriente corregida (μA)
Blanco	7,623	0
Muestra	10,19	2,567
Muestra+10 $\mu\text{g/L}$ Pb(II)	15,02	7,397
Muestra+20 $\mu\text{g/L}$ Pb(II)	18,26	10,637
Muestra+30 $\mu\text{g/L}$ Pb(II)	24,6	16,977
Muestra+40 $\mu\text{g/L}$ Pb(II)	28,75	21,127
Muestra+50 $\mu\text{g/L}$ Pb(II)	31,85	24,227

Fuente: Autores.

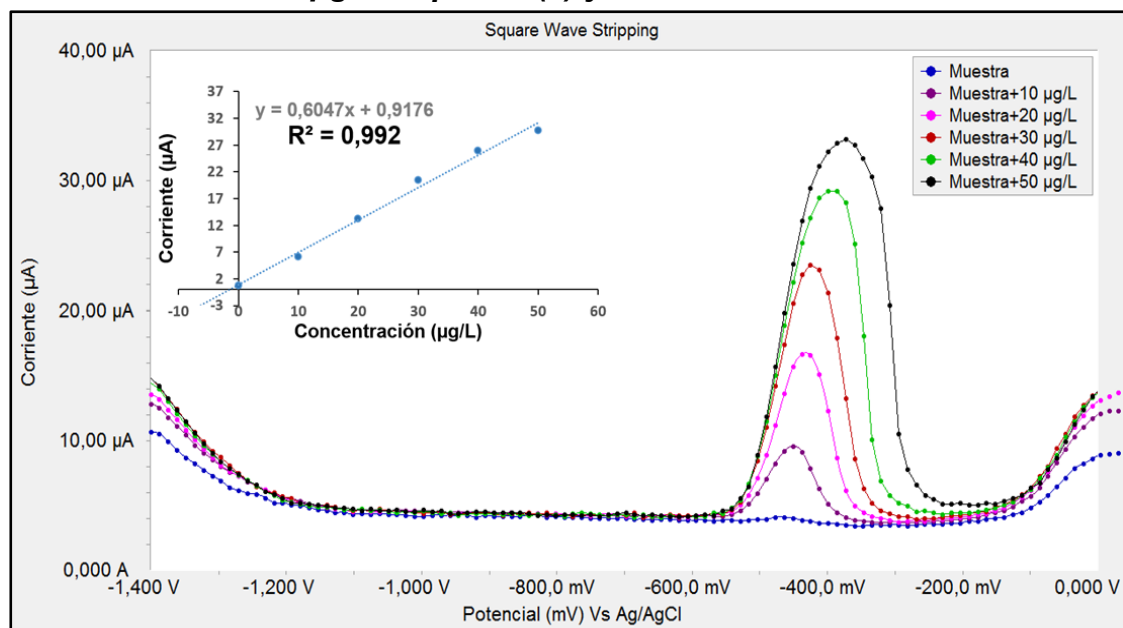
4.2.2.2 Punto 2

- **Muestra 3**

A partir de los datos de la .

Tabla 4 se realizó la curva de calibración con respecto a las concentraciones de Pb(II) adicionadas, obteniendo un $R^2= 0.992$. Posteriormente se generó la regresión lineal (Gráfica 6), y se determinó la concentración de Pb(II) según el método de adición estándar (Ec 2), determinando la concentración real según la (Ec), obteniendo una concentración de $2.53 \mu\text{g/L}$ de Pb(II).

Gráfica 6. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 3, con 5 adiciones de 10 µg/L de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0,992$.



Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

Tabla 4. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 3.

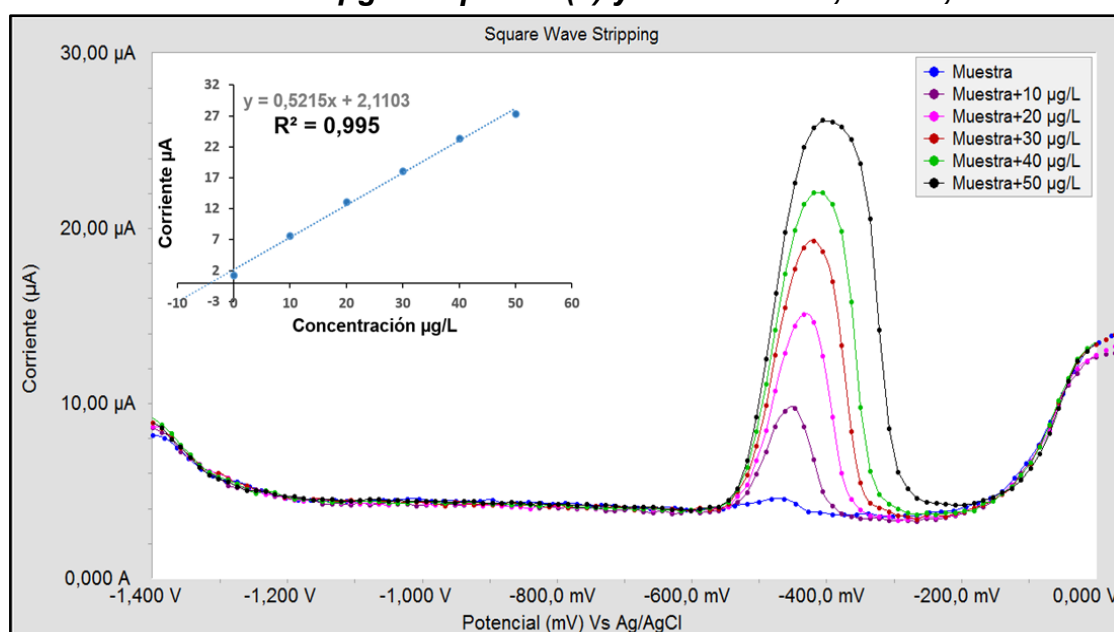
Muestra 3		
	Corriente (µA)	Corriente corregida (µA)
Blanco	3,355	0
Muestra	4,072	0,717
Muestra+10 µg/L Pb(II)	9,514	6,159
Muestra+20 µg/L Pb(II)	16,62	13,265
Muestra+30 µg/L Pb(II)	23,75	20,395
Muestra+40 µg/L Pb(II)	29,26	25,905
Muestra+50 µg/L Pb(II)	33,13	29,775

Fuente: Autores.

- **Muestra 4**

A partir de los datos de la Tabla 5 se realizó la curva de calibración con respecto a las concentraciones de Pb(II) adicionadas, obteniendo un $R^2 = 0.995$. Posteriormente se generó la regresión lineal (Gráfica 7), y se determinó la concentración de Pb(II) según el método de adición estándar (Ec 2) determinando la concentración real según la Ec , obteniendo una concentración de $6.75 \mu\text{g/L}$ de Pb(II).

Gráfica 7. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 4, con 5 adiciones de $10 \mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de $-1,4$ a 0 V , $R^2 = 0.995$.



Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

Tabla 5. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 4.

Muestra 4		
	Corriente (μA)	Corriente corregida (μA)
Blanco	4,075	0
Muestra	5,331	1,256
Muestra+10 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	11,76	7,685
Muestra+20 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	17,18	13,105
Muestra+30 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	22,18	18,105
Muestra+40 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	27,49	23,415
Muestra+50 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	31,4	27,325

Fuente: Autores.

