

48

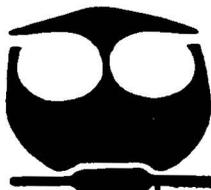


**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

DETERMINACIÓN DE METALES EN NOPAL POR  
MÉTODOS ANALÍTICOS DE ORIGEN NUCLEAR

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
**QUÍMICO DE ALIMENTOS**  
P R E S E N T A :  
**RAFAEL VICENTE NAVA RUIZ**



MÉXICO, D. F.

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**



**EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUÍMICA**

2002



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **JURADO ASIGNADO**

**Presidente:** Francisca Iturbe Chiñas  
**Vocal:** Adolfo García Osuna  
**Secretario:** Javier Miranda Martín del Campo  
**1er suplente:** Juan Diego Ortiz Palma Pérez  
**2do suplente:** María Teresa Plata Jiménez

**El tema se desarrolló en el Departamento de Física Experimental del Instituto de Física de la UNAM**

**Asesor de tema:**

**Dr. Javier Miranda Martín del Campo.**

**Supervisor técnico:**

**M. en C. Esbaide Adem Chahín**

**Sustentante:**

**Rafael Vicente Nava Ruiz**

## AGRADECIMIENTOS

- Al Dr. Javier Miranda, del Instituto de Física de la UNAM. Por el apoyo y confianza que depositó en mí para la realización de este proyecto. Así como por la paciencia mostrada, además de brindarme su valiosa amistad.
- A la M. en C. Esbaide Adem Chahin, del Instituto de Física de la UNAM, por el apoyo y asesoría brindados. Así como la hospitalidad brindada durante todo el trabajo.
- A mis amigos y amigas que estuvieron siempre presentes en los buenos y malos momentos.
- Al Sr. Margarito Vázquez, Técnico del Laboratorio Van de Graff 2 MeV del Instituto de Física de la UNAM por su apoyo en la realización de este trabajo.
- Al Sr. Antonio Ramírez Arce, del Laboratorio del Laboratorio Van de Graff 2. MeV del Instituto de Física de la UNAM por el apoyo brindado en la preparación de las muestras.
- Al Sr. Karim López y al Sr Francisco J. Jaimes, Técnicos del Laboratorio Peletron del Instituto de Física de la UNAM, por su apoyo en la realización de la técnica de PIXE.
- Al M. en C. Eustacio Pérez Zavala y al Físico Juan Carlos Pineda, del Laboratorio Van de Graff 5.5 MeV del Instituto de Física de la UNAM, por su apoyo en la realización del análisis con la técnica de RBS.
- A la M. en C. Lucía Cornejo, del Laboratorio de Biotecnología de Alimentos de la Facultad de Química de la UNAM, por su apoyo en la realización del análisis de Hierro.

- *Al Dr. Miguel Avalos y al Sr. Israel Gradilla, del Centro de Ciencias de la Materia Condensada de la UNAM, por su apoyo en el análisis con EPMA.*
- *Al Sr. Alfredo Sánchez, fotógrafo del Instituto de Física de la UNAM, por las excelentes fotografías.*
- *Y muy especialmente a la Facultad de Química de la UNAM, maestros y compañeros que me acompañaron durante toda mi formación profesional.*

## DEDICATORIA

*Este trabajo esta dedicado muy especial mente y con mucho cariño a mis padres. A tí mamá por tu amor, confianza y tus palabras de aliento que con tu esfuerzo y sacrificio siempre nos sacaste adelante y gracias a tí culmina uno de nuestros sueño porque este logro también es tuyo. A tí Papá que aunque no estas físicamente con nosotros siempre estas conmigo, gracias por tu cariño y apoyo.*

*A mis hermanos por su cariño y la confianza depositada en mí, por todo su apoyo en todo momento. Este logro también es de ustedes.*

*A tí Gaby que con tu cariño, apoyo y comprensión fue posible la realización de uno de nuestros sueños y metas. Gracias Amor.*

*Al Dr. Javier Miranda y a la M en C Esbaide Adem que con su apoyo, confianza y amistad doy un paso más en mi vida y logro una de mis metas.*

*"Creo que los sueños son las únicas mentiras  
que se pueden realizar"*

*"Lo más importante en este mundo,  
no es saber donde estás,  
sino hacia donde vas"*

