

**Est49. Presentación cartel, jueves 25 de septiembre 17:00 a 19:00 h. Sala de Lectura de Infoteca Central**

**Selección de materiales de referencia certificados para la determinación de elementos de interés ambiental por FP-RX**

Cuadriello Jiménez Leonardo Daniel, López Santiago Norma Ruth\*, Roldan Armas Reyna, Gutiérrez Ruiz Margarita Eugenia

<sup>a</sup>Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, Laboratorio 301 Edificio F. Av. Universidad 3000, Coyoacán, Ciudad universitaria, Ciudad de México. C.P. 04510. México., e-mail: [nruthls@quimica.unam.mx](mailto:nruthls@quimica.unam.mx).

La contaminación de suelos y sedimentos por elementos potencialmente tóxicos (EPT), comúnmente vinculada a actividades como la minería, representa un riesgo ambiental creciente debido a su acumulación en cuerpos de agua. Para un monitoreo preciso, se requieren técnicas analíticas confiables, eficientes y accesibles. En este contexto, la fluorescencia de rayos X portátil (FP-RX) destaca como una técnica no destructiva que proporciona resultados rápidos de carácter semicuantitativo. El método EPA 6200 es aplicable para efectuar el análisis de sedimentos, su validación con materiales de referencia certificados (MRC) permite la estimación de parámetros de desempeño como; exactitud, precisión y tasa de respuesta positiva (TRP%) (EURACHEM, 2025).

El objetivo de este trabajo es la selección material de referencia adecuados y validación del método EPA 6200 aplicado a la determinación multielemental en muestras de sedimentos, asegurando su validez científica y su aplicabilidad en investigación.

La metodología seguida fue: a) Revisión de criterios de selección. Se establecieron parámetros de calidad, intereses del laboratorio y compatibilidad con el método analítico; b) Evaluación de opciones disponibles. Se compararon diversos materiales con base en características fisicoquímicas, certificaciones y accesibilidad; c) Pruebas preliminares. Se realizaron análisis comparativos para determinar el desempeño de los materiales en el método propuesto; d) Selección final. Se eligieron los materiales óptimos considerando precisión, costo y aplicabilidad y e) Validación del método con los estándares seleccionados.

Para la evaluación se empleó un analizador portátil Olympus DP-6000-CC con el cual, se analizaron ocho materiales de referencia certificados (MRC) de sedimentos: cuatro provenientes de Canadá y cuatro provenientes de China.

Los productos obtenidos fueron:

- Establecimiento de un protocolo para la selección de materiales de referencia.
- Cuadro resumen de validación
- Posibilidad de aplicar el procedimiento en futuras investigaciones o en docencia.

**Agradecimiento**

A la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA) de la UNAM por el apoyo otorgado a través del proyecto PE201324 Apoyo a la titulación y formación terminal desde la investigación formativa y docencia en química analítica.

A el M en I Víctor Hugo Lemus Neri.

## 1 INTRODUCCIÓN

Los sedimentos son materiales sólidos acumulados en la superficie terrestre por procesos físicos, químicos y biológicos. Su composición varía según el origen e incluye minerales, materia orgánica y contaminantes antropogénicos como microplásticos y metales pesados. El análisis tradicional de sedimentos mediante técnicas como espectroscopía de absorción atómica o espectrometría de masas es preciso pero costoso y complejo. Como alternativa, la EPA propone el método 6200, basado en Fluorescencia de Rayos X portátil (FP-RX), que permite análisis multielementales rápidos y económicos, tanto en laboratorio como en campo. Este método requiere validación con materiales de referencia certificados (MRC) para asegurar su exactitud, precisión y tasa de respuesta positiva (TRP%). El objetivo del trabajo es seleccionar MRC adecuados para validar el método EPA 6200, garantizando su aplicabilidad científica en investigación y docencia.

Seleccionar de los materiales de referencia certificados adecuados para la obtención de los parámetros de validación del método EPA 6200 aplicado a la determinación multielemental en muestras de sedimentos, asegurando su validez científica y su aplicabilidad en investigación y docencia.