4.2.2.3 Punto 3

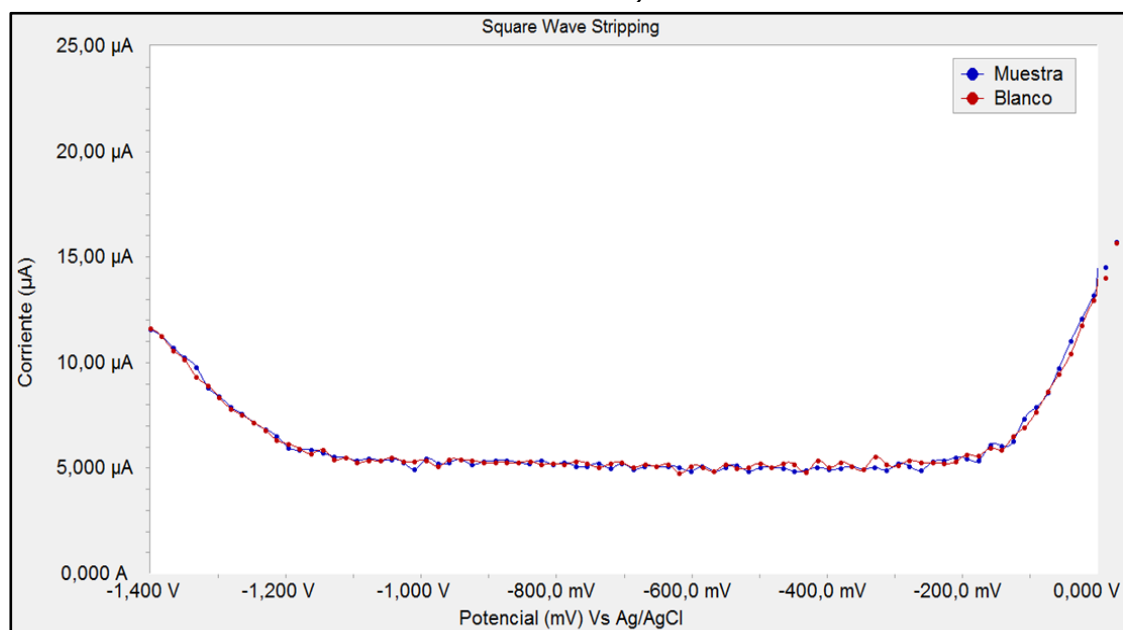
- Muestras 5 y 6**

Al realizar el barrido con SWASV, no aparece ningún pico en el voltograma dentro del rango de óxido reducción del plomo (II) (superponiendo la curva de la muestra sobre la curva del blanco) es decir, no se detectó la presencia de plomo en las muestras 5 y 6 como se evidencia en la Gráfica 8. Lo anterior nos indica que aguas arriba de la quebrada El Alisal, no se encuentran concentraciones de plomo (II) superiores a 1 $\mu\text{g/L}$, esto debido a que se trata del agua natural que brota directamente del páramo y no se encuentra contaminada por drenajes ácidos de mina (DAM).

A pesar de que no se hayan detectado concentraciones de plomo en las muestras del punto 3, no se descartó por completo su presencia, ya que posiblemente la técnica utilizada no alcanzó a detectar concentraciones de tipo ultra trazas, es decir, que si existieran concentraciones de plomo en las muestras 5 y 6, estas se encontrarían por debajo de las concentraciones mínimas detectadas. Experimentalmente, no se utilizó ninguna concentración de hexacianoferrato de potasio (III) para las muestras de este

punto, debido a que no se detectó tampoco la presencia de cobre como especie interferente sobre el plomo como se observa en la Tabla 8.

Gráfica 8. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 5 y 6, con barrido de -1,4 a 0 V.



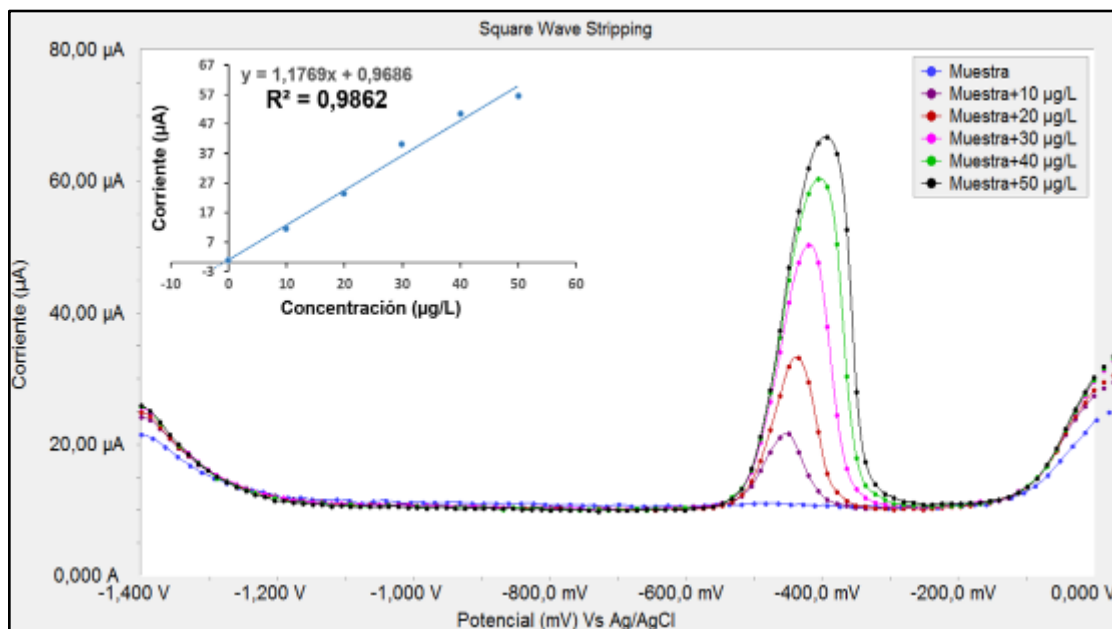
Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

4.2.2.4 Punto 4

- **Muestra 7**

A partir de los datos de la Tabla 6 se realizó la curva de calibración con respecto a las concentraciones de Pb(II) adicionadas, obteniendo un $R^2 = 0.9862$. Posteriormente se generó la regresión lineal (Gráfica 9), y se determinó la concentración de Pb(II) según el método de adición estándar (Ec 2) determinando la concentración real según la (Ec), obteniendo una concentración de $1.37 \mu\text{g/L}$ de Pb(II).

Gráfica 9. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 7, con 5 adiciones de 10 µg/L de plomo (II) y barrido de -1,4 a 0 V, $R^2 = 0.986$.



Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

Tabla 6. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 7.

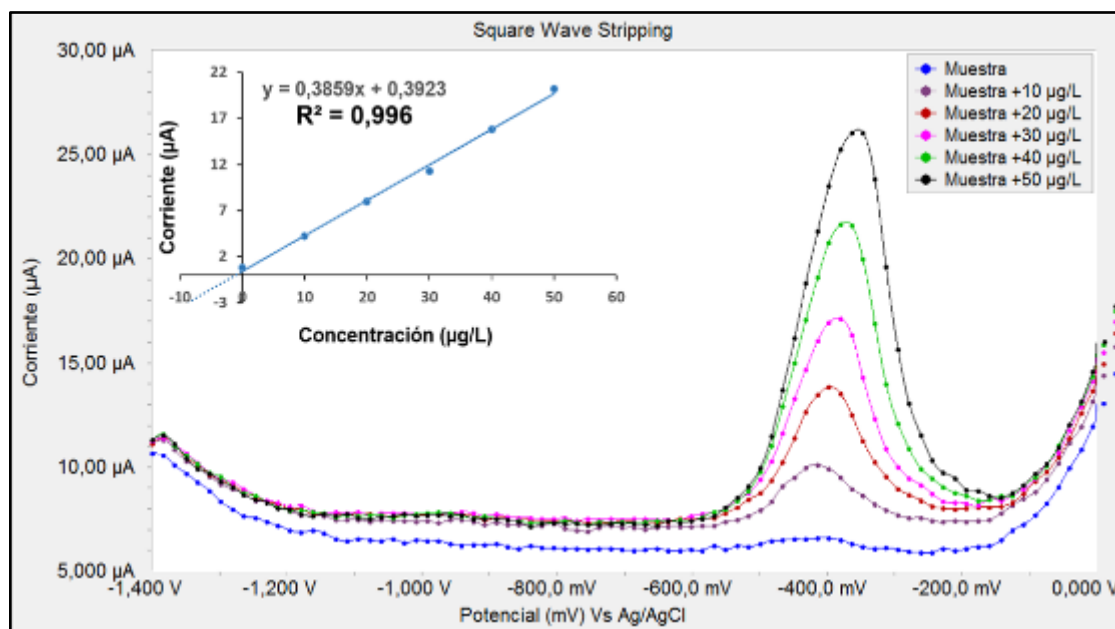
Muestra 7		
	Corriente (µA)	Corriente corregida (µA)
Blanco	10,15	0
Muestra	10,96	0,81
Muestra+10 µg/L Pb(II)	21,56	11,41
Muestra+20 µg/L Pb(II)	33,38	23,23
Muestra+30 µg/L Pb(II)	50,32	40,17
Muestra+40 µg/L Pb(II)	60,33	50,18
Muestra+50 µg/L Pb(II)	66,69	56,54

Fuente: Autores.

