

# Evaluación de un método analítico para la determinación de níquel y plomo en sedimento de mar por espectroscopia de absorción atómica

Aragón-Briceño C.,<sup>1</sup> Ponce-Caballero C.,<sup>2</sup> Coronado Peraza V.,<sup>2</sup> Giacomán-Vallejos G.,<sup>2</sup>

*Fecha de recepción: 31 de agosto de 2010 – Fecha de aprobación: 04 de abril de 2011*

## RESUMEN

En México no existe un método normado para la determinación de metales en sedimentos marinos. Con el propósito de establecer un método preciso para determinar este tipo de contaminantes en sedimento de mar, la presencia de níquel y plomo fue evaluada, en dicho sedimento, a través de espectroscopia de absorción atómica. Como características de referencia fueron utilizados precisión, exactitud, linealidad y los límites de detección y cuantificación. La determinación de plomo y níquel se llevó a cabo por digestión ácida y su posterior análisis en un equipo de absorción atómica por el método de flama. A partir de los resultados obtenidos se observó linealidad en el plomo y níquel (coeficiente de correlación 0.9995 y 0.9985 respectivamente). Así mismo, los resultados de precisión (Pb: 4.74%, Ni: 4.78%), exactitud (Pb: 96.74%, Ni: 95.93%) y sus límites de detección (Pb: 0.1409 ppm, Ni: 0.0050 ppm) y cuantificación (Pb: 0.4116 ppm, Ni: 0.1491 ppm) demostraron cumplir con los lineamientos de validación de métodos analíticos. En conclusión, el método propuesto, puede aplicarse para la determinación de plomo y níquel en sedimento marino y es adecuado para su uso en proyectos posteriores.

**Palabras clave:** absorción atómica, níquel, plomo, sedimento, validación.

# Evaluation of an analytical method for the determination of nickel and lead in marine sediments by atomic absorption spectroscopy

## ABSTRACT

In Mexico there is not an official standard method to determine metals in marine sediments. In order to establish an accurate method to measure these kinds of contaminants in marine sediments, the presence of nickel and lead were evaluated by atomic absorption spectroscopy. Precision, exactitude, linearity, and detection and quantification limits were used as reference characteristics. Lead and nickel determinations were made by acid digestion and their subsequent analysis through atomic absorption with flame method. From the results linearity was observed for lead and nickel (correlation coefficient 0.9995 and 0.9985 respectively). In addition the results of precision (Pb: 4.74%, Ni: 4.78%), exactitude (Pb: 96.74%, Ni: 95.93%) and their limits of detection (Pb: 0.1409 ppm, Ni: 0.0050 ppm) and quantification (Pb: 0.4116 ppm, Ni: 0.1491 ppm) showed to be in accordance with the validation of analytical method criteria. In conclusion, the proposed method can be applied to lead and nickel determination in marine sediment and demonstrates to be appropriate for future projects.

**Keywords:** atomic absorption, lead, nickel, sediment, validation.

---

<sup>1</sup>Estudiante de posgrado de la Facultad de Ingeniería, Facultad de Ingeniería. Universidad Autónoma de Yucatán. Correo electrónico: caragonb@hotmail.com

<sup>2</sup> Profesor del Cuerpo Académico de Ingeniería Ambiental, Facultad de Ingeniería. Universidad Autónoma de Yucatán. Correo electrónico: cponce@uady.mx , giacomán@uady.mx

Nota: El período de discusión está abierto hasta el 1° de noviembre de 2011. Este artículo de investigación es parte de **Ingeniería-Revista Académica de la Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Yucatán**, Vol. 15, No. 1, 2011, ISSN 1665-529X.

## **INTRODUCCIÓN**

La contaminación de los recursos acuáticos y marino-costeros en la región del Gran Caribe, a la que pertenece México, ha sido identificada como un problema de importancia desde 1990 por el Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (PNUMA) y la Comisión Oceanográfica Intergubernamental (COI) a través de la Subcomisión para el Caribe (IOCARIBE) (Beltrán *et al.* 2005, Botello 2001). Por ello, la aportación de información científica actualizada para evaluar con precisión los problemas ambientales mencionados, es una acción prioritaria para todo país y para la región en particular.