## 2 OBJETIVO

## 3 METODOLOGÍA

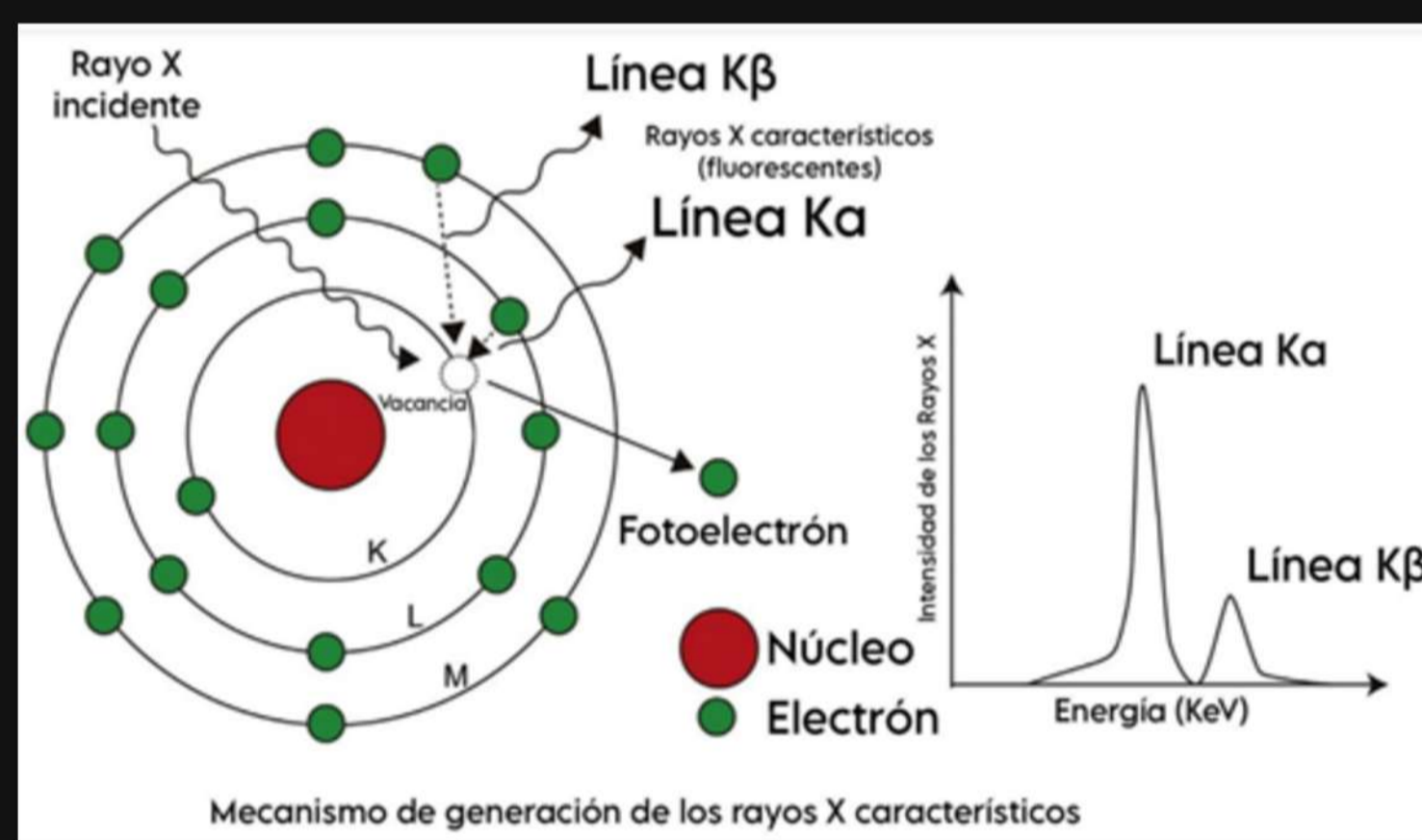


Figura 2. Proceso físico responsable de la Fluorescencia de rayos X, reproducción de (Uo et al., 2015).

Figura 1. Equipo FP-XRF Olympus.



1. Revisión de los certificados. MRC canadienses (Serie LKSD) y chinos (Serie GBW)

2. Evaluación de los parámetros de desempeño de los MRC. Equipo FP-XRF Olympus DP-6000.

3. Análisis de datos, cálculos de los parámetros establecidos en el plan de validación.

4. Selección de MRC para control de calidad en análisis de los elementos As, Cu, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, V y Zn.

5. Protocolo final de análisis

## 4 RESULTADOS



Figura 3. Materiales de Referencia Certificados empleados.

