



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
ORGANISMO DE INVESTIGACIÓN JUDICIAL (OIJ)
PODER JUDICIAL, COSTA RICA

**DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS
UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO
EN AGUAS RESIDUALES**

PROCEDIMIENTO DE
OPERACIÓN NORMADO
ESPECIFICO

P-DCF-ECT-TOX-034

VERSIÓN: 03

Rige desde 07/09/2023

PAGINA: 1 de 19

Elaborado o modificado por: Francisco Calvo González, Perito Judicial Sección de Toxicología	Revisado por Líder Técnico: Francisco Calvo González Líder Técnico de Sección/Unidad de Contaminación Ambiental
Visto Bueno Encargado de Calidad: Dr. Marco Antonio Martínez Esquivel Encargado de Gestión de Calidad de la Sección de Toxicología	Aprobado por: Dr. Diego Arias Alfaro Jefatura de Sección de Toxicología

CONTROL DE CAMBIOS A LA DOCUMENTACIÓN

Versión	Fecha de Aprobación	Fecha de Revisión	Descripción del Cambio	SCD	Solicitado por
01	03/07/2020	22/10/2021	Versión Inicial del Procedimiento	07-2020	DAA
02	22/10/2021	07/09/2023	Modificación de parámetros de aceptación y rechazo para SAAM	16-2021	DAA
03	07/09/2023		Eliminación de metodologías, PO ₄ , NH ₃ , DBO, GYA, SAAM, ST y SDT	09-2023	DAA

**ESTE PROCEDIMIENTO ES UN DOCUMENTO CONFIDENCIAL
PARA USO INTERNO DEL DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES
SE PROHÍBE CUALQUIER REPRODUCCIÓN QUE NO SEA PARA ESTE FIN**

La versión oficial digital es la que se mantiene en la ubicación que la Unidad de Gestión de Calidad defina. La versión oficial impresa es la que se encuentra en la Unidad de Gestión de Calidad. Cualquier otro documento impreso o digital será considerado como copia no controlada

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 2 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

1 Objetivo:

El objetivo de este PON es establecer un procedimiento para la determinación de los parámetros de análisis físico-químicos de aguas, establecidos como parámetros universales de análisis obligatorio en aguas residuales de tipo ordinario y especial, según el Reglamento de Vertido y Reúso de Aguas Residuales, Decreto Ejecutivo N.º 33601-MINAE-S y para el análisis de otros parámetros físico-químicos que permitan establecer la calidad del agua según la legislación aplicable y vigente.

2 Alcance:

Este PON aplica para realizar la determinación de los siguientes parámetros físicos y químicos: Demanda Química de Oxígeno (DQO), Potencial de hidrógeno (pH), Sólidos sedimentables (SSed) y sólidos suspendidos totales (SST), utilizados para establecer la calidad de una muestra de agua, permitiendo determinar si ésta cumple los parámetros establecidos en la legislación aplicable y vigente.

Este procedimiento puede aplicarse tanto a aguas residuales como a cualquier muestra de agua que requiera la determinación de los parámetros físico-químicos mencionados anteriormente.

Los casos típicos que requieren esta determinación incluyen contaminación de aguas por vertidos, incumplimiento del reglamento de vertido y reúso de aguas residuales (Decreto Ejecutivo N.º 33601-MINAE-S), incumplimiento del reglamento de calidad de cuerpos de agua (Decreto Ejecutivo N.º 33903-MINAE-S), así como incumplimiento a la ley de aguas (Ley N.º 276) y demás legislación aplicable.

Los parámetros de validación se pueden observar en el siguiente cuadro y en los informes de validación de métodos identificados con los números 004-TOX-VAL-INC-2018 y 004-TOX-VAL-INC-2019.

Parámetros de validación Sólidos en Suspensión.

Parámetro	Resultado	Criterio de aceptación y rechazo
Veracidad	1,9%	El porcentaje de sesgo debe ser menor al 20%
Precisión en condiciones de repetibilidad	2,0%	El coeficiente de variación debe ser menor a 33%
Precisión en condiciones de precisión intermedia	1,6%	El coeficiente de variación debe ser menor a 33%

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 3 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

Parámetros de Validación DQO

Parámetro		Resultado	Criterio de aceptación y rechazo
Linealidad		$R^2=0,9997$ $G_{exp} = 0,4174$ $F_{anova} = 15053,08$	El coeficiente de correlación al cuadrado debe ser superior a 0,995. Prueba de Cochran $G_{tabla} = 0,4470$, $F_{tabla} 6,61$
Límite de detección		15,60 mg/L	LD máximo de 30 mg/L
Límite de cuantificación		52,01 mg/L	LC máximo de 100 mg/L
Veracidad	Nivel 100 mg/L	Sesgo 5,39%	El porcentaje de sesgo debe ser menor a 33%
	Nivel 500 mg/L	Sesgo 1,81%	
Precisión en condiciones de repetibilidad	Nivel 100 mg/L	8,87%	El coeficiente de variación debe ser menor a 20%
	Nivel 500 mg/L	4,84%	
Precisión en condiciones de precisión intermedia	Nivel 100 mg/L	8,05%	El coeficiente de variación debe ser menor a 20%
	Nivel 500 mg/L	3,63%	