El aumento de las actividades antropogénicas en las costas de Yucatán ha provocado un deterioro de los ecosistemas costeros. Dichas actividades comprenden la pesca, la producción de sal, el establecimiento de casas de veraneo, desarrollos de infraestructura de transporte marítimo (Medina 2004), entre otras. Además de los efectos directos, puntuales y observables, la actividad humana suele producir impactos indirectos a través de fuentes difusas de difícil detección, tal es el caso de las aportaciones de aguas contaminadas del manto freático y del vertimiento de contaminantes procedentes del transporte y uso de combustibles fósiles o el de sustancias (pinturas, recubrimientos, lubricantes, etc.) utilizadas para disminuir el deterioro de las construcciones humanas como muelles embarcaciones, artes de pesca, etc. (Medina-González *et al.* 2004).

El tamaño de la flota pesquera, de uso turístico y de transporte en las costas de Yucatán, ha aumentado paulatinamente y de igual forma ha incrementado la cantidad de combustibles fósiles y de metales pesados que llegan a las aguas marinas costeras. Tal es el caso del plomo (Pb) que se encontraba en los combustibles fósiles hasta mediados de los años 90 (Molina *et al.* 2005, Rosas y Rodríguez 1997). Por otro lado el plomo (Pb), el cadmio (Cd), zinc (Zn), níquel (Ni) y hierro (Fe) se encuentran en recubrimientos y pinturas de los barcos y motores (Medina-González *et al.* 2004).

Los metales se hallan presentes formando parte de los seres vivos y de la corteza terrestre. Algunos metales son necesarios para los seres vivos, pero pueden llegar a ser tóxicos si rebasan ciertas concentraciones, a estos últimos se les llama con frecuencia “metales pesados”. Químicamente se entiende por metal pesado aquel cuya densidad es mayor de  $5\text{g cm}^{-3}$ , pero la costumbre ha hecho que la connotación se emplee para aquellos que son tóxicos; aunque en realidad

actualmente el término es indistinto y se usa para denominar a los grupos de transición y postransición (Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb y Zn), y el de los metaloides (As y Se) (Jiménez 2001).

Todos los metales pesados, ya sean biológicamente esenciales o no, son potencialmente tóxicos para los organismos a un umbral de biodisponibilidad. Detectar y cuantificar la presencia de metales pesados en el entorno marino y costero es importante ya que a diferencia de la mayoría de los contaminantes orgánicos, estos no son eliminados de los ecosistemas acuáticos por procesos naturales, además debido a que la mayoría de ellos se van acumulando en el sedimento o en seres vivos (Marín 2007). Con este fin y dado que en México no existe un método normado para la determinación de metales en sedimentos marinos, se plantea la necesidad de establecer un método preciso, de bajo costo y que pueda ser empleado por instituciones que no cuentan con equipos de alta resolución (como un ICP-MS), para determinar este tipo de contaminantes, a través de la evaluación del níquel y plomo, empleando espectroscopia de absorción atómica por flama.

En este contexto es importante también considerar que la mayoría de las muestras de sedimento de mar pueden ser digeridas; sin embargo el cuarzo, los silicatos, los carbonatos, el dióxido de titanio, la alúmina y otros óxidos, componentes de la matriz pueden interferir con los resultados actuando como agentes quelantes (USEPA 2007).

Con base en los estudios realizados por Mendoza y Ortiz-Pérez (2000), quienes a partir de diversas técnicas de análisis, entre ellos el granulométrico, determinaron la presencia de cuatro clases texturales de sedimentos para la región de la península de Yucatán, las cuales se enlistan a continuación: a) arena - el contenido de arena es superior a 90%; b) arena lodosa - el contenido de arena varía entre 50 y 90%; c) lodo arenoso - el contenido de arena varía entre 10 y 50% y d) lodo - el contenido de arena es inferior a 10%. Para la zona costera de Yucatán, que comprende la plataforma interna—es decir, la porción de la planicie sumergida que inicia en la línea de costa y finaliza aproximadamente en la isobata de los 50 m—, se encontró que ésta cuenta con una pendiente que varía de 0 a 1% (Mendoza y Ortiz-Pérez 2000). Es importante resaltar del estudio realizado por Mendoza y Ortiz-Pérez (2000) que las rocas que conforman la plataforma interna son las margas, calizas autigénicas y biogénicas de la Formación Carrillo Puerto, donde la textura de estos sedimentos varía de arena media a fina. Este tipo de sedimentos fue denominado por Logan (1969) como Unidad