*Goethe*

# DETERMINACIÓN DE METALES EN NOPAL POR MÉTODOS ANALÍTICOS DE ORIGEN NUCLEAR

<b>Introducción</b>	1
<b>Objetivos</b>	2
<b>1.-El nopal</b>	3
1.1. Antecedentes Históricos	3
1.2. Características morfológicas del nopal	4
1.3. Variedades del nopal	5
1.4. Composición química	10
1.5. Usos del nopal	11
1.6. Distribución y producción	12
<b>2.- Técnicas analíticas de origen nuclear</b>	16
2.2. Emisión de rayos X inducida por partículas (PIXE)	18
2.2.1. Principio físico	18
2.2.2. Dispositivo experimental	23
2.1 Retrodispersión de Rutherford (RBS)	25
2.1.1. Principio físico	25
2.1.2. Dispositivo experimental	28
2.3 Análisis con microsondas de electrones (EPMA)	29
<b>3.- Desarrollo experimental</b>	33
3.1 Obtención y preparación de las muestras	33
3.1.1 Muestreo	33
3.1.2 Limpieza del nopal	34
3.1.3 Secado del nopal	34
3.1.4 Preparación de la muestra	35
3.2 Análisis de las muestras	35
3.2.1 Análisis de RBS	35
3.2.2 Análisis PIXE	36
3.2.3 Análisis de hierro por técnicas espectrofotométricas	37
3.2.4 Análisis EPMA	39
<b>4.- Resultados y discusión</b>	40
4.1 Secado del nopal	40
4.2 Porcentaje de humedad	41
4.3 Resultados de RBS	41

4.4 Resultados de PIXE .....	43
4.4.1 Repetibilidad de la técnica .....	43
4.4.2 Análisis de nopales irradiados .....	46
4.4.3 Análisis entre variedades .....	50
4.5 Resultados de análisis de hierro por espectrofotometría .....	53
4.6 Resultados de EPMA .....	54
<b>5.- Conclusiones .....</b>	<b>56</b>
<b>6.- Bibliografía .....</b>	<b>57</b>
<b>Apéndice I .....</b>	<b>60</b>
<b>Apéndice II .....</b>	<b>63</b>
<b>Apéndice III .....</b>	<b>66</b>

## INTRODUCCIÓN

Tradicionalmente la composición química de materiales se ha determinado por métodos llamados de "química húmeda" o "líquida". Deben su nombre a que el material a analizar se disuelve por medio de ácidos fuertes, y la presencia de los diferentes elementos químicos se determina mediante una serie sistemática de reacciones químicas con reactivos específicos, que rinden productos cuyo color y/o solubilidad son característicos para cada elemento. Este método tiene varios inconvenientes como son: la lentitud en obtener resultados, el requerir de varios productos químicos para su aplicación, el ser una técnica destructiva y requerir de varios gramos de material para conocer su composición.

Utilizando las técnicas analíticas de origen nuclear podemos cuantificar los elementos presentes en el material, siendo técnicas no destructivas que nos permiten en conjunto determinar elementos ligeros y pesados utilizando sólo una muestra. Ejemplos de estas técnicas son la Retrodispersión de Rutherford (RBS) y la Emisión de rayos X inducida por partículas (PIXE).

El desarrollo de las técnicas nucleares está ligado desde su origen con el de los métodos para la detección de la radiación. Esto se debe a que estas técnicas se basan en la incidencia de un haz de iones sobre un blanco (muestra), de manera que se mantenga cierto tipo de radiación emitida por dicho blanco que proporcionará información sobre él. Lo que caracteriza a cada técnica es el tipo de proyectil y la radiación emitida.

En este trabajo se realizaron análisis con técnicas de origen nuclear (PIXE, RBS y EPMA) en nopal, ya que en los últimos años ha tomado gran importancia en la dieta de los mexicanos por sus propiedades medicinales y nutrimentales, aporta al cuerpo humano vitaminas y minerales, y su abundante fibra de tipo soluble contribuye al buen funcionamiento del intestino, ayuda a la digestión, actúa como absorbente de las grasas, sustancias biliares, colesterol y glucosa.

Además de estas técnicas se aplicó espectroscopia de rayos X como método cualitativo y una determinación de hierro por el método colorimétrico para hacer una comparación con PIXE.