3 Referencias:

- 3.1** Informe de validación de DQO, 004-TOX-VAL-INC-2018.
- 3.2** Informe de validación de Sólidos Suspendidos Totales, 004-TOX-VAL-INC-2019
- 3.3** Ley de aguas N.º 276, publicada el 27/08/1942 y consultada el 12/04/2019 en el Sistema Costarricense de Información Jurídica (http://www.pgrweb.go.cr/scij/avanzada_pgr.aspx).
- 3.4** Manual de servicios Forenses. Organismo de Investigación Judicial (O.I.J.). Departamento de Ciencias Forenses, Heredia, Costa Rica. Primera Edición, 2020.
- 3.5** Reglamento de Vertido y Reúso de Aguas Residuales Decreto Ejecutivo N.º 33601-MINAE-S, versión 3 publicada el 04/08/2017 y consultada el 12/04/2019 en el Sistema Costarricense de Información Jurídica (http://www.pgrweb.go.cr/scij/avanzada_pgr.aspx).
- 3.6** Reglamento para la evaluación y clasificación de la calidad de cuerpos de agua superficiales Decreto Ejecutivo N.º 33903-MINAE-S, publicada en la Gaceta N.º 178 del 17/09/2007 y consultada el 12/04/2019 en el Sistema Costarricense de Información Jurídica (http://www.pgrweb.go.cr/scij/avanzada_pgr.aspx).
- 3.7** Rice, E.; Baird, R.; Eaton, A.; Clesceri, L. (editores). American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22ND Edition, Estados Unidos, 2012.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 4 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

4 Equipos y Materiales:

Agitador de vidrio

Agitador Magnético

Agitador tipo vortex

Balanza Analítica: rango de 0,00001 a 80 g y de 0,0001 a 210 g similar o superior

Balón aforado de 100 mL

Beakers 25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1000 mL y 2000 mL o similar

Bitácora de control de uso del espectrofotómetro Agilent 8453.

Bomba de vacío Buchi V700 o similar

Bulbo para gotero

Caja Petri

Calentador de bloques: que opere a (150 ± 2) °C o similar

Capilla de extracción de gases

Celda espectrofotométrica de 1 cm para región visible de vidrio.

Cono Imhoff

Cronómetro

Desecador de vidrio

Equipo de filtración: conformado por embudo Buchner y kitasato

Refrigerador 0 a 10 °C

Espátula acanalada

Espectrofotómetro visible, ± 1 nm o similar.

Estufa: Temperatura en rango 103-105 °C o similar

Filtro de fibra de vidrio 47 mm diámetro

Gabacha

Gotero de vidrio

Gradilla para tubos de ensayo de 16 x 100 mm

Guantes desechables

Hoja de cálculo "Machote Curva de calibración DQO", versión vigente

Formulario "Cuantificación y Estimación de la incertidumbre (DQO)", versión vigente

Hoja de cálculo "Estimación de la probabilidad que un valor se encuentre por debajo o por encima de un límite de tolerancia", versión vigente

Marcador de tinta indeleble

Mascarillas desechables para polvos

Mascarilla para vapores orgánicos y ácidos

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 5 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

Medidor de pH en un rango de pH de 0 a 14 con incertidumbre de al menos $\pm 0,1$ o similar

Medidor de temperatura testo 174-H o similar, rango -20 a 70 oC ($\pm 0,5$ oC)

Micropipeta automática 100 μ L

Micropipeta automática 1000 μ L

Micropipeta automática 200 μ L

Micropipeta automática 1 a 10 mL

Papel Kraft o similar

Papel toalla o similar

Pastilla magnética

Pipetas volumétricas de 10 mL, 25 mL, 50 mL y 100 mL o similar

Probetas de 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 500 mL y 1000 mL o similar

Puntas para micropipeta 1-10 mL nuevas

Puntas para micropipeta 100 μ L nuevas

Puntas para micropipeta 1000 μ L nuevas

Puntas para micropipeta 200 μ L nuevas

Tubos de vidrio para digestión de DQO, preferiblemente de Borosilicato 16 x 100 mm con tapa rosca con base de teflón

5 Reactivos y Materiales de Referencia:

Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), 95-98% grado ACS o similar