Sedimentaria Manto-Progreso En los alrededores del Arrecife Alacrán, se encuentran grandes depresiones cerradas de origen cárstico. La *Plataforma continental terrígena interna* se caracteriza por la gran influencia continental, es decir, el aporte de material erosionado en el continente. La textura sedimentaria corresponde principalmente a limos y arcillas con importantes concentraciones de microorganismos planctónicos y bentónicos, especialmente de foraminíferos. La Plataforma continental terrígena externa inicia a los 50 mbnm y finaliza a los 200 mbnm. Se caracteriza por presentar bancos duros, sepultados por depósitos terrígenos; presenta una textura fina, al estar constituida por fragmentos de foraminíferos y minerales silíceos. La unidad se desarrolla sobre rocas que corresponden a la formación Carrillo Puerto, anteriormente descrita. Otros estudios sobre la caracterización de la caliza en la Formación Carrillo Puerto hacen ver que el sahcab (material de la región) está compuesto básicamente por carbonatos de calcio en un 80% y de carbonato de magnesio en un 11% resultando esto en un 91% de carbonatos, representando solamente un 2% el contenido promedio de arcilla (Pacheco y Alonzo 2003). De las pruebas químicas se pudo determinar además que materiales como: sulfatos, sílice, nitratos, cloruros y óxido de hierro representan tan solo en promedio un 7% del contenido mineralógico. También diversos estudios hacen ver la presencia de silicatos en aportaciones de agua dulce proveniente del continente en concentraciones relativamente altas, desde los 40  $\mu\text{mol L}^{-1}$  hasta 236  $\mu\text{mol L}^{-1}$  (Valdez y Real 1998, Herrera-Silveira 2006, Tapia *et al.* 2008), por lo que no se puede dejar sin considerar la presencia de silicatos que pueden interferir en los análisis de la determinación de metales pesados en sedimento marino.

Es por ello que, para que un método analítico se pueda utilizar para un analito específico en una matriz determinada, la validación debe ser implementada primero en los laboratorios, como un procedimiento a aplicar, para de ese modo asegurar la confiabilidad en los resultados. Para ello es importante el uso de una instrumentación definida (ya sea de alta resolución o que sea accesible a diversos usuarios), un tratamiento de la muestra apropiado, en un laboratorio adecuadamente equipado y con personal debidamente calificado (Cortés y García 2009). De ahí que, se pueda definir la validación como el proceso por medio del cual se determina la calidad de una metodología, para ser capaz de producir resultados analíticos útiles y de certeza científica. Está es una decisión importante en el proceso de investigación, ya que los parámetros de funcionamiento del método son comparados con los requerimientos en cuanto a su

certidumbre (Taylor 1983).

En el marco del convenio de colaboración establecido entre la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Yucatán y la Administración Portuaria Integral de Progreso Yucatán (API) para realizar un estudio de la calidad del agua en la región costera de la zona de Progreso debido a la influencia de las actividades que se desarrollan en el área portuaria, se realizaron los trabajos de investigación relacionados con la evaluación de los parámetros de la calidad del agua de mar que existen en dicha zona. Así mismo, como una extensión de las actividades, se llevó a cabo el análisis en sedimento marino con el fin de establecer una metodología a través de la cual se puedan determinar las concentraciones de metales pesados que pudieran encontrarse en el mismo y de esa forma tener indicadores adicionales para evaluar la salud y calidad de los ecosistemas costeros, de forma veraz y confiable, siendo la validación el procedimiento que permite tener garantía de ellos.

La zona de estudio, localizado en el litoral de la península de Yucatán, en los 21° 17' N y 89° 40' O, cuenta con un área para embarcaciones mayores de pesca y de pesca ribereña; una marina para yates, instalaciones para deportes acuáticos: buceo, veleros, moto esquí, excursiones en lanchas, pista de canotaje así como diversas actividades recreativas en las playas del lugar. También en la zona se encuentran recintos para la industrialización de productos pesqueros y otras actividades conexas como la operación de dos astilleros, que de una u otra manera impactan los ecosistemas marinos como probables contribuyentes de metales pesados.

El objetivo de éste trabajo es evaluar la confiabilidad del método para determinar níquel y plomo en sedimento de mar por espectroscopia de absorción atómica por el método de flama. Los parámetros de validación utilizados fueron los sugeridos por la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA 2008) como son: la precisión, exactitud, linealidad, límite de detección y de cuantificación.