- **Muestra 8**

A partir de los datos de la Tabla 7 se realizó la curva de calibración con respecto a las concentraciones de Pb(II) adicionadas, obteniendo un $R^2 = 0.996$. Posteriormente se generó la regresión lineal (Gráfica 10), y se determinó la concentración de Pb(II) según el método de adición estándar (Ec 2), determinando la concentración real según la (Ec 3), obteniendo una concentración de $1.69 \mu\text{g/L}$ de Pb(II).

Gráfica 10. Voltagrama de SWASV y curva de calibración para la muestra 8, con 5 adiciones de $10 \mu\text{g/L}$ de plomo (II) y barrido de $-1,4$ a 0 V , $R^2 = 0.996$.



Fuente: Autores, Gamry Instruments framework.

Tabla 7. Datos de corriente corregida con respecto al blanco de la muestra 8.

Muestra 8		
	Corriente (μA)	Corriente corregida (μA)
Blanco	5,849	0
Muestra	6,627	0,778
Muestra+10 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	10,08	4,231
Muestra+20 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	13,82	7,971
Muestra+30 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	17,13	11,281
Muestra+40 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	21,63	15,781
Muestra+50 $\mu\text{g/L Pb(II)}$	26,05	20,201

Fuente: Autores.

4.2.2.5 Análisis general de resultados

- Según la Tabla 8, La cantidad de hexacianoferrato de potasio (III) utilizado en el análisis voltamétrico, disminuye cuando la concentración de plomo y cobre es menor en las muestras, ya que se utiliza una cantidad óptima de hexacianoferrato de potasio para el enmascaramiento de cobre, pues el uso de 0,3 mM de enmascarante para todas las muestras resulta en una dilución del analito.
- La cantidad de hexacianoferrato de potasio (III) utilizado en el análisis de las muestras, también es producto de la competencia por la electrodeposición sobre la película de bismuto, debido a que el cobre se óxido- reduce primero que el plomo, disminuyendo así la cantidad de bismuto disponible para que el plomo se oxido reduzca. Lo anterior se constituye en una interferencia, cuando el cobre está en mayores concentraciones, al variar las concentraciones de cobre se hace necesario variar la cantidad de hexacianoferrato de potasio (III).
- En la Tabla 8 se observa que las concentraciones de plomo (II) en las muestras 1 y 2, presenta una concentración similar, con concentraciones de 10,64 y 10,08

$\mu\text{g/L}$ respectivamente, indicando que la mina, en promedio, extrae agua con $10,36 \mu\text{g/L}$ de Pb(II) a la semana durante la jornada de trabajo.

Tabla 8. Resultados generales de la concentración de Pb(II) para cada muestra.

Punto de muestreo	No Muestra	Caudal promedio 8 h (L/s)	Concentración de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (mM)	Concentración de Pb(II) ($\mu\text{g/L}$)
1	1	2,51	0,3	10,64
	2	1,13	0,3	10,08
2	3	3,14	0,2	2,53
	4	2,38	0,2	6,75
3	5	1,68	0,0	0,00
	6	3,99	0,0	0,00
4	7	4,82	0,1	1,37
	8	6,37	0,1	1,69

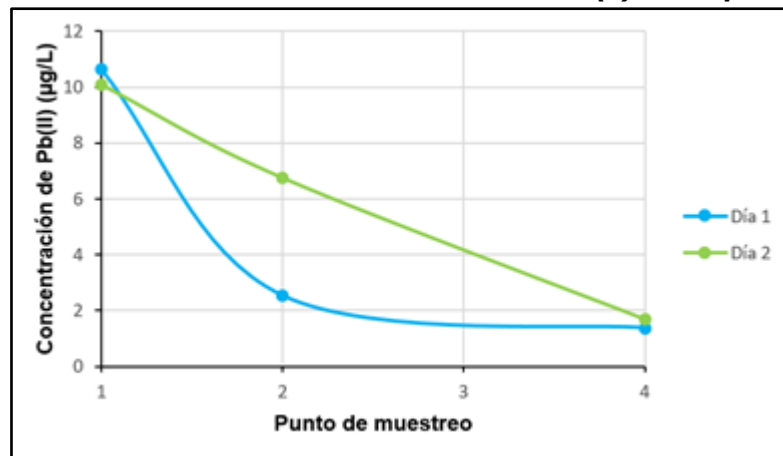
Fuente: Autores.

- Se observó que las concentraciones de plomo (II) disminuyeron significativamente del punto 1 al 2, (como se evidencia en la Tabla 8), obteniendo una diferencia de $3,33 \mu\text{g/L}$ en el día 1 y de $8,11 \mu\text{g/L}$ en el día 2. Lo anterior nos indica que la planta de tratamiento de aguas residuales de la mina, incide directamente sobre la disminución de la concentración de plomo (II) del vertimiento, ya que en campo no se observó ningún tipo de efluente adicional sobre el canal, descartando la dilución. La PTAR se compone de un sistema de floculadores, sedimentador y filtro de carbón antracita; en el proceso es adicionada soda caustica para el control del pH y la poliacrilamida como floculante, a una concentración de $0,3 \text{ g/L}$ para la remoción de la turbidez y otras partículas coloidales como iones metálicos, este floculante es ampliamente utilizado para la clarificación y tratamiento de aguas residuales de la minería de carbón. Lo que indica que la única etapa capaz de afectar la concentración de plomo es la floculación.
- La diferencia de la concentración de plomo evidenciada en el punto 2 sobre las curvas del día 1 y 2 de la Gráfica 11, se presentó debido a que el día 2 la adición del floculante en el sistema de tratamiento fue suspendido, debido a la baja

turbiedad que traía el efluente residual de la mina, incidiendo sobre la baja remoción de plomo obtenida en ese día.

- En la Gráfica 11 se observa que en el punto 4 las concentraciones de plomo son muy cercanas, a diferencia de las concentraciones del punto 2, donde en el día 2 es mucho mayor la concentración de plomo que en el día 1 con una diferencia de $4,22 \mu g/L$ de Pb(II). Esto es debido a que el caudal de la quebrada el Alisal en el punto 3 es mayor en el día 2 que en el día 1, generando una mayor dilución sobre la concentración de plomo (II) que trae el punto 2, reflejada en la concentración del punto 4, muestra 8.
- Las concentraciones de plomo (II) de las muestras 7 y 8 sobre la quebrada El Alisal, surgen por la confluencia del agua que trae la quebrada y el vertimiento puntual de la mina San José, arrojando una concentración de Plomo(II) de $1,37 \mu g/L$ el día 1 y $1,69 \mu g/L$ el día 2 (Tabla 8). Es decir, estas concentraciones de plomo son aquellas con la que la quebrada corre aguas abajo, lo que la hace un agua sanitariamente consumible en cuanto a concentraciones de plomo se refiere, según la Resolución 2115 de 2007.

Gráfica 11. Variación de la concentración de Pb(II) en el punto 1,2 y 4.



Fuente: Autores.

5. IMPACTO SOCIAL

Es claro que las actividades mineras generan grandes afectaciones ambientales y sanitarias, especialmente si son efectuadas en ecosistemas tan vulnerables como los páramos. Actualmente, según la Agencia Nacional Minera en el departamento de Cundinamarca existen 1.013 licencias mineras de carbón activas, de las cuales 37 se encuentran en el municipio de Cogua y algunas de ellas se encuentran dentro de zonas de páramo. Debido a la extracción de carbón y a la composición de este y el suelo, se pueden liberar metales pesados (como el plomo), sobre uno de los recursos naturales más importantes, el recurso hídrico. Lo dicho anteriormente, puede representar un riesgo, ya que en el Páramo Guerrero existen afluentes que están destinados para abastecer poblaciones o sistemas de riego; esto puede generar a largo plazo afectaciones a la salud dependiendo de la concentración y el tiempo de exposición.

Por medio de la determinación de plomo se pretende comprobar que por causa de los DAM producidos en una mina de carbón, se liberan metales pesados sobre el recurso hídrico, la cuantificación de concentraciones de plomo sobre el agua es una herramienta de control y seguimiento de la calidad del vertimiento que genera la actividad productiva, específicamente en el páramo Guerrero, así como en otras zonas donde se realicen vertimientos por minas de carbón.