Agua desionizada

Agua de Tubo

Buffers pH 4, 7 y 10 (preparaciones comerciales)

Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) 99% o más, calidad ACS o similar

Disolución de digestión DQO ver preparación en anexo 1

Disolución reactiva de ácido sulfúrico

Etanol al 70% v/v ver preparación en anexo 1

Etanol al 95% calidad ACS o similar

Ftalato ácido de potasio 99% o más, calidad ACS o similar

Hidróxido de potasio al 5 % en etanol ver preparación en anexo 1

Jabón de pH neutro, libre de fosfatos Alconox o similar

Material de referencia certificado de disolución de 100 mg/L de DQO o similar

Material de referencia certificado de disolución de 1000 mg/L de DQO o similar

Material de referencia certificado de disolución de 500 mg/L de DQO o similar

Sulfato de mercurio (II) ($HgSO_4$), calidad ACS o similar

P-DCF-GCG-JEF-001-R3, Versión 01

Emitido y Aprobado por Unidad de Gestión de Calidad

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 6 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

Sulfato de Plata (Ag_2SO_4), 99% o más, calidad ACS o similar, en cristales o polvo

6 Condiciones Ambientales:

No.	Condición ambiental	Valor mínimo	Valor máximo	Otras características
1	Almacenamiento de las muestras	0 °C	10 °C	Esta es la condición normal de almacenamiento, sin embargo, para los casos específicos se debe preservar y almacenar las muestras como se indica en el anexo 02 del presente procedimiento.
2	Preparación de muestras	Temperatura y humedad ambiente	Temperatura y humedad ambiente	Capilla de extracción de gases limpia con etanol al 70 %.
3	Análisis de muestras	Temperatura y humedad ambiente	Temperatura y humedad ambiente	Laboratorio o capilla de extracción de gases limpia con etanol al 70 %.
4	Análisis Instrumental	Temperatura: 15°C	Temperatura: 30 °C	N/A

7 Procedimiento:

7.1 Preparación:

7.1.1 Limpie con etanol al 70 % y papel toalla el área de trabajo, seque la superficie de trabajo y cúbrala con un pliego nuevo de papel "kraft". Cuando se realiza la apertura de casos y se reciben indicios embalados en paquetes diferentes, para cada paquete se debe utilizar un pliego nuevo de papel "kraft", con el fin de minimizar al máximo la posibilidad de contaminación cruzada.

7.1.2 Solicite los indicios en la bodega de la sección o retirelos de custodia intermedia, y permita que estos alcancen temperatura ambiente antes de iniciar con los análisis.

7.2 Almacenamiento:

7.2.1 Mantenga las muestras a una temperatura entre 0 a 10 °C (en refrigeración).

7.2.2 El listado de condiciones de preservación según parámetro físico-químico por determinar se presenta en el anexo 02 del presente procedimiento.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 7 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

7.3 Procedimientos

- 7.3.1** Colóquese gabacha o uniforme de trabajo, guantes desechables, durante la aplicación de los procedimientos. En caso de ser requerido y según el tipo de indicio que se reciba, utilice una mascarilla desechable para polvos, una mascarilla para vapores orgánicos y ácidos o trabaje en la capilla de extracción.
- 7.3.2** Registre los datos y resultados obtenidos al aplicar los procedimientos en el formulario de análisis ambiental forense o en la funcionalidad del SADCF para el análisis y resultados.
- 7.3.3** Realice los cálculos y la estimación de la incertidumbre para cada uno de los métodos según se describe en el apartado 9 de este procedimiento.
- 7.3.4** Prepare los reactivos necesarios para la aplicación de los procedimientos como se establece en el anexo 01 de este procedimiento.
- 7.3.5** Para los análisis espectrofotométricos y el uso del equipo Agilent 8453 siga los puntos del apartado 7.15.

7.4 Determinación de Demanda Química de Oxígeno (DQO):

7.4.1 Preparación del Blanco

- 7.4.1.1** Use un blanco de agua desionizada como referencia.
- 7.4.1.2** Analice el blanco como se indica en el apartado 7.4.3.4 del presente procedimiento.

7.4.2 Curva de Calibración

- 7.4.2.1** Prepare las disoluciones patrón de DQO como se detalla en la tabla 1, para esto utilice un MRC de 1000 mg/L de DQO o similar, en tubos de vidrio de 16 x 100 mm. Para la medición de los volúmenes utilice las micropipetas necesarias.

Tabla 1. Diseño de la curva de calibración para la determinación de la DQO.