### **METODOLOGÍA**

La parte metodológica que se empleó en el análisis se presenta en dos secciones: la primera es el tratamiento de muestra, la cual consta de la preparación, determinación y evaluación de las concentraciones existentes, y la segunda sección consta de la evaluación de los parámetros de validación para el método correspondiente.

#### **Tratamiento de muestras**

Para la preparación de la muestra se tomaron 0.9 g

(peso seco) de sedimento de mar libre de contaminantes (tomado de la región de estudio como matriz referente de este trabajo), y se colocaron en un tubo de teflón con 5 mL de agua destilada grado reactivo, después se adicionaron 30 mL de agua regia (HCl : HNO<sub>3</sub>; 3:1) calidad instra de la marca JT Baker y 1 mL de HF puro marca “Técnica Química”. Se sometió a digestión en un equipo Mars 5 (CEM Corporation, Matthews, N C., EE.UU.), con una rampa de temperatura de 25 °C min<sup>-1</sup> hasta alcanzar los 180°C y manteniendo la misma 10 minutos.

A fin de garantizar que no exista alguna pequeña partícula que pudiera obstruir los ductos hacia la esfera de impacto en el proceso de atomización de la muestra, una vez realizada la digestión, las muestras se filtraron con papel Wathman # 40 aforándose después con agua destilada en un matraz volumétrico de 100 mL. Esta muestra ya preparada se trasvasó a una botella de polietileno para su preservación.

$$LD = \bar{X} + 3\delta_B \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde  $\bar{X}$  es la media de los blancos  
 $3\delta_B$  = Desviación estándar de los 10 blancos

$$LC = \bar{X} + 10\delta_B \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde  $\bar{X}$  es la media de los blancos  
 $10\delta_B$  = Desviación estándar de los 10 blancos

### **Linealidad**

Se prepararon 3 curvas de calibración de cada metal de las siguientes concentraciones: 0.0, 0.3, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0 y 7.0 ppm. Las soluciones para la lectura de la curva se prepararon con 30 mL de agua regia, 1mL de HF, la cantidad de estándar correspondiente del metal de níquel y plomo (ambos estándares de 1000 ppm JT BAKER) aforándose a 100 mL con agua destilada. Después se realizó un promedio de los datos analizados en el equipo de absorción atómica y así se determinó también su coeficiente de correlación (Cortés y García 2009, Cortés 2010).

### **Precisión**

Para la determinación de la precisión (Villegas *et al.* 1998) se procedió a tratar por quintuplicado una muestra de sedimento de mar (libre de contaminantes) enriquecida con 1ppm de los metales que se evaluaron (Pb y Ni), esto debido a que en esta concentración, el equipo pudiera dar una lectura adecuada y reproducible. Posteriormente se determinó la media y la desviación estándar de las concentraciones obtenidas para obtener el coeficiente de variación (CV, es el valor en términos de porcentaje de la

Las soluciones resultantes fueron analizadas por medio del equipo de absorción atómica en la modalidad de flama (llama aire-acetileno) de la marca VARIAN modelo AA240FS (Varian, Inc. Palo Alto, CA. EE.UU.).

### **Evaluación del método**

Para la evaluación del método se describen a continuación los criterios aplicados:

### **Límite de detección y de cuantificación**

Para la determinación del límite de detección (LD) y de cuantificación (LC) (Villegas *et al.* 1998, Cortés 2010) se realizaron 10 réplicas del blanco (5 mL de agua destilada + 30 mL de agua regia + 1 mL de HF), se analizó Pb y Ni en el equipo de absorción atómica aplicándose la (Ec. 1) y (Ec. 2) para la obtención de resultados.

relación entre la desviación estándar y de la media de los datos). El valor obtenido representa la precisión del método.

### **Exactitud**

Para la determinación de la exactitud se empleó el método de añadido recuperado establecido por Cortés y García (2009) y Cortés (2010). Se preparó por quintuplicado réplicas de una muestra de sedimento de mar libre de contaminantes previamente verificada por medio del horno de grafito (instrumento de mayor sensibilidad), la cual (muestra en estado sólido) fue enriquecida con 1ppm de los metales en estudio (preparadas con soluciones estándar de 1000 ppm JT BAKER al no contar con el estándar NIST al momento de la realización del análisis) y como blancos otras replicas sin enriquecer. A partir de los resultados obtenidos se determinó el error absoluto (Ec. 3), con lo cual posteriormente se determinó el error relativo (Ec. 4) de las concentraciones de las réplicas analizadas, se realizó un promedio de los resultados del error relativo, y dicho valor se le resto a 100. El valor obtenido representa la exactitud del método.