Tabla 1. Plan de validación

Parámetro	Analizar	Obtener	Criterio de aceptación
Precisión (repetibilidad)	Cada MRC:	$DER = \left(\frac{s}{\bar{x}}\right) \times 100\%$ Donde: $\bar{x}$ , es la medida, $s$ la desviación estándar	DER ≤ 20%
Recobro (%)	10 réplicas independientes con tres lecturas cada una	$\%Recobro = \frac{C_{MRC}}{Valor\ certificado} \times 100\%$	Recobro ± 20%
Tasa de respuesta positiva (%)		$\%TRP = \frac{Respuestas\ positivas}{Total\ de\ mediciones} \times 100\%$	100%

Tabla 2. Resumen comparativo de las concentraciones de los elementos reportadas en los certificados cada MRC utilizado, en mg/kg

Elemento/MRC	LD DP 6000	LKSD-2	LKSD-3	LKSD-4	GBW-07309	GBW-07310	GBW-07311	GBW-07312
As	3	11	27	16	8.4	25	188	115
Cd	9	x	x	x	0.26	1.12	2.3	4
Ca	35	x	x	x	x	x	x	x
Cu	6	37	35	31	32	22.6	79	1230
Cr	9	57	87	33	85	136	40	35
Fe	20	4.3%	4.0%	2.8%	x	x	x	x
Mn	7	2020	1440	500	620	1010	2490	1400
Ni	10	26	47	31	32	30	14.3	12.8
Ag	12	0.8	2.7	<0.5	0.089	0.27	3.2	1.15
Pb	4	44	29	91	23	27	636	285
Sb	13	1.1	1.3	1.7	0.81	6.3	14.9	24
Se	2	x	x	x	0.16	0.28	0.2	0.25
V	10	77	82	49	97	107	47	47
Zn	3	209	152	194	370	70	153	234
Número de elementos viables		9	9	9	8	8	9	9

Tabla 3. Parámetros de desempeño

Elemento	MRC	Concentración de referencia (mg/kg)	LD DP 6000 C	Semicuantitativo			Cualitativo Tasa de respuesta positiva
				Media (mg/kg)	R (%)	DER	
As	LKSD-3	27	3	25	93	5	100
Cu	GBW-07312	1230	6	1000	81	1	100
Cr	LKSD-3	87	9	79	91	3	100
Fe	LKSD-3	40000	20	36499	91	0	100
Mn	LKSD-3	1440	7	1372	95	0	100
Ni	LKSD-3	47	10	52	111	6	100
Pb	GBW-07312	285	4	263	92	1	100
V	LKSD-3	82	10	88	107	3	100
Zn	LKSD-3	152	3	147	96	2	100

## 5 DISCUSIÓN

- Los MRC evaluados (series LKSD y GBW) mostraron diferencias en número de elementos viables y desempeño analítico.
- Se observó que los elementos con concentraciones certificadas mayores al límite de detección (LD) del equipo presentaron recobros aceptables (80–120%), DER < 20%.
- El elemento Sb no fue viable, aun cuando se encontraba por encima del LD en algunos MRC, debido a posibles efectos de matriz y solapamiento espectral que pudieron reducir la intensidad de la señal.
- El MRC LKSD-3 destacó por cubrir la mayoría de los elementos con desempeño uniforme, lo que facilita el control de calidad con un solo estándar.
- Para Cu y Pb, únicamente GBW-07312 cumplió con los criterios establecidos.

## 6 CONCLUSIONES

- Se seleccionaron los MRC: LKSD-3 y GBW-07312 como MRC para la validación y controles de calidad en los análisis rutinarios para los elementos: As, Cu, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, V y Zn
- En la evaluación de los parámetros de desempeño en la validación del método con el equipo Olympus DP-6000-CC se obtuvo una TRP% de 100%, recobros entre 80–120% y DER% inferiores al 20% para los elementos seleccionados: As, Cu, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, V y Zn.
- La incorporación de los MRC en los controles de calidad de análisis de muestras se puede realizar de acuerdo con los requisitos del análisis que se desee realizar en futuras investigaciones o para fines de docencia.

## REFERENCIAS

- Guía sobre la Validación de Método: Guía de laboratorio para la idoneidad de los métodos analíticos para un propósito de análisis, EURACHEM, 2014.
- Guía de planeación y reporte de estudios de validación de método, EURACHEM, 2019.
- Boggs, S. (2006). Principles of stratigraphy and sedimentology. Prentice Hall.
- Beres, I., Maftel, A. E., Dill, H. G., Buzatu, A., & Damian, G. (2024a). Contamination assessment of toxic elements in river sediments from Baia Mare, Romania: Extreme pollution from mining activities. Minerals, 14(2), 135. <https://doi.org/10.3390/min14020135>
- Affandi, F. A., & Ishak, M. Y. (2019). Impacts of suspended sediment and metal pollution from mining activities on riverine fish population: A review. Environmental Science and Pollution Research, 26(17), 17680–17696. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-05137-7>

## AGRADECIMIENTO

A la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA) de la UNAM por el apoyo otorgado a través del proyecto PE201324.