Patrón	madre FHK 1000mg/L (mL)	Agua Desionizada (mL)	Concentración DQO (mg/L)
blanco	0,000	2,500	0
1	0,250	2,250	100
2	0,375	2,125	150
3	0,625	1,875	250
4	1,000	1,500	400
5	1,250	1,250	500
6	1,875	0,625	750

- 7.4.2.2** Rotule los tubos de vidrio y posteriormente vierta los volúmenes indicados para cada una de las disoluciones patrón a analizar en los tubos respectivos.
- 7.4.2.3** Vierta, en cada uno de los tubos que contiene las disoluciones patrón, 1,50 mL de disolución de digestión DQO y posteriormente agregue 3,50 mL de la disolución reactiva de ácido sulfúrico por la pared del tubo (al final debe tener un volumen total de 7,50 mL).

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 8 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

- 7.4.2.4** Cierre bien los tubos, y agite manualmente y/o utilizando un agitador tipo vortex varias veces hasta obtener una buena mezcla (no invertir los tubos para agitarlos).
- 7.4.2.5** Coloque los tubos en el calentador de bloques ya precalentado a 150 °C. Deje en reflujo por dos horas.
- 7.4.2.6** Enfríe a temperatura ambiente y coloque los tubos en una gradilla. Puede haber un precipitado de sulfato de mercurio (de color blanco) el cual es normal en este método, espere que precipite completamente (puede ser de un día para otro). Alternativamente puede utilizar la centrífuga a 5000 rpm por 5 minutos, asegurándose que los tubos queden colocados de forma que se minimice el riesgo de que se quiebren.
- 7.4.2.7** Remueva la tapa del tubo de vidrio y transfiera la muestra a una celda espectrofotométrica de 1 cm, teniendo el cuidado de no agitar y provocar un mezclado con el precipitado, mida la absorbancia en el espectrofotómetro a 600 nm contra el blanco.
- 7.4.3 Análisis de muestras**
- 7.4.3.1** Rotule los tubos de vidrio y luego vierta 2,50 mL de cada una de las muestras a analizar en los tubos respectivos. Realice al menos por triplicado la determinación de las muestras.
- 7.4.3.2** Siga el procedimiento del apartado 7.4.2.3, para cada una de las muestras.
- 7.4.3.3** Realice el cálculo de la concentración de las muestras esto a partir de los valores de la absorbancia obtenidos y la interpolación en la recta de calibración realizada.
- 7.4.3.4** Realice la determinación de DQO y utilice el MRC de 100 mg/L y 500 mg/L como controles de calidad, los cuales son de origen diferente a los preparados para la curva de calibración.

7.5 Determinación del pH

Nota N° 01: Para la calibración del medidor de pH (pHmetro) utilice disoluciones buffer de pH 4, 7 y 10 y siga el procedimiento descrito por el fabricante, en el respectivo manual de uso, dado que la calibración varía según la marca y modelo.

7.5.1 Análisis de muestras

- 7.5.1.1** Lave los electrodos con agua desionizada y séquelos con papel toalla.
- 7.5.1.2** Introduzca los electrodos en la disolución de muestra.
- 7.5.1.3** Establezca el equilibrio entre los electrodos y la muestra, agitando constantemente con agitador magnético hasta obtener homogeneidad, cuando exista estabilidad anote la lectura de pH que indica el equipo.
- 7.5.1.4** Retire los electrodos y lávelos con agua desionizada.
- 7.5.1.5** Seque los electrodos e introdúzcalos en una disolución buffer pH 7 o según recomiende el fabricante, mientras no se encuentren en uso.

7.6 Sólidos sedimentables

- 7.6.1** Agite con las 2 manos la botella que contiene la muestra para homogeneizarla. Para este análisis se realiza una única replica.
- 7.6.2** Llene el cono Imhoff a la marca de un litro y deje reposar por 45 minutos.
- 7.6.3** Pase suavemente el agitador de vidrio por la pared interior del cono a fin de desprender las partículas adheridas.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 9 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

7.6.4 Anote el volumen de sólidos sedimentables.

Nota N° 02: Si la materia sedimentada presenta bolsas de líquido entre partículas grandes de sólido, realice una estimación del volumen de éstas y reste del volumen de sólidos suspendidos. Cuando ocurre una separación de los sólidos sedimentables y los materiales flotantes no estime el material flotante como materia sedimentable.

7.7 Sólidos suspendidos totales

7.7.1 Realice el acondicionamiento de los filtros de fibra de vidrio de 47 mm de diámetro, para esto pase una cantidad de 50 mL de agua desionizada por los filtros, utilizando el sistema de vacío, conformado por un embudo Buchner, kitasato y una bomba de vacío. Realice esta acción por duplicado para cada filtro que se utilice.

7.7.2 Coloque en una caja petri los filtros acondicionados (evitando que los filtros pierdan masa al pegarse en las superficies de la caja petri).