$$\text{Error absoluto} = \text{Valor medido} - \text{Valor tomado como exacto} \quad (\text{Ec. 3})$$

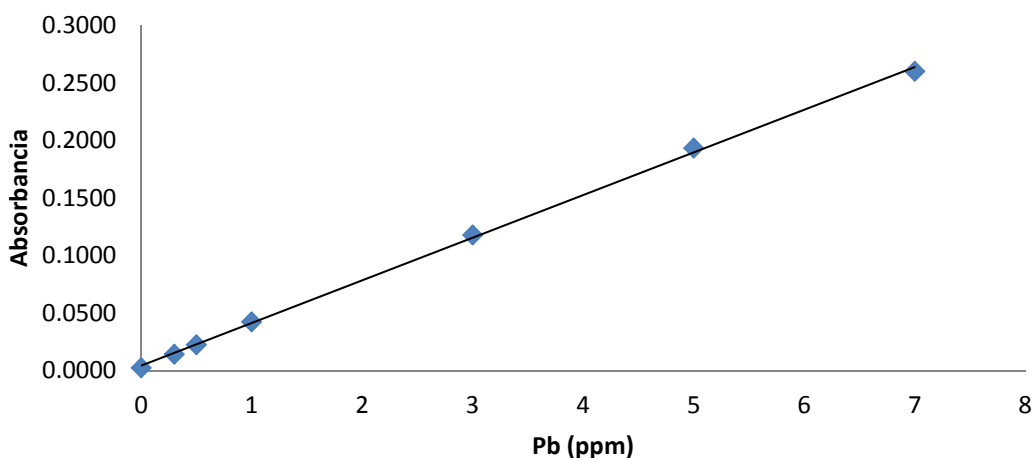
$$\text{Error relativo} = \left[ \frac{\text{Error absoluto}}{\text{Valor tomado como exacto}} \right] * 100 \quad (\text{Ec. 4})$$

**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

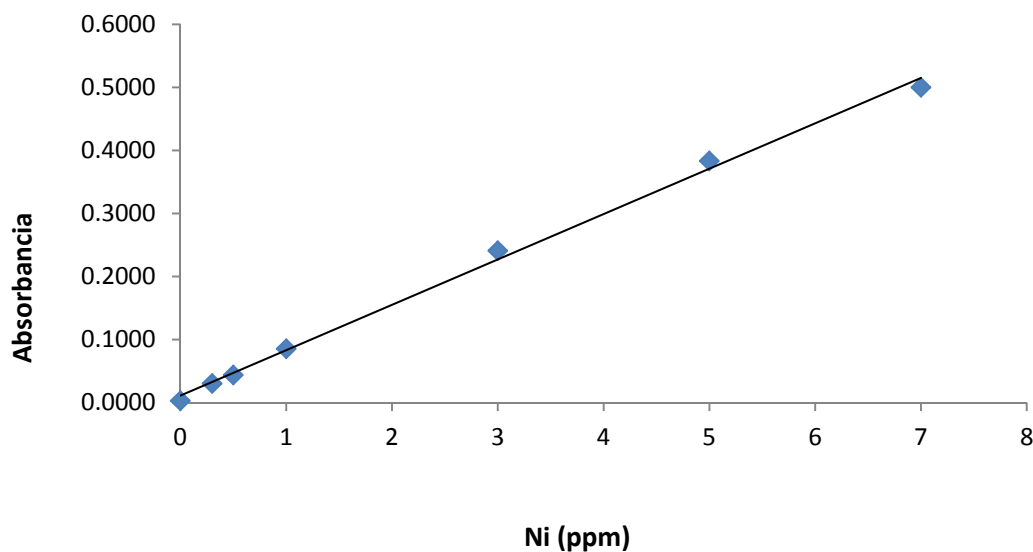
**Linealidad en las curvas de calibración**

Para la evaluación del método analítico a emplearse en la determinación de metales en sedimento de mar, se procedió en primera instancia a realizar curvas de calibración en un rango de 0 ppm - 7 ppm, usando 7 puntos considerando tener 4 puntos en la zona de mayor sensibilidad (0 ppm – 1 ppm).