Adicionalmente, las técnicas para la determinación de metales pesados son generalmente muy costosas, cuentan con equipos bastante complejos y tienen altos límites de detección, por lo tanto el desarrollo de la técnica electroquímica expuesta en este proyecto se brinda una alternativa a determinación de metales pesados diferente a las técnicas convencionales, ya que es más económica, rápida y requiere de equipos menos complejos. Además, la técnica alcanza bajos límites de detección para el análisis de trazas y ultra trazas. Así pues, con este proyecto también se pretende incentivar a la comunidad científica a la implementación de las técnicas voltamétricas, para que genere investigación relacionada con la determinación de contaminantes en diferentes matrices.

6. CONCLUSIONES

- La técnica de voltametría de onda cuadrada con redisolución anódica y deposición de Bi (III) es rápida y con bajos límites de detección a la hora de evaluar concentraciones traza de iones metálicos en muestras de agua, ya que en este proyecto se logró detectar concentraciones de hasta aproximadamente $1 \mu\text{g/L}$ de Pb(II), a diferencia de las técnicas comúnmente utilizadas como la espectrofotometría de absorción atómica que puede llegar a detectar una concentración mínima de $20 \mu\text{g/L}$ de Pb(II).
- El uso de los electrodos elaborados en laboratorio (como el electrodo de referencia de Ag/AgCl con punta de Pt y el electrodo de trabajo de mina de grafito 2H), para la determinación voltamétrica de Pb(II) en agua, resulta ser una alternativa bastante económica y confiable, pues en este proyecto se obtuvieron resultados con baja diferencia en la respuesta de corriente de los voltagramas obtenidos en el análisis de cada muestra y el costo de fabricación de cada uno de los electrodos no excedió los 3000 COP por unidad.
- El bismuto utilizado para la modificación del electrodo de trabajo en voltametría de redisolución anódica, resulta ser una alternativa de las técnicas voltamétricas que utilizan la deposición de mercurio y el electrodo de gota colgante de mercurio para la detección de plomo, ya que permite disminuir el límite de detección de la técnica y es un metal con bajo impacto ambiental debido a su baja toxicidad.
- En este proyecto se comprobó que efectivamente existe una generación de drenajes ácidos de mina por parte de la minería de carbón ubicada en páramo, ya que se encontraron concentraciones de plomo y la presencia de otros metales como el hierro y el cobre en las muestras de agua.
- Se detectaron concentraciones de Pb(II) de $2,53 \mu\text{g/L}$ y $6,75 \mu\text{g/L}$ en las muestras de los días 1 y 2 del punto de vertimiento de la mina sobre la quebrada el Alisal, cumpliendo satisfactoriamente con el artículo 10 de la Resolución 631 de 2015, que estipula un límite máximo permisible de $200 \mu\text{g/L}$ de plomo en vertimientos de actividades mineras de extracción de carbón de piedra y lignito sobre aguas superficiales.
- La planta de tratamiento de la mina San José influye directamente sobre la concentración de plomo del agua residual, debido a que el sistema cuenta con un proceso de floculación con poliacrilamida, capaz de remover pequeñas concentraciones de iones metálicos.

7. RECOMENDACIONES

- Se recomienda seguir utilizando la técnica voltametría de redisolución anódica para el análisis de las concentraciones de otros metales de interés ambiental en los vertimientos de drenajes ácidos provenientes de minería ubicada en páramo, ya que los drenajes ácidos suelen contener una amplia cantidad de metales disueltos que pueden estar afectando los cuerpos de agua receptores.
- Se recomienda aplicar la técnica de voltametría de redisolución anódica para la determinación de metales pesados en otras matrices como lo son el suelo, sedimentos y alimentos.
- Se recomienda seguir investigando la elaboración de electrodos de bajo costo, implementando materiales conductivos y de bajo efecto ambiental para la determinación de plomo y otros metales en solución acuosa, haciendo más asequibles los análisis de metales en aguas.
- Se recomienda que en otros proyectos se amplíe la investigación del contenido de plomo en los vertimientos de otras minas de carbón, analizando sus consecuencias a largo plazo sobre la salud de la población que consume aguas contaminadas con drenajes ácidos de mina. Además de evaluar la posible relación de las enfermedades que presenta la población aledaña a las zonas mineras, con el contenido de metales en el agua.

8. BIBLIOGRAFÍA

- [1] R. López, J. Granados and A. Poveda, "Diagnóstico minero en Cundinamarca," Bogotá, 2018.
- [2] H. Bermudez and C. Castillo, "Evaluación de los procesos socio ambientales en el entorno local del páramo de Guerrero," Bogotá, 2016.
- [3] J. De la Hoz, "Derecho y política de páramos en Colombia, una mirada desde la justicia ambiental. Análisis del páramo Guerrero, Cundinamarca.," Bogotá, 2017.
- [4] C. d. Colombia, "Ley 1382 de 2010 por el cual se modifica la ley 685 de 2001 código de minas," Bogotá, 2010.
- [5] C. a. R. d. Cundinamarca, "Acuerdo 22 de 2009 por el cual se declara como reserva forestal protectora y distrito de manejo integral (DMI) al paramo Guargua y Laguna Verde y se adoptan otras determinaciones," 2009.
- [6] H. González, "Disoñando el páramo con su gente Estudio de Caso: Delimitación del páramo de Guerrero, Cundinamarca, Colombia," Bogotá, 2019.
- [7] F. Moore and A. Esmaeili,, "Mineralogy and geochemistry of the coals from the Karmozd and Kiasar coal mines, Mazandaran province, Iran," *Mineralogy and geochemistry of the coals from the Karmozd and Kiasar coal mines, Mazandaran province, Iran*, pp. 9-21, 2012.
- [8] H. Li, "Distribution of heavy metals and metalloids in bulk and particle size fractions of soils from coal mine brownfield and implications on human health," *Distribution of heavy metals and metalloids in bulk and particle size fractions of soils from coal mine brownfield and implications on human health*, pp. 505-515, 2017.
- [9] M. Azcona, R. Ramírez and G. Vicente, "Efectos tóxicos del plomo," *Efectos tóxicos del plomo*, vol. 1, p. 74, 2015.
- [10] S. Gómez, E. Soria and M. Vivó, "Análisis electroquímico," *Análisis electroquímico*, vol. 51, no. 1, Enero 2002.
- [11] F. Arduini, J. Quintana, A. Amine, G. Palleschi and D. Moscone, "Bismuth-modified electrodes for lead detection," *Bismuth-modified electrodes for lead detection*, vol. 11, pp. 1295-1296, 2010.
- [12] J. Emsley, "Nature's Building Blocks, An A-Z Guide to the Elements," *Nature's Building Blocks, An A-Z Guide to the Elements*, 2011.