7.7.3 Seque los filtros acondicionados en la estufa a 103-105 °C durante 1 hora, posteriormente llévelos a temperatura ambiente y colóquelos en un desecador.

7.7.4 Mida en balanza analítica los filtros acondicionados, repita el apartado 7.9.3 hasta que los filtros lleguen a masa constante, es decir, hasta que el cambio entre masas no sea superior al 4 % o 0,5 mg.

7.7.5 Homogenice la muestra, agitando el recipiente en que se recogió la muestra, utilizando un agitador magnético con su respectiva pastilla magnética y agitando durante al menos dos minutos.

7.7.6 Tome una alícuota de la muestra (el volumen que se debe tomar para realizar el análisis depende de la cantidad de sólidos suspendidos que se observen en la muestra, siguiendo los siguientes criterios: la masa de los sólidos debe estar entre 2,5 mg a 200 mg y el volumen máximo de muestra debe ser de 1 litro).

7.7.7 Deposítela al centro y lentamente la alícuota de la muestra sobre el filtro situado en el sistema de filtración al vacío, al pasar toda la muestra retire la manguera del vacío para despresurizar el sistema y poder retirar el filtro con la muestra.

7.7.8 Coloque en una caja petri los filtros con los sólidos (evitando que al secarse los filtros pierdan masa al pegarse en las superficies de la caja petri).

7.7.9 Seque los filtros con los sólidos en la estufa a 103-105 °C durante 1 hora, posteriormente llévelos a temperatura ambiente y colóquelos en un desecador.

7.7.10 Mida en balanza analítica los filtros con los sólidos, repita el apartado 7.9.3 hasta que las muestras lleguen a masa constante, es decir, hasta que el cambio entre masas no sea superior al 4% o 0,5 mg.

7.7.11 Determine la cantidad de solido por medio de la fórmula descrita en el apartado 9 de este procedimiento.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 10 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

8 Criterios de Aceptación o Rechazo de Resultados:

No.	Criterio de Aceptación	Valor Límite	Corrección Aplicable
1	Coeficiente de correlación al cuadrado de la curva de calibración.	Mínimo 0,995	Repetir la curva de calibración, si el problema persiste realice un análisis causas raíz para determinar posibles causas asignables.
2	Variabilidad de las réplicas de una muestra o control.	<u>DQO:</u> El coeficiente de variación porcentual debe ser menor a 20 %. <u>SST:</u> A 15 mg/L el coeficiente de variación porcentual debe ser menor a 33 %. A 242 mg/L el coeficiente de variación porcentual debe ser menor a 10 %. A 1707 mg/L el coeficiente de variación porcentual debe ser menor a 0,76 %.	Repetir el análisis, si el problema persiste realice un análisis causas raíz para determinar posibles causas asignables.
3	Controles que se utilizan para verificar la exactitud de los resultados.	Para los controles negativos o blancos no se debe detectar el analito. <u>DQO:</u> Para los controles positivos el porcentaje de sesgo debe ser menor a 33 %. <u>SST:</u> El porcentaje de sesgo debe ser menor a 20 %.	Repetir el análisis, si el problema persiste realice un análisis causas raíz para determinar posibles causas asignables.

9 Cálculos y evaluación de la incertidumbre:

La estimación de la incertidumbre se realiza siguiendo los lineamientos establecidos en el "Procedimiento para la Estimación de Incertidumbre de los Análisis Forenses"

9.1 Determinación de Demanda Química de Oxígeno:

- 9.1.1 Grafique la absorbancia contra la concentración en mg/L de DQO para obtener la curva de calibración.
- 9.1.2 Obtenga la ecuación de la recta y el coeficiente de correlación de la curva.
- 9.1.3 Calcule el valor de concentración de DQO para las muestras y/o controles a partir de la ecuación de correlación obtenida para el gráfico realizado.
- 9.1.4 Reporte el resultado de concentración de DQO así como su incertidumbre según Hoja de cálculo "Machote Curva de calibración DQO"

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 11 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

9.2 Determinación de pH

9.2.1 El valor de pH se obtiene por lectura directa del instrumento, reporte dicho valor así como su incertidumbre.

9.3 Determinación de Sólidos

9.3.1 Sólidos sedimentables

El valor de la determinación se obtiene por lectura directa de la escala en el cono Imhoff reportándose en las unidades mL/L y la incertidumbre como 0,05 mL (equivalente a la mitad de la mínima división).