Para este estudio se utilizaron muestras de Milpa Alta D. F., San Juan Teotihuacán, Edo. Méx. y de los campos de cultivo de la Universidad Autónoma Chapingo, Texcoco, Edo. Méx., de donde se obtuvieron 5 variedades de nopal. Además de estas muestras se analizaron muestras irradiadas con electrones y rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$  a diferentes dosis para de nopal de San Juan Teotihuacán y Milpa Alta para determinar si existen diferencias entre muestras irradiadas y no irradiadas.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO PARTICULAR**

- ◆ Determinar la concentración de metales en nopal empleando técnicas analíticas de origen nuclear.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS:**

- ◆ Determinar la concentración de los elementos ligeros empleando las técnica de Retrodispersión de Rutherford (RBS).
- ◆ Determinar la concentración de metales empleando la técnica de Emisión de Rayos X Inducida por Partículas (PIXE).
- ◆ Determinar la influencia de la irradiación sobre la concentración de los elementos presentes en la muestra.
- ◆ Comparar la técnica de PIXE con otras técnicas como el Análisis con Microondas de electrones (EPMA) y un análisis de hierro por técnicas espectrofotométricas.
- ◆ Determinar la concentración de elementos en nopal en diferentes variedades..

## CAPÍTULO I

### 1.- EL NOPAL

#### 1.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS

El nopal es una planta que pertenece a la familia Cactaceae y género *Opuntia* y *Nopalea*. Esta familia es endémica del Continente Americano, se distribuye desde Canadá hasta la República de Argentina, lo que significa que antes que el hombre distribuyera plantas de esta familia no existían en Europa, Africa, Asia y Australia.

La evidencia más antigua del uso del nopal se encuentra en las excavaciones de Tamaulipas y Tehuacán, Pue., fechadas hace 7000 años. En ellas se encontraron fosilizadas semillas y cáscaras de tuna, así como fibras de pencas de nopal en cuevas presuntamente habitadas por el hombre.

La historia de nuestro país y el folklore de los pueblos nos permite conocer la importancia que adquirieron las cactáceas entre las tribus prehispánicas, según se observa en los códices monumentales, pinturas, cerámicas y por los numerosos usos que le designaron y que aún persisten en nuestros días.

En la vida económica y social de los Nahuas, las cactáceas desempeñaron un papel relevante, a tal grado que el escudo de Tenochtitlan ostentaba airoosamente un nopal, símbolo que conserva el escudo de nuestro México actual (Bravo Hollins, 1978).

Estas plantas se empleaban en las celebraciones religiosas y algunas fueron elevadas a las categorías de dioses. Se emplearon con frecuencia en la magia, fueron empleadas en la curación de enfermedades, influyeron en forma determinante en la fundación de poblaciones y se le tuvo en gran estima como plantas de ornato. Algunos autores hacen mención que grandes señores como Nezahualcóyotl y Moctecuhzoma Xocoyotzin gustaban de la botánica, a tal grado que durante la época de su reinado fundaron los hermosos jardines de Tetzcutzingo, Tenochtitlan, el Peñón, Oaxtepec, Attilco e Ixtapaluca, que llamaron la atención de los conquistadores por su hermosura.

La domesticación del nopal es una de las principales contribuciones a la agricultura de subsistencia que se practica en las zonas áridas de México y el Mundo. Las experiencias de los agricultores revelan que la domesticación de la planta se inició al establecimiento de los primeros pobladores rurales, donde se desarrolló el sistema de plantación de solares en los traspatios o corrales de las casas. En estos solares el campesino acopió aquellas plantas nativas que servían de alimento, forraje, medicina, ornamento e incluso como cerco vivo. El nopal fue colectado por su alto grado de resistencia a la aridez y su diversidad de usos; al cultivarlo en pequeños espacios facilita la cruce entre diferentes especies de nopal creando nuevas combinaciones; por ello los solares pueden considerarse como reservas genéticas del nopal en México.

A principios del siglo XIX ya se conocían en Europa numerosas especies de cactus, debido a los colectas de los expedicionarios que se unieron a aquéllos que venían a México para la exploración de las minas.

## 1.2. CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS

Todas la variedades del nopal han desarrollado, a través de la evolución, características morfológicas adaptadas a la escasa disponibilidad de agua, a las variaciones extremas de temperatura y, en general, a las diversas condiciones de las zonas áridas y semiáridas del país, a pesar de que algunas especies han colonizado ambientes con mayor previsión de agua. (Granados, 1993)

A continuación trataremos de forma muy breve las características morfológicas de cada uno de los órganos del nopal. (fig 1.1)

**Raíz:** Derivan de la radícula, aunque en ocasiones puede estimularse su desarrollo de raíz a partir del tallo, son raíces típicas o pivotenates con ejes primarios que sirven para fijar a la planta. Generalmente son gruesas, pero no suculentas: su tamaño es proporcional al tamaño del tallo o de la parte aérea. El sistema radicular es perenne permanente, carece de pelos absorbentes mientras el suelo carece de humedad. En cambio, cuando existe agua en el suelo, se estimula el desarrollo de estos pelos y la velocidad de absorción de agua y nutrientes, tornándose predominantemente rápida.