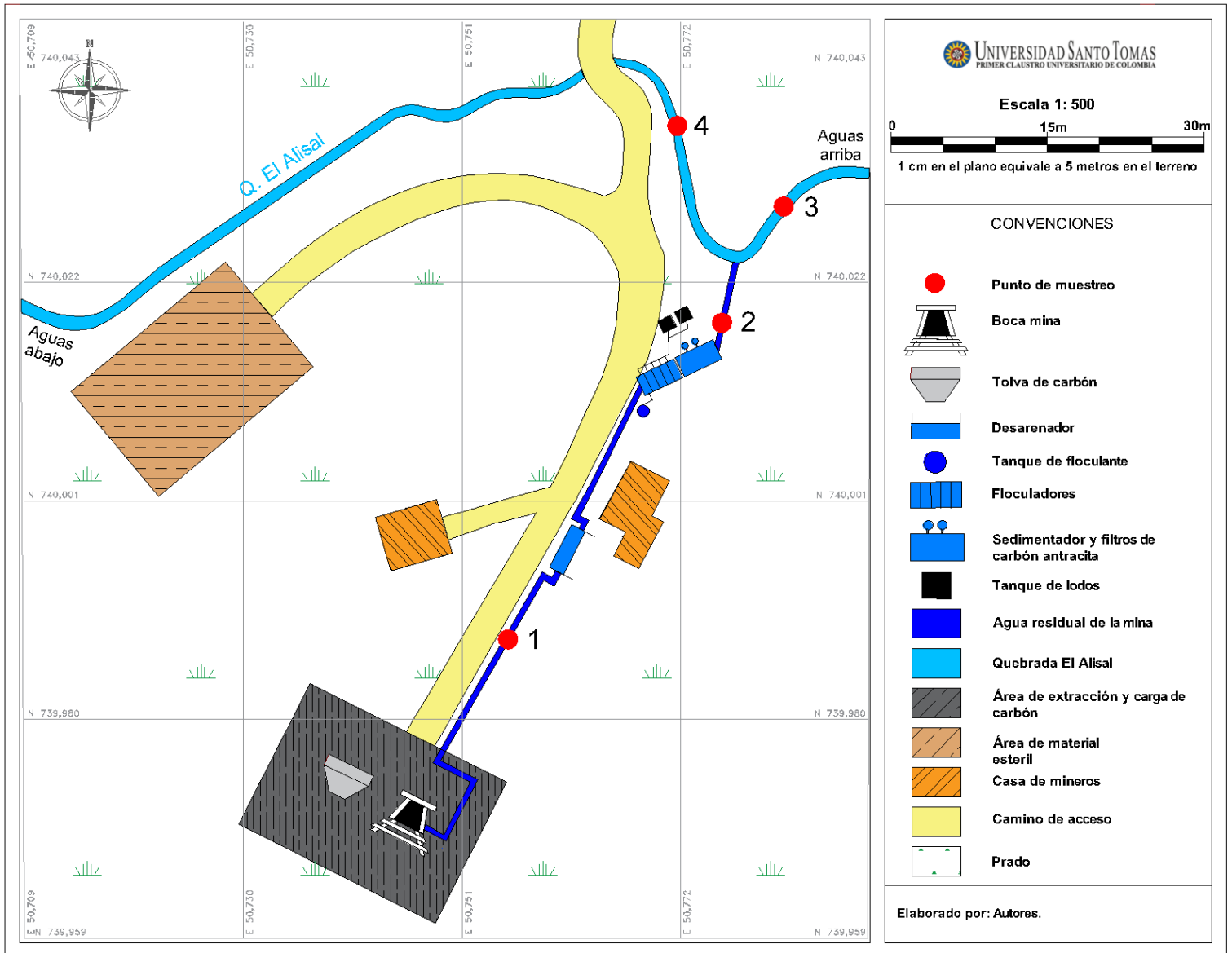
- [13] M. Valdivia, "Intoxicación por plomo," *Intoxicación por plomo*, 2005.
- [14] OMS, "Intoxicación por plomo y salud," 23 Agosto 2018. [Online]. Available: <https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/lead-poisoning-and-health>. [Accessed 6 Febrero 2019].
- [15] Y. Han, "Geochemical and ecotoxicological characteristics of stream water and its sediments affected by acid mine dreainage," *Catena*, vol. 148, pp. 52-59, 2017.
- [16] M. R, "Influencia de los minerales de los jales en la bioaccesibilidad de arsénico, plomo, zinc y cadmio en el distrito minero Zimapán," *Int. Contam. Ambient*, p. 5, 2019.
- [17] U. d. Málaga, "Galena," [Online]. Available: <http://www.uciencia.uma.es/Coleccion-cientifico-tecnica/Mineralogia/Galeria/Galena>. [Accessed 9 Febrero 2019].
- [18] G. Nasymov, "Chemical, morphological, and kinetic study of lead extraction from the Koni Mansur polymetallic deposit," *Hydrometallurgy*, vol. 183, pp. 159-165, 2019.
- [19] D. Gaspar, "Algunas consideraciones sobre la presencia de sulfuros metálicos en los áridos," *Mastercontrucc revistas*, pp. 29-30, 2017.
- [20] D. Barettino, J. Loredó and F. Pendás, "Procesos geoquímicos en aguas ácidas por meteorización de sulfuros," *Instituto geológico y minero de España*, 2005.
- [21] B. Öhlander, A. Qureshi and C. Maurice, "Potential of coal mine waste rock for generating acid mine drainage," *Journal of Geochemical Exploration*, vol. 160, pp. 44-54.
- [22] D. Bellinger, "Lead contamination in flint-An abject failure to protect public health," *The New England Journal of Medicine*, vol. 374, p. 1101, 2016.
- [23] "Geoquímica de metales pesados en suelos de la cuenca del río Bogotá," Bogotá, 2004.
- [24] M. Márquez, "Mineralogía del proceso de biodesulfurización de carbones provenientes de la zona río Guachinte-río Asnazú (Valle del Cauca y Cauca)," *Universidad Nacional de Colombia*, 2008.
- [25] P. Atkins and J. Paula, "Química Física," in *Química Física*, Buenos Aires, Panamericana, 2008, p. 940.
- [26] M. Armienta, M. Litter and S. Farías, "Metodologías analíticas para la determinación y especiación de arsénico en aguas y suelos," in *IBEROARSEN*, Buenos Aires, 2009.
- [27] D. Skoog, D. West and J. Holler, "Fundamentos de química analítica," in *Fundamentos de química analítica*, Barcelona, 2001, p. 473.

- [28] J. Dickson, "Química," in *Enfoque Ecológico*, Limusa, 1995.
- [29] J. Tafur, "Determinación de metales pesados Cd,Pb y Hg mediante voltametría de redisolución anódica, en aguas residuales mineras (Distrito minero Portovelo-Zaruma)," no. 1, pp. 35-38, 2016.
- [30] A. Camargo, W. Aperador, A. Rios, C. Ortiz and E. Vera, "Caracterización Mediante Espectroscopia de Impedancia Electroquímica de Películas Anódicas Crecidas Sobre Al 2024-T3," *Revista Colombiana de Física*, p. 262, 2009.
- [31] D. Demetriades, A. Economou and A. Voulgaropoulos, "A study of pencil lead bismut film electrodes for the determination of trace metals by anodic stripping voltammetry," *Analytica Chimica Acta*, vol. 519, no. 2, pp. 167-172, 2004.
- [32] K. Hamsawahini, "A sensitive, selective and rapid determination of lead (II) ions in real life samples using an electrochemically reduced graphene oxide graphite reinforced carbon electrode," *Talanta*, vol. 144, pp. 969-976, 2015.
- [33] G. David , D. Popa and M. Buleandra, "Pencil Graphite Electrodes: A Versatile Tool in Electroanalysis," *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, Enero 2017.
- [34] P. Tavares and P. Barbeira, "Influence of pencil lead hardness on voltammetric response of graphite reinforcement carbon electrodes," *J Appl Electrochem*, vol. 38, pp. 827-832, 2008.
- [35] N. Mouhamed, "Determination of lead in water by linear sweep anodic stripping voltammetry (LSASV) at unmodified carbon paste electrode: optimization of operating parameters," *American Journal of Analytical Chemistry*, vol. 38, no. 6, pp. 171-186, 2018.
- [36] J. Estrada, "Electrodos de pasta de carbón modificados con residuos de café para cuantificar metales pesados en solución acuosa," Ciudad de Mexico, 2012.
- [37] M. Morales, "Desarrollo y aplicación de nuevas metodologías analíticas para la determinación de contaminantes ambientales (Metales pesados y benceno pireno)," 2014.
- [38] S. Lee, "Electrochemical deposition of bismuth on activated graphene-nafion composite for anodic stripping voltammetric determination of trace heavy metals," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 215, pp. 62-69, 2015.
- [39] D. Mejia and H. Romero, "Aplicación de técnicas electroanalíticas en la determinación de cadmio en agua potable," Machala, 2015.
- [40] B. Lenguas, "Aforos por dilución," Bogotá, 1990.
- [41] A. Gaston and M. Del Valle, "Easy to make Ag/AgCl reference electrode," *Journal of Chemical Education*, vol. 77, no. 1, p. 97, Enero 2000.

- [42] V. Mircesk, S. Skrzypek and L. Stojanov, "Square wave voltammetry," *Springer Nature Switzerland*, pp. 6-7, 2018.
- [43] "Square-wave voltammetry," Oak Ridge, 2018.
- [44] L. Hernández and C. González, *Introducción al análisis instrumental*, Barcelona: Ariel S.A.S, 2002.
- [45] O. Kadara and I. Tothill, "Resolving the copper interference effect on the stripping chronopotentiometric response of lead(II) obtained at bismuth film screen-printed electrode," 2005. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com.crai-ustadigital.usantotomas.edu.co/science/article/pii/S003991400500038X>.
- [46] H. Christen, *Fundamentos de la química general e inorganica*, vol. 1, Reverte, 1977, pp. 742-744 .