9.3.2 Sólidos suspendidos totales

9.3.2.1 Obtenga el valor correspondiente a sólidos suspendidos totales a partir de la siguiente ecuación:

$$\text{mg SST} / \text{L} = ((A-B) \times 1000 \text{ mg/g}) / V \text{ muestra}$$

Donde:

A= Masa filtro + residuo seco, en gramos

B= Masa filtro, en gramos

V= Volumen de muestra, en litros

9.3.2.2 Reporte el resultado de la determinación de sólidos suspendidos totales, así como su incertidumbre.

10 Reporte de Análisis y Resultados

10.1 La forma en la cual se realiza el reporte de resultados se basa en el Procedimiento "Manejo General de Casos en la Sección de toxicología Forense"

10.2 En el caso en el que se solicite comparar los resultados obtenidos en los analisis, con una ley o normativa se debe utilizar la "Hoja de cálculo: Estimación de la Probabilidad que un valor se encuentre por debajo o por encima de un límite de tolerancia"

10.3 Reporte los resultados obtenidos en el siguiente cuadro de resultados, para aguas residuales vertidas en un **cuerpo receptor**:

Parámetro	Identificación de la Muestra	Valor referencia según reglamento de vertido y reúso de aguas residuales
Demanda Química de Oxígeno (mg/L DQO)	Resultado ± U(k=2; p=0,9545)	150
pH		5-9
Sólidos Suspendidos (mg/L)		50
Sólidos Sedimentables (mL/L)		1.0

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 12 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

10.4 Reporte los resultados obtenidos en el siguiente cuadro de resultados, para aguas residuales vertidas en alcantarillados sanitarios:

Parámetro	Identificación de la Muestra	Valor referencia según reglamento de vertido y reúso de aguas residuales
Demanda Química de Oxígeno (mg/L DQO)	Resultado \pm U(k=2; p=0,9545)	750
Potencial de Hidrógeno (pH)		6-9
Sólidos Suspendidos (mg/L)		300
Sólidos Sedimentables (mL/L)		5

11 Medidas de Seguridad y Salud Ocupacional:

- Las muestras deben considerarse a priori como altamente peligrosa y deberá manipularse con todas las medidas de seguridad. Utilice siempre gabacha, lentes de seguridad y guantes desechables al manipular las muestras.
- Si ocurre un derrame de algún reactivo refiérase al Manual de Seguridad y Salud Ocupacional del Departamento de Ciencias Forenses.
- Conozca los reactivos con los que está trabajando para esto refiérase a las hojas de seguridad MSDS de cada sustancia y siga las recomendaciones que se especifican.

12 Simbología:

% m/v: porcentaje masa en volumen
 % v/v: porcentaje volumen en volumen
 %: porcentaje
 ACS: american chemical society
 DBO: demanda bioquímica de oxígeno
 DCF: departamento de Ciencias Forenses
 DQO: demanda química de oxígeno
 FHK: ftalato ácido de potasio
 g: gramos
 L: litros
 M: molaridad (mol/L)
 mg: miligramos
 MINAE: ministerio de ambiente y energía
 mL: mililitros
 MRC: material de referencia certificado
 MSDS: material safety data sheet
 N-NH₃: nitrógeno amoniacal
 N: normalidad (meq/L)
 N.º: número
 N/A: no aplica
 °C: grados Celsius
 OIJ: organismo de investigación judicial
 pH: potencial de hidrógeno
 PON: procedimiento de operación normalizado
 SSed: sólidos sedimentables
 SST: sólidos suspendidos totales

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 13 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

U: incertidumbre expandida
UCA: Unidad de Contaminación Ambiental

13 Terminología:

- Aguas residuales tipo ordinario: Agua residual generada por las actividades domésticas del hombre (uso de inodoros, duchas, lavatorios, fregaderos, lavado de ropa, etc.)
- Aguas residuales tipo especial: Agua residual de tipo diferente al ordinario.
- Ácido: Sustancia que libera iones hidronio (H^+) cuando se disuelve en agua o acepta uno o dos pares de electrones. Cuando el pH está por debajo de 7 se dice que la sustancia es ácida; y entre más se aleje de la neutralidad más ácida será.
- Agua grado reactivo: Agua sin concentración detectable del compuesto o elemento a ser analizado al nivel de detección del método analítico.
- Analito: Sustancia o componente de interés a ser determinado o cuantificado.
- Base: Sustancia que libera iones hidróxido (OH^-) cuando se disuelve en agua o que es capaz de aceptar un protón. Cuando el pH es mayor de 7, se dice que la sustancia es básica; y entre más se aleje de la neutralidad más básica será.
- Blanco: Disolución preparada como parámetro de control, que contiene todos los reactivos de un análisis menos el analito, y al cual se le da el mismo tratamiento que a las muestras.
- Buffer: Disolución capaz de amortiguar hasta cierto grado los cambios de pH que se dan al adicionar una base o un ácido.
- Disolución patrón: Disolución que contiene una concentración conocida de la sustancia que interesa determinar.
- Electrodo: Conductor eléctrico empleado para hacer contacto con una parte no metálica del circuito, por ejemplo, un semiconductor o un electrolito.
- Exactitud: Grado de concordancia entre un resultado individual generado por un método y el valor verdadero.
- Filtración: Proceso en el cual se usa un filtro para separar una mezcla mecánicamente.
- Límite de cuantificación: Menor concentración de analito que puede ser medida con una precisión y exactitud aceptables.
- Límite de detección: Concentración más baja de un analito en una muestra que pueda ser detectada, pero no necesariamente cuantificada.
- Muestra cuestionada: muestra de agua que requiere ser analizada para determinar parámetros físico-químicos.
- pH: Potencial de hidrógeno, se define como el logaritmo negativo de la actividad del Ion Hidronio. Sin embargo, se aproxima la actividad a la concentración de Hidronio en disoluciones diluidas. La escala de pH va desde 0-14