Las curvas de calibración para el Pb y Ni (Fig. 1 y 2) mostraron linealidad ya que obtuvieron un coeficiente de correlación de 0.9995 y 0.9985 respectivamente. Estos coeficientes de correlación son aceptables según la EMA (2008). El intervalo lineal que se maneja es muy amplio (0.3 ppm – 7.0 ppm) y permite tener más seguridad de que la concentración de la muestra de sedimento marino sea cuantificable dentro de dicho intervalo.



**Figura 1.** Curva de calibración promedio para el plomo.



**Figura 2.** Curva de calibración promedio para el níquel.

**Límite de detección**

El límite de detección del Pb encontrado a través de los análisis realizados mostró una relación de dos órdenes de magnitud mayor respecto a la del Ni, siendo estos valores de 0.1409 ppm y 0.0056 ppm respectivamente. Dado que el valor del límite de detección de Pb (0.1409 ppm) es un orden de magnitud mayor al límite de toxicidad para peces y es del mismo orden de magnitud que el límite de toxicidad para humanos (que es de 0.5 ppm) (Villegas et al. 1998, Cortés 2010), la determinación de Pb mediante el método de absorción atómica en flama evaluado es factible con un buen grado de certidumbre, pero se debe tener en cuenta que tiene una baja sensibilidad en el orden de miligramos por litro. En el caso del Ni se obtuvo una mejor sensibilidad, ya que presentó un límite de detección menor (0.0056 ppm).

**Límite de Cuantificación**

El límite de cuantificación se determinó aplicando la fórmula según Villegas et al. (1998) para obtener la concentración mínima del analito que podía determinarse con un nivel de exactitud y precisión aceptable. Para la determinación del Pb se obtuvo un límite de cuantificación alto (0.4116 ppm), lo cual es debido a la alta variabilidad del método, incluso se encuentra por encima del límite de detección que recomienda el equipo (0.3 ppm).

En el caso del Ni, se encontró que el límite de cuantificación era de 0.1491 ppm. Este hecho hace ver que la cuantificación de Ni por el método de Flama en Absorción Atómica sólo es posible para valores arriba de 0.3 ppm, ya que se toma entonces como límite de cuantificación, el del instrumento, independiente del hecho de haber obtenido el límite de cuantificación del método más bajo. Este caso está relacionado con el proceso de atomización en la flama y sensibilidad del equipo.

**Precisión**

La precisión es expresada como repetitividad y de acuerdo a lo que establece la APHA, AWWA y WFF (1992), los coeficientes de variación no deben superar el 5%. En este trabajo los coeficientes de variación obtenidos fueron de 4.74% para el Pb y 4.78% para el

Ni, lo que indica que el método se encuentra dentro de los lineamientos permisibles.

**Exactitud**

Para la evaluación de la exactitud, el OAA (2003) señala que en caso de no existir un material certificado se puede realizar un ensayo de recuperación. Según la AOAC (2002) para concentraciones de 0.1 ppm – 10 ppm, se tiene un rango porcentual de recuperación de 80 a 110. De las muestras que se emplearon en este trabajo se obtuvieron resultados arriba del 95% para Pb y Ni (Tablas 1 y 2, respectivamente), lo cual indica que el método cumple con los parámetros de exactitud.

Un detalle importante a considerar y discutir es el uso de agua regia y el HF para la digestión de los sedimentos marinos. Según la UNEP (1995) la combinación de HF con agua regia ayuda a la disolución total de silicatos. En este trabajo se notó la presencia de muy escasas partículas (probablemente silicatos remanentes) después de la digestión, por lo que, para evitar fallos en la inyección de las muestras sobre la esfera de impacto del atomizador, se prefirió filtrar las mismas. Este hecho de partículas remanentes se debió probablemente a la poca cantidad de HF (1 mL) utilizado para la digestión. A pesar de quedar un ligero remanente de partículas no digeridas, se obtuvieron buenos porcentajes de recuperación para el Pb (96.74%) y Ni (95.93%). Otros tipos de ácidos fuertes (con o sin HF), no son recomendables dado a que no disuelven totalmente los sedimentos sobre todo los que contengan silicatos (UNEP 1995).

Dado que la mayoría de estudios de sedimentos marinos presentan concentraciones de metales aproximadamente en partes por billón, se utilizó 0.9 gramo de muestra con el fin de que sea detectable y cuantificable en el equipo de absorción atómica de flama (UNEP 1995).