Fig. 1.1 Morfología del nopal

**Tallo:** el tallo es grueso, erecto (en algunas especies rastreras), ramificado y articulado, se compone de un tronco cilíndrico y de ramas aplanadas y discoides (cladodios o pencas), posee cutícula gruesa y está adaptado para almacenar agua en sus tejidos. Cada uno de sus artículos recibe el nombre de pencas, su aspecto es comprimido y tiene forma de raqueta y botánicamente recibe el nombre de cladodios, son de color verde y tiene función fotosintética, ya que presenta abundante parénquima clorofílico.

**Hoja:** Sólo existen en los renuevos de pencas cuando están tiernos. Son hojas cilíndricas y caducas en forma de cuernos; herbáceas en cuyas axilas se hallan las areolas de las cuales brotan las espinas. Las hojas desaparecen completamente al alcanzar la penca cierto grado de desarrollo, o sea en unos cuantos días, en cuyo lugar quedan las espinas.

**Flor:** se produce en las areolas localizadas en la parte superior de las pencas, cada areola produce por lo general una flor aunque no en una misma época de floración, ya que algunos pueden brotar el primer año y otras el segundo o tercero. Sus pétalos poseen colores vivos, amarillo, anaranjado, rosa, rojo, etc., según la especie de nopal. Las flores son grandes, el ovario es infero, unilocular con muchos óvalos y lóbulos del estigma (5 a 10), el androceo posee gran cantidad de

estambres. Son hermafroditas anatómicas. Algunas son unisexuales por atrofia del androceo o del gineceo respectivamente. La floración tiene lugar durante los meses de marzo, abril, mayo aunque hay entidades en las que se realiza en otras épocas del año. Una vez efectuada la fecundación, el perianto se marchita y cae pero a veces permanece adherido al fruto por algún tiempo. (fig 1.2)

**Fruto:** Llamado tuna, es una baya unilocular paliosperma, carnosa de forma ovoide o esférica, sus dimensiones pueden variar según las especies. Tiene semillas lenticulosas con testa clara y arillo ancho, embrión curvo, cotiledones grandes y perisperma bien desarrollado.

### 1.3. VARIEDADES DEL NOPAL

**Nopal Cardón (*Opuntia streptacanthare Lemaire*):** Corpulento arborescente de 5 m de altura con tronco de más de 65 cm de diámetro, ramoso con artículos obovados u orbiculares de 25 a 30 cm de largo y de color verde oscuro, areolas pequeñas y muy cercanos entre sí, espinas numerosas y grandes flores amarillas hasta anaranjadas, fruto muy succulento y con menos semillas de las demás especies. Se distribuye en la zona árida del altiplano (Hidalgo, Querétaro, Guanajuato, San Luis Potosí, Aguascalientes y Zacatecas) hasta el Valle de México, Puebla y Oaxaca.

**Nopal Camueso (*Opuntia robusta var. Larreyi [Weber] Bravo*):** Su altura máxima es de 2.3 m y su tronco es muy definido; artículos obovados hasta orbiculares de 25 a 40 cm de largo de color verde oscuro con muchos gloquidas o ahúches, flores amarillas de 7 cm de largo, frutos semiglobuloso de 10 cm de color púrpura cuando está maduro con pocas semillas. Se distribuye en Hidalgo, Querétaro y Zacatecas. (fig 1.2)

**Nopal Duraznillo (*Opuntia leucotricha De candolle*):** Su altura varía de 3 a 5 m con una gran copa, sus pencas son de forma oblonga u orbicular, pubescentes con areolas muy juntas, su flor es muy grande con anchos pétalos de color amarillo intenso y estilo rojo púrpura. El fruto es una tuna muy diferente a la de las demás especies, su pulpa es fragante y aromática y su cáscara no queda desprendida al llegar a la madurez. Mide de 4 a 6 cm de largo. Se distribuye en la altiplanicie (San

Luis Potosí, Zacatecas, y Durango), donde alcanza su máxima densidad. Existe también en Guanajuato, Querétaro e Hidalgo.

**Nopal Manso** (*Opuntia megacantha Salm-Dyck*): erecto y arbóreo de 4 o más metros, tronco cilíndrico que se vuelve tiñoso con el paso del tiempo, flores amarillas y fruto amarillo claro muy jugoso y rico en azúcares. Su consumo como fruta alcanza grandes volúmenes, siendo una de las más apreciadas. Se distribuye en San Luis Potosí, Aguascalientes, Guanajuato y Zacatecas.

**Nopal de Castilla** (*Opuntia ficus-indica