$$pH = -\log[H^+]$$

- PON: Documento que establece los pasos necesarios y los aspectos básicos a tomar en cuenta para realizar una determinada actividad.
- Transecta: Designa un dispositivo de observación de terreno o la representación de un espacio, a lo largo de un trazado lineal y según la dimensión vertical, destinado a poner en

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 14 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

evidencia una superposición, una sucesión espacial o relaciones entre fenómenos: corte geológico, corte (o transecta) biogeográfica. La noción de transecta implica la dimensión horizontal de la observación. Las figuraciones gráficas pueden reducirse a la representación de la única dimensión vertical de una superposición (geológica, pedológica...) o bien, más normalmente para una transecta, seguir la línea horizontal del espacio estudiado. El "corte" puede ser también natural, dando una vista directa sobre la disposición geológica o pedológica, en el caso de una cantera o de un tramo de camino.

14 Anexos

No. de Anexo	Nombre del Anexo
1	Preparación de Reactivos.
2	Listado de condiciones de preservación según parámetro físico-químico
3	Procedimientos de lavado

COPIA NO CONTROLADA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 15 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES		P-DCF-ECT-TOX-034

Anexo 1. Preparación de Reactivos

A1.1 Determinación de Demanda Química de Oxígeno

Disolución de Digestión

- Adicione 10,216 g de dicromato de potasio grado estándar primario o similar, previamente secado a 150 °C por un espacio de 2 horas, a 500 mL de agua desionizada.
- Agregue 167 mL de ácido sulfúrico concentrado.
- Agregue 33,3 g sulfato de mercurio (II)
- Disuelva y deje enfriar a temperatura ambiente.
- Diluya a 1000 mL.
- Tiempo de preservación 1 año

Patrón de FHK (Ftalato ácido de potasio)

- Triture 850 mg FHK suavemente y seque a 120°C por un espacio de 2 horas.
- Disuelva 425 mg de FHK en agua desionizada y diluya a 500 mL en un beaker (FHK tiene un DQO teórico 1.176 mg O₂ /mg y esta disolución tiene un DQO teórico de 1000 µg O₂ /mL
- Esta disolución es estable cuando se mantiene refrigerada pero no indefinidamente. La preparación semanal es usualmente satisfactoria.
- Se prepara el día que se va a utilizar, tiempo máximo de almacenamiento 7 días en refrigeración.

Disolución reactiva de ácido sulfúrico

- Adicione 10 g de sulfato de plata, grado técnico, en polvo o cristales, a 1 L de ácido sulfúrico concentrado.
- Deje asentar por 1-2 días para que se disuelva.
- Agite manualmente con sumo cuidado.
- Se prepara el día que se va a utilizar, tiempo máximo de almacenamiento 7 días en botella ámbar.

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 16 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

Anexo 2.

Resumen de requerimientos de muestreo y manipulación especiales establecidos en el *Standard Methods for the Examination of Water & Wastewater*

(22ND edition, 2012)