**Resumen de resultados de la validación**

De los resultados que se determinaron en el equipo de Absorción Atómica se elaboró la Tabla 1 en la que se describen los parámetros encontrados en el proceso de evaluación del método.

**Tabla 1.** Parámetros de calidad para la evaluación del método para determinación de Pb y Ni por absorción atómica.

<b>Parámetro</b>	<b>Pb</b>	<b>Ni</b>
Rango lineal (ppm)	0.3-7.0	0.3-7.0
Coefficiente de correlación (R)	0.9995	0.9985
Límite de detección (ppm)	0.1409	0.0050
Límite de cuantificación (ppm)	0.4116	0.1491
Precisión (% CV)	4.76	4.78
Exactitud (%)	96.74	95.93

## **CONCLUSIONES**

Se presentaron buenos porcentajes de precisión (Pb 4.76 %y Ni 4.78%), exactitud (Pb 96.74% y Ni 95.93%) y linealidad (Pb 0.9995 y Ni 0.9985) para el Pb y Ni.

Los límites de detección fueron considerados adecuados para el Pb (0.1409 ppm) y Ni (0.0056 ppm).

El límite de cuantificación en el caso del Ni (0.1491 ppm) es adecuado, sin embargo el límite de cuantificación del Pb (0.4116 ppm) es relativamente alto.

El método propuesto para la determinación de Pb y Ni en sedimento marino demostró ser adecuado en un intervalo lineal de 0.3 ppm - 7 ppm para el Ni y 0.41 ppm - 7 ppm para el Pb, ya que presentan una

precisión y exactitud apropiadas, por lo que resultan ser adecuadas para el análisis de sedimento marino para proyectos posteriores.

Se sugiere utilizar una mayor cantidad de HF y tiempo de digestión y menor cantidad de agua regia para lograr disolver el sedimento marino y así mejorar los porcentajes de recuperación y evitar variación.

## **Reconocimientos**

A la Asociación Portuaria Integral de Progreso que con el financiamiento del Proyecto “Estudio de la calidad del agua en la región costera de la zona de Progreso debido a la influencia de las actividades que se desarrollan en el área portuaria”, permitió que se llevará a cabo este trabajo y al Q.I. Javier Frías Tuyín (Técnico del laboratorio de Ingeniería Ambiental), por su apoyo en el muestreo.

## **REFERENCIAS**

AOAC (2002). Guidelines for single laboratory validation of chemical methods for dietary supplements and botanicals. The association of analytical communities. Disponible en: URL: [http://www.aoac.org/Official\\_Methods/slv\\_guidelines.pdf](http://www.aoac.org/Official_Methods/slv_guidelines.pdf)

APHA, AWWA, WFF. (1992). Standard methods for the examination of water and wastewater, 18va edición. American Public Health Association, EE.UU. Washington, DC.

Beltrán J., Villasol A., Botello A.V., Palacios F. (2005). *Condición actual del ambiente marino-costero de la región del Gran Caribe*. En Golfo de México contaminación e impacto ambiental: diagnóstico y tendencias, Botello A.V., Rendón-von Osten, J., Gold-Bouchot G., Agraz-Hernández C. (Eds.), 1-24. Universidad Autónoma de Campeche, Universidad Nacional Autónoma de México. México, DF.

Botello A. (2001). La contaminación marina y la urgencia de su legislación. Instituto de Ciencias del Mar y Limnología, UNAM, México, DF.

Cortés C. R. (2010). Validación de métodos. Docto. No. MP-CA005-02 Entidad Mexicana de Acreditación (EMA). México, DF.

Cortés C. R., García R. E. (2009). Validación con base en los criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 en mediciones químicas y físicas. Entidad Mexicana de Acreditación. México, DF.

EMA (2008). Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones analíticas que emplean las técnicas de espectrofotometría de absorción atómica y de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente. Fecha de emisión 2008-04-30, fecha de entrada en vigor 2008-05-15, revisión 01. México, DF.

Herrera-Silveira, J.A. (2006). *Lagunas costeras de Yucatán (se, México): Investigación, diagnóstico y manejo*. ECOTROPICOS 19(2): 94-108

Jiménez Cisneros B. E. (2001). La contaminación ambiental en México: Causas, efectos y tecnología, 2a edición. Limusa, México, D.F.