ANEXOS

A.1 Mapa: Ubicación de los puntos de muestreo sobre la quebrada el Alisal y mina San José.



A.2 Formatos de campo toma de muestras.

Muestra 1

Punto 1,1



INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES
 Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02
Página: 1 de 1			

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

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio): ☐☐☐☐

RESPONSABLE DEL MUESTREO: David González FIRMA: [Firma]

FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 HORA (hh:mm): 09:30 pm

CORRIENTE: Ventido mina Caribá MUNICIPIO: Cogua AREA OPERATIVA: ☐

ESTACIÓN: Veta Lugo CÓDIGO ESTACIÓN: 2703324

LATITUD 05°03'46" LONGITUD 74°06'54" ALTITUD ☐☐☐ msnm MIRA ☐☐☐ cm

pH 6.48 Temp. 29.5°C Turbidez 230 NTU C.E. 0126.0 µS/cm

O.D. sonda: ☐☐☐ mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒

OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 1: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 1: ☐☐☐ mg/L

Vol. Alícuota 2: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 2: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 2: ☐☐☐ mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR *

Parámetro	Submuestra	DOO	COT	Amonio	NIT	Fosf	DBO	Nitrato	Nitró	Sulfato	Cloruro	S. Suspend.	S. Sediment.	SAM	Conductividad	Turbidez	Fosfato Total	Grasas y Ac.	Microcarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Bario	Cadmio	Calcio	Cobre	Cromo total	Dureza	Hierro	Manganeso	Níquel	Plata	Plomo	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Coliformes	Otros:		
MUESTRA	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	
REPICA	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72
ADICIONADO	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73
TESTIGO	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	
BLANCO	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	
Otro																																											

* Marcar con X las casillas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras.

Código	Submuestra	Nombre	Recipiente	Levado con	Preservación (Refrigeración y...)
21-25	...	en Plástico o vidrio	P o V	sin ácido	SI
31-35	...	en Vidrio	Vidrio	HCl	SI
41-45	X	en P o V, pH=2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃	pH=2 con HNO ₃
71-75	...	en P o V, pH=2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄	pH=2 con H ₂ SO ₄
81-85	...	en P o V, pH >12 con NaOH	Plástico	sin ácido	pH >12 con NaOH
101-105	...	en P o V, pH >12 con NaOH o AcO ₂ H	Plástico	sin ácido	AcO ₂ H (10-30 gotas) y pH >12 NaOH
121-125	...	en Vidrio, pH=2 en HCl	Vidrio ancho	HCl	pH=2 con HCl o H ₂ SO ₄
171-175	...	en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃	1 ml K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes Partículas olor No otros Caribá

Nubosidad 5 ☐ Precipitación durante el muestreo ☒

Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Mina de Caribá</u>
Población	☒	Tipo	<u>Ciudad (>20 000 hab)</u>
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☐ ☒ Cual: _____

Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☐ ☒ Cual: _____

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 Cantidad de paquetes enviados: 01

Forma de transporte: Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro: _____ Empresa: _____

Muestra 2

Punto 11

	INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES				
	Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02	Página: 1 de 1

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio): ☐☐☐☐
 RESPONSABLE DEL MUESTREO: Lisseth Andrey Salamanca FIRMA: 
 FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 HORA (hh:mm): 08:00 am
 CORRIENTE: Vertido mina Carbón MUNICIPIO: Cogotá ÁREA OPERATIVA: ☐
 ESTACIÓN: Veta Larga CÓDIGO ESTACIÓN: 21205324
 LATITUD 03° 07' 46" LONGITUD 74° 08' 54" ALTITUD ☐☐☐ msnm MIRA ☐☐☐ cm
 pH 6.10 Temp. 29.1°C Turbidez 370 NTU C.E. 0120 µS/cm
 O.D. sonda: ☐☐☐ mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒
 OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 1: ☐☐☐ mL O.D Winkler 1: ☐☐☐ mg/L
 Vol. Alícuota 2: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 2: ☐☐☐ mL O.D Winkler 2: ☐☐☐ mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR *

Parámetro:		SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANALISIS A EFECTUAR *																																Otros:												
Submuestra:	MUESTRA	DO	COT	Amonio	NIT	Fosfo	DBO	Nitrato	Nitrilo	Sulfato	Cianuro	S. Suspend.	S. Sediment.	SAAM	Conductividad	Turbidez	Fosfato	Fosforo Total	Grasas y Ac.	Hidrocarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Bario	Cadmio	Calcio	Cobre	Cromo total	Dureza	Hierro	Manganeso	Niquel	Plata	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Coliformes						
REFLJA	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	
ADICIONADO	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72
TESTIGO	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73
BLANCO	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74
Otro	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75

* Marcar con X las casillas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras:

Código	Submuestra	Recipientes	Preservación
	Nombre	Material	(Refrigeración y...)
21-25	... en Plástico o vidrio	P o V	Sin ácido
31-35	... en Vidrio	Vidrio	HCl
41-45	... en P o V, pH<2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃
71-75	... en P o V, pH<2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄
81-85	... en P o V, pH>12 con NaOH	Plástico	Sin ácido
101-105	... en P o V, pH>9 con NaOH o AcO ₂ N	Plástico	Sin ácido
121-125	... en Vidrio, pH<2 en HCl	Vidrio ancho	HCl
171-175	... en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes 3 raras diar No otros Carbón

Nubosidad ☒ Precipitación durante el muestreo ☒

Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Minería de Carbón</u>
Población	☒	Tipo	Ciudad (>20 000 hab)
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☒ Cual: _____

Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☒ Cual: _____

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 Cantidad de paquetes enviados: 01

Forma de transporte, Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro _____ Empresa _____

Punto 2.1

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio): ☐☐☐☐
RESPONSABLE DEL MUESTREO: David Gonzalez FIRMA: 
FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 23/01/2019 HORA (hh:mm): 09:30 am
CORRIENTE: Post-trikumenomina MUNICIPIO: Cagua AREA OPERATIVA: ☐
ESTACIÓN: Veta Larga CÓDIGO ESTACIÓN: 21203324
LATITUD 05° 07' 46" LONGITUD 74° 00' 31" ALTITUD ☐☐☐ msnm MIRA ☐☐ cm
pH 6.7 Temp. 29.4 °C Turbidez 16.7 NTU C.E. 0.149 µS/cm
O.D. sonda: ☐☐☐ mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒
OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 1: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 1: ☐☐☐ mg/L
Vol. Alícuota 2: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 2: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 2: ☐☐☐ mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR *		Otro:	
Parámetro			
Sistema de Muestra	DQO		
	DOT		
	Amonio		
	NH ₄ N		
	Fenol		
	DBO		
	Nitrato		
	Nitró		
	Sulfato		
	Cloruro		
	S. Suspens.		
	S. Sediment.		
	SAAM		
	Conductividad		
	Turbidez		
	Fosfato		
	Fósforo Total		
	Grasas y Ac.		
	Harrocarburos		
	Cianuro		
	Sulfuro		
	Mercurio		
	Cromo VI		
	Aluminio		
	Bario		
	Cadmio		
	Calcio		
	Cobre		
	Cromo total		
	Dureza		
	Hierro		
	Manganeso		
	Níquel		
	Plata		
	Pb		
	Potasio		
	Selenio		
	Sodio		
	Zinc		
	Coliformes		
Otro:			

* Mamar con Y las reglas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras:

Submuestras		Receptáculos		Preservación (Refrigeración y...)
Código	Nombre	Material	Llenado con	
21-25	... en Plásticos o vidrio	P o V	Sin ácido	SI
31-35	... en Vidrio	Vidrio	HCl	SI
61-65	X en P o V, pH<2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃	pH<2 con HNO ₃
71-75	en P o V, pH=2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄	pH=2 con H ₂ SO ₄
81-85	en P o V, pH=12 con NaOH	Plástico	Sin ácido	pH=12 con NaOH
101-105	en P o V, pH=9 con NaOH o AcOZn	Plástico	Sin ácido	AcOZn (10-30 gotas) y pH=9 NaOH
121-125	en Vidrio, pH=2 en HCl	V boca ancha	HCl	pH=2 con HCl o H ₂ SO ₄
171-175	en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃	1 mL K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes ☒ No ☐ Sí color NO otros Ninguno
 Nubosidad 5 ☐ Precipitación durante el muestreo ☐ ☒ ☐
 Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☐	☒ Tipo	
Ganadería	☐	☒ Tipo	
Industria	☒	☐ Tipo	<u>Mina de Carbón</u>
Población	☐	☒ Tipo	☐ Ciudad (>20 000 hab.) ☐ Pueblo ☐ Caserio ☐ Casa ☐ Población estimada:
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas:	☒	Cual:
Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes:	☒	Cual:

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 73 / 01 / 2019 Cantidad de paquetes enviados: 01

Forma de transporte. Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro ☐ Empresa _____

Muestra 4

Punto 2.2

	INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES				
	Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia				
	Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02	Página: 1 de 1

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

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio): ☐☐☐☐
 RESPONSABLE DEL MUESTREO: Luzeth Adelia Salamanca FIRMA: [Firma]
 FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 HORA (hh:mm): 05:20 pm
 CORRIENTE: Post-Tratamiento Agua MUNICIPIO: Copepe AREA OPERATIVA: ☐☐
 ESTACIÓN: Veta Larga CÓDIGO ESTACIÓN: 2705524
 LATITUD 05°07'46" LONGITUD 74°00'52" ALTITUD ☐☐☐ msnm MIRA ☐☐☐ cm
 pH 7.6 Temp. 29.1°C Turbidez 2.6 NTU C.E. 0.161 µS/cm
 O.D. sonda: ☐☐☐ mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒
 OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 1: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 1: ☐☐☐ mg/L
 Vol. Alícuota 2: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 2: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 2: ☐☐☐ mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR A

Submuestra			SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANALIZADAS SEPARADAMENTE																														Otros														
MUESTRA			DOO	COT	Amonio	NKT	Fenol	DBO	Nitrato	Nitrato	Sulfato	Cloruro	S. Suspens.	S. Sediment.	SAAM	Conductividad	Turbidez	Fosfato	Fosforo Total	Grasas y Ac.	Hidrocarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Bario	Cadmio	Cobalto	Cobalto	Cromo total	Cuanta	Hierro	Manganeso	Niquel	Potasio	Plomo	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Celulosa	Otros				
REPICA			71	71																																											
ADICIONADO			72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	
TESTIGO			73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73
BLANCO			74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74
Otro			75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75

A Marcar con X las casillas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras:

Código	Submuestra	Material	Preservación (Refrigeración y...)
21-25	... en Plástico o vidrio	P o V	Si
31-35	... en Vidrio	Vidrio	Si
41-45	... en P o V, pH<2, con HNO ₃	Plástico	pH<2 con HNO ₃
51-55	... en P o V, pH<2, con H ₂ SO ₄	Plástico	pH<2 con H ₂ SO ₄
61-65	... en P o V, pH<2, con NaOH	Plástico	pH<2 con NaOH
71-75	... en P o V, pH<2, con NaOH o AcOH	Plástico	AcOH (10-30 g/L) y pH<2 NaOH
81-85	... en Vidrio, pH<2 en HCl	Vidrio ancho	pH<2 con HCl o H ₂ SO ₄
91-95	... en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	1 mL K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes Si olor No otros Pocas partículas carbon
 Nubosidad Si Precipitación durante el muestreo ☒
 Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Muestra de carbon</u>
Población	☐	Tipo	<u>Ciudad (>20 000 hab)</u>
Otras	☐		

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☒ Cual:
 Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☒ Cual:

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 Cantidad de paquetes enviados: 01
 Forma de transporte: Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro Empresa

Muestra 5

Punto 3.1

	INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02
	Página: 1 de 1			
FORMATO DE CAPTURA DE DATOS DE CAMPO PARA AFORO Y TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL				

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio): ☐☐☐☐
 RESPONSABLE DEL MUESTREO: David Gonzalez FIRMA: 
 FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 23/01/2004 HORA (hh:mm): 10:12 am
 CORRIENTE: C quebrada el Aliso MUNICIPIO: Cogua AREA OPERATIVA: ☐
 ESTACIÓN: Veta larga CÓDIGO ESTACIÓN: 21205524
 LATITUD 05°02'43" LONGITUD 74°00'31" ALTITUD ☐☐☐ msnm MIRA ☐☐
 pH 08.30 Temp. 08.1°C Turbidez 004 NTU C.E. 0013.0 µS/cm
 O.D. sonda: ☐☐☐ mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒
 OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 1: ☐☐☐ mL O.D Winkler 1: ☐☐☐ mg/L
 Vol. Alícuota 2: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 2: ☐☐☐ mL O.D Winkler 2: ☐☐☐ mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR *

Problema		SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANALISIS A EFECTUAR																																Otros:																	
Submuestra: MUESTRA		DOO	COT	Amonia	NH4	Fenol	DBO	Nitrato	Nitrato	Sulfato	Cianuro	S. Suspended	S. Sediment.	SAAM	Conductividad	Turbidez	Fosfato	Fosfato Total	Grasas y AC.	Hidrocarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Cadmio	Calcio	Cobre	Cromo total	Dureza	Hierro	Manganeso	Niquel	Plata	Plomo	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Coliformes											
		71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71	71				
REPULSA		72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72			
ADICIONANDO		73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	
TESTIGO		74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	
BLANCO		75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Otro																																																			

* Marcar con X las casillas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras:

Código	Submuestra	Nombre	Recipiente		Preservación (Refrigeración y...)
			Material	Lavado con	
21-25	...	en Plástico o vidrio	P o V	Sin ácido	Si
31-35	...	en Vidrio	Vidrio	HCl	Si
41-45	X	en P o V, pH=2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃	pH=2 con HNO ₃
71-75	...	en P o V, pH=2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄	pH=2 con H ₂ SO ₄
81-85	...	en P o V, pH=12 con NaOH	Plástico	Sin ácido	pH=12 con NaOH
101-105	...	en P o V, pH=8 con NaOH o AcO ₂ N	Plástico	Sin ácido	AcO ₂ N (10-30 g/l) y pH=8 NaOH
121-125	...	en Vidrio, pH=2 con HCl	V boca ancha	HCl	pH=2 con HCl o H ₂ SO ₄
171-175	...	en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃	1 mL K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes No olor No otros Ninguno

Nubosidad 5 Precipitación durante el muestreo ☒

Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Mina de Carbón</u>
Población	☒	Tipo	<u>Ciudad (>20 000 hab)</u>
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☒ Cual: _____

Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☒ Cual: _____

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 23/01/2004 Cantidad de paquetes enviados: 01

Forma de transporte: Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro _____ Empresa _____

Muestra 6

Punto 3.2

	INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02
	PÁGINA: 1 de 1			
FORMATO DE CAPTURA DE DATOS DE CAMPO PARA AFORO Y TOMA DE MUESTRAS DE AGUA SUPERFICIAL				

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio):
 RESPONSABLE DEL MUESTREO: Lisseth Andrea Salazar FIRMA: [Firma]
 FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 HORA (hh:mm): 08:42 pm
 CORRIENTE: Quebrada el Alisal MUNICIPIO: Cogua ÁREA OPERATIVA: ☐
 ESTACIÓN: Veta Larga CÓDIGO ESTACIÓN: 23703524
 LATITUD 05°07'46" LONGITUD 74°00'51" ALTITUD msnm MIRA ☐ cm
 pH 08.01 Temp. 08.0 °C Turbidez 005 NTU C.E. 0019.0 µS/cm
 O.D. sonda: mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒
 OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: mL Vol. Tiosulfato 1: mL O.D Winkler 1: mg/L
 Vol. Alícuota 2: mL Vol. Tiosulfato 2: mL O.D Winkler 2: mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR *

Submuestra		MUESTRA																														OTROS														
MUESTRA		DQO	COT	Amonio	NH4	Fosf	DBP	Nitrato	Nitró	Sulfato	Cianuro	S. Suspend.	S. Sediment.	SAAM	Conductividad	Turbidez	Fósforo Total	Grasas y Ac.	Heptocarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Bario	Cadmio	Cobalto	Cobalto	Cromo total	Dureza	Hierro	Manganeso	Níquel	Plata	Pomo	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Coliformes	Otros:					
REPÚCA		72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	
ADICIONADO		73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73	73
TESTIGO		74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74	74
BLANCO		75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Otro:																																														

* Marcar con X las casillas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras:

Código	Submuestra	Receptor	Preparación (Refrigeración y...)
21-25	... en Plástico o vidrio	P o V	Sin ácido
31-35	... en Vidrio	Vidrio	HCl
41-45	X en P o V, pH < 2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃
51-55	... en P o V, pH < 2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄
61-65	... en P o V, pH > 12, con NaOH	Plástico	Sin ácido
71-75	... en P o V, pH > 12, con NaOH o AcOZn	Plástico	Sin ácido
81-85	... en Vidrio, pH < 2 en HCl	Vidrio	HCl
91-95	... en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes No olor No otros Ninguno

Nubosidad ☒ Precipitación durante el muestreo ☒

Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Mina de Carbón</u>
Población	☒	Tipo	<u>Ciudad (>20 000 hab)</u>
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☒ Cual:

Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☒ Cual:

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 Cantidad de paquetes enviados: 01

Forma de transporte: Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro Empresa

Muestra 7

Punto 4.1

	INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia			
	Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02
	PÁGINA: 1 de 1			

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio):
 RESPONSABLE DEL MUESTREO: David González FIRMA: [Firma]
 FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 23/01/2019 HORA (hh:mm): 10:14 am pm
 CORRIENTE: Quebrada el Alisal MUNICIPIO: Cogua ÁREA OPERATIVA: ☐
 ESTACIÓN: Veta larga CÓDIGO ESTACIÓN: 2105524
 LATITUD 05° 09' 46.5" LONGITUD 74° 00' 51" ALTITUD msnm MIRA cm
 pH 6.49 Temp 28.9°C Turbidez 0.0 NTU C.E. 0.00 µS/cm
 O.D. sonda: mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒
 OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: mL Vol. Tiosulfato 1: mL O.D Winkler 1: mg/L
 Vol. Alícuota 2: mL Vol. Tiosulfato 2: mL O.D Winkler 2: mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR ^A

Parámetro:			SUBSTRATOS TOMADAS Y ANALISIS A EFECTUAR																																Otros:												
Substrate:	DQO	COT	Amonio	NH4	Fenol	DBO	Nitrato	Nitrito	Sulfato	Cloruro	S. Suspended.	S. Sediment.	SAAM	Conductividad	Turbidez	Fosfato	Fosforo Total	Grasas y Ac.	Hidrocarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Bario	Cadmio	Cobalto	Cobre	Cromo total	Dureza	Hierro	Manganeso	Niquel	Plata	Pomo	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Coliformes							
MUESTRA	71	71	71	71	71	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	
REPÚCA	72	72	72	72	72	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22
ADICIONADO	73	73	73	73	73	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23
TESTIGO	74	74	74	74	74	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
BLANCO	75	75	75	75	75	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
Otro																																															

^A Marcar con X las casillas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras:

Código	Submuestra	Recipiente	Preservación
	Nombre	Material	(Refrigeración y...)
21-25	... en Plástico o vidrio	P o V	Sin ácido
31-35	... en Vidrio	Vidrio	HCl
61-65	X en P o V, pH < 2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃
71-75	... en P o V, pH < 2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄
81-85	... en P o V, pH > 12, con NaOH	Plástico	Sin ácido
101-105	... en P o V, pH > 12, con NaOH o AcO ₂ N	Plástico	Sin ácido
121-125	... en Vidrio, pH < 2 en HCl	V boca ancha	HCl
171-175	... en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes No olor No otros

Nubosidad ☒ Precipitación durante el muestreo ☒

Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Mina de Carbón</u>
Población	☒	Tipo	<u>Ciudad (>20 000 hab)</u>
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☒ Cual:
 Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☒ Cual:

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 25/01/2019 Cantidad de paquetes enviados: 01

Forma de transporte: Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro Empresa

Muestra 8

Punto 4.2



INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES
Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial - República de Colombia

Código: FM0308	Sección: 001	Fecha: 25/10/2002	Versión: 02
----------------	--------------	-------------------	-------------

Página: 1 de 1

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

CÓDIGO DE LABORATORIO (para llenar en el Laboratorio): ☐☐☐☐

RESPONSABLE DEL MUESTREO: Luzeth Andrea Salamanca FIRMA: [Firma]

FECHA DE MUESTREO (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 HORA (hh:mm): 09:03 am

CORRIENTE: Cebada el Alisal MUNICIPIO: Coguí ÁREA OPERATIVA: ☐

ESTACIÓN: Veta laigüí CÓDIGO ESTACIÓN: 21205324

LATITUD 03°09'46" LONGITUD 74°00'31" ALTITUD ☐☐☐ msnm MIRA ☐☐ cm

pH 6.01 Temp. 18.8°C Turbidez 20 NTU C.E. 0099 µS/cm

O.D. sonda: ☐☐☐ mg/L Forma de medición: Directa ☐ Alícuota ☒

OD WINKLER: Vol. Alícuota 1: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 1: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 1: ☐☐☐ mg/L

Vol. Alícuota 2: ☐☐☐ mL Vol. Tiosulfato 2: ☐☐☐ mL O.D. Winkler 2: ☐☐☐ mg/L

SUBMUESTRAS TOMADAS Y ANÁLISIS A EFECTUAR ^A

Submuestra	DOO	COT	Carbono	NKT	Fenol	DBO	Nitrato	Nitrito	Sulfato	Cloruro	S. Suspens.	S. Sediment.	SSM	Conductividad	Turbidez	Fosfato	Fluoruro	Grasas y Ac.	Hidrocarburos	Cianuro	Sulfuro	Mercurio	Cromo VI	Aluminio	Bario	Cadmio	Calcio	Cobalto	Cromo total	Dureza	Hierro	Manganeso	Níquel	Plomo	Potasio	Selenio	Sodio	Zinc	Coliformes	Otros:		
MUESTRA	71	71	71	71	71	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	
REPUGA	72	72	72	72	72	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22	22
ASIGNADO	73	73	73	73	73	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23	23
TESTIGO	74	74	74	74	74	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
BUNCO	75	75	75	75	75	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
OTRO																																										

^A Marcar con X las celdas según los análisis requeridos y el tipo de muestra. En la siguiente tabla se relacionan los requerimientos de las submuestras.

Código	Submuestra	Recipiente	Preservación
	Nombre	Materiales	(Refrigeración y...)
21-25	... en Plástico o vidrio	P o V	Si ácido
31-35	... en Vidrio	Vidrio	HCl
61-65	... en P o V, pH < 2, con HNO ₃	Plástico	HNO ₃
71-75	... en P o V, pH < 2, con H ₂ SO ₄	Plástico	H ₂ SO ₄
81-85	... en P o V, pH > 12, con NaOH	Plástico	Si ácido
101-105	... en P o V, pH > 12, con NaOH o AcOH	Plástico	Si ácido
121-125	... en Vidrio, pH < 2, con HCl	Vidrio	HCl
171-175	... en Vidrio, K ₂ Cr ₂ O ₇ en HNO ₃	Vidrio	HNO ₃

OBSERVACIONES

Apariencia del cuerpo de agua: objetos flotantes Si olor No otros Resaca profunda de carbón

Nubosidad 5 Precipitación durante el muestreo ☒

Actividades en la zona cercana al punto de muestreo:

Agricultura	☒	Tipo	
Ganadería	☒	Tipo	
Industria	☒	Tipo	<u>Municipio de Carabá</u>
Población	☒	Tipo	<u>Ciudad (>20 000 hab.)</u>
Otras			

Se conoce sobre aplicación intensiva de plaguicidas: ☒ Cual: _____

Se conoce sobre aplicación intensiva de fertilizantes: ☒ Cual: _____

ENVÍO AL LABORATORIO

Fecha de envío: (dd/mm/aaaa): 25/10/2002 Cantidad de paquetes enviados: 04

Forma de transporte: Aéreo ☐ Terrestre ☒ Otro: _____ Empresa: _____