Determinación	Contenedor	Volumen mínimo de muestra (mL)	Tipo de muestra	Preservación	Almacenamiento máximo recomendado	Almacenamiento máximo según regulación
Acidez	P, G(B)	100	g	Refrigerar	24 h	14 d
Alcalinidad	P, G	200	g	Refrigerar	24 h	14 d
DBO	P, G	1000	G, c	Refrigerar	6 h	48 h
Boro	P (PTFE) o cuarzo	1000	g,c	HON ₃ , a pH<2	28 d	6 meses
Carbono orgánico total	G (b)	100	g,c	Analizar inmediato o refrigerar y añadir HCl, H ₃ PO ₄ o H ₂ SO ₄ a pH<2	7d	28d
DQO	P, G	100	G, c	Analizar lo antes posible, o añadir H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	7d	28d
Cloruros	P, G	50	g,c	Ninguno requerido	N.S.	28 d
Cloro total residual	P, G	500	g	Analizar inmediatamente	0.25 h	0.25 h
Color	P, G	500	G, c	Refrigerar	48 h	48 h
Cianuro						
Total	P, G	1000	g,c	Añada NaOH a pH>12, refrigerar en oscuridad	24 h	14 d, 24 h si hay S presente
Dureza	P, G	100	g,c	Añada HNO ₃ H ₂ SO ₄ hasta pH<2	6 meses	6 meses
Metales, general	P(A), G(A)	1000	g,c	Para metales disueltos filtre inmediatamente, añada HNO ₃ a pH<2	6 meses	6 meses
Cromo VI	P(A),	1000	g	Refrigerar	24 h	24 h

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 17 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

	G(A)					
Mercurio	P(A), G(A)	1000	g,c	Añada HNO ₃ , a pH<2, 4°C, refrigerar	28 d	28 d
<i>Amoníaco</i>	P, G	500	g,c	Analice lo antes posible o añada H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	7 d	28 d
<i>Nitratos</i>	P, G	100	g,c	Analice lo antes posible, refrigerar	48 h	48 h (28 d para muestras cloradas)
<i>Nitratos y nitritos</i>	P, G	200	g,c	Añada H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigerar	1-2 d	28 d
<i>Orgánico, Kjeldahl</i>	P, G	500	g,c	Refrigerar, añada H ₂ SO ₄ a pH<2	7 d	28 d
Aceites y grasas	G, boca ancha calibrado	1000	g	Añada HCl o H ₂ SO ₄ a pH<2, refrigere	28 d	28 d
<i>SAAM</i>	P, G	250	g,c	Refrigerar	48 h	N.S.
<i>Pesticidas</i>	G(S), PTFE lined cap	1000	g,c	Refrigerar, añadir 1000 mg de ácido ascórbico/L si hay cloro residual presente	7 d	7 d hasta extracción, 40 d después de la extracción
Oxígeno disuelto, electrodo Winkler	G, botella DBO	300	g	Analizar inmediatame nte. La titulación puede retrasarse después de acidificar	8 h	8 h
pH	P, G	50	g	Analizar inmediatame nte	0.25 h	0.25 h
Fosfato	G (A)	100	g	Para fosfatos disueltos filtre inmediatame nte y refrigere	48 h	N.S.
Fósforo, total	P, G	100	g,c	Añada H ₂ SO ₄ a pH<2 y	28 d	

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 18 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

				refrigere		
Sólidos	P, G	200	g,c	Refrigerar	7 d	2-7 d; vea referencia
Sulfatos	P, G	100	g,c	Refrigerar	28 d	28 d
Sulfuros	P, G	100	g,c	Refrigerar, añada 4 gotas 2 N acetato de zinc/100 mL, añada NaOH a pH>9	28d	7 d
Temperatura	P, G	-	g	Analice inmediatamente	0.25 h	0.25 h
Turbidez	P, G	100	g,c	Analice el mismo día, guarde en la oscuridad hasta por 24 horas, refrigere	24 h	48 h

(*) Para determinaciones no listadas, utilice recipientes de vidrio o plástico, preferiblemente refrigerados durante el almacenamiento y analice lo antes posible.

P = plástico (polietileno o equivalente)

G = vidrio

G(A) o P(A) = enjuagado con HNO₃ (1+1)

G(B) = vidrio, borosilicato

G(S) = vidrio, enjuagado con solventes orgánicos o en estufa

g = simple

c= compuesto

Refrigerado = almacenado entre 0 a 10 °C; en la oscuridad

Analice inmediatamente = analizar en los 15 minutos posteriores a la recolección

N.S.= no establecido en las referencias citadas

Stat= no permitido el almacenamiento, analice inmediatamente

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS FORENSES	VERSIÓN 03	PAGINA: 19 de 19
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS UNIVERSALES DE ANÁLISIS OBLIGATORIO EN AGUAS RESIDUALES	P-DCF-ECT-TOX-034	

Anexo 3. Procedimientos de lavado

Procedimiento de lavado de cristalería y pastillas magnéticas.

- Lave la cristalería con abundante agua de tubo y jabón eliminando las etiquetas y toda rotulación de marcador permanente, suciedad y grasa.
- Deposite la cristalería en el baño de lavado (KOH y Alconox 1%) y déjela ahí durante 2 h.
- Saque la cristalería y lave con abundante agua del tubo, y posteriormente con agua desionizada.
- Seque la cristalería al aire y luego coloque en la estufa a 250°C por un lapso de 2 h.

COPIA NO CONTROLADA