Logan B. W. (1969), *Coral reefs and banks, Yucatán Shelf, México (Yucatán Reef Unit), Mexico carbonate sediments and reefs, Yucatán shelf, Mexico* A. A. P. G., 1969, Memoir 11, Oklahoma, USA, PP. 129-198.

Marín Guirao L. (2007). *Aproximación ecotoxicológica a la contaminación por metales pesados en la laguna costera del mar menor*. Tesis de doctorado. Departamento de ecología e hidrología. Universidad de Murcia. España.

Medina I. (2004). *Efectos de una construcción en el mar sobre el estado trófico de la zona marina adyacente: el puerto de altura de Progreso, Yucatán*. Tesis de Maestría, CINVESTAV del I.P.N. Unidad Mérida, Yucatán, México.

Medina González R., Zetina Moguel C., Comas Bolio M., Pat Canul R. (2004). *Concentración de Cd, Cr, Cu y Pb en sedimentos y en tres especies de pepino de mar (clase holothuroidea) de las costas del estado de Yucatán, México*. Ingeniería-Revista Académica de la FIUADY, 8 (2) 7-19.

Mendoza M., Ortiz-Pérez M.A. (2000). *Caracterización georfológica del talud y la plataforma continentales de Carnapeche-Yucatán, México*. Investigaciones Geográficas, Boletín del Instituto de Geografía, UNAM. Núm. 43(2000) 7-31

Molina M., Mena-Brito C., Lacy-Tamayo R., Bazúa Rueda E., Hernández Cano G., Montero Aguilar S., Venegas-Servín J. (2005). "Evaluación costo beneficio de la mejora en la calidad de los combustibles automotores en el país. Centro Mario Molina" [http://xsei.centrogeo.org.mx/vedet/biblioteca/mex\\_deg/EVALCOSTO-BEnEFI\\_VE-EA.pdf](http://xsei.centrogeo.org.mx/vedet/biblioteca/mex_deg/EVALCOSTO-BEnEFI_VE-EA.pdf)

OAA, Organismo Argentino de Acreditación (2003). Guía para validación de métodos de ensayo. Código: DC-LE-05. Disponible en: <http://www.oaa.org.ar/evaluadores/DC-LE-05.pdf>

Pacheco J., Alonzo L. (2003). *Caracterización del material calizo de la formación Carrillo Puerto en Yucatán*. Ingeniería-Revista Académica de la FIUADY 7 (1) 7-19.

Rosas Jaramillo J. A., Rodríguez Martínez N., (1997) *Nuestros productos, Gasolinas, Evolución de los Requerimientos de Calidad de los Productos Petrolíferos*. Revista Octanaje, Año 2, No 13, septiembre-octubre, disponible en Internet, <http://www.ref.pemex.com/octanaje/13gas.htm>.

Taylor J. K. (1983). *Validation of analytical methods*. Journal of Analytical Chemistry, 55 (6), 600-608.

Tapia-González F., Herrera-Silveira, J. A., Aguirre-Macedo M. L (2008): *Water quality variability and eutrophic trends in karstic tropical coastal lagoons of the Yucatan Peninsula*. Estuarine, Coastal and Shelf Science, 76 (2) 418-430.

UNEP (1995). Manual for the geochemical analyses of marine sediments and suspended particulate matter. United Nations Environment Programme. Reference Methods For Marine Pollution Studies, No. 63, 17-22.

USEPA (2007). Method 3051a: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. Revisión 1. US: Gov. Print. Office, Washington, DC.

Valdez D. S., Real E. (1998). *Variations and relationships of salinity, nutrients and suspended solids in Chelem coastal lagoon at Yucatan, Mexico*. Indian Journal of Marine Sciences, 27 (2), 149-156.

Villegas Casares W. A., Acereto Escoffí P. O., Vargas Quiñones M. E. (1998). *Análisis ultravioleta visible. La teoría y la práctica en el ejercicio profesional*. Universidad Autónoma de Yucatán. Facultad de Ingeniería Química. Mérida, Yucatán,

---

Este documento debe citarse como:

Aragón-Briceño, C., Ponce-Caballero, C., Coronado Peraza, V., Giacomán-Vallejos, G. (2011). **Evaluación de un método analítico para la determinación de níquel y plomo en sedimentos de mar por espectroscopia de absorción atómica**. Ingeniería, Revista Académica de la FI-UADY, 15-1, pp 1-8, ISSN: 1665-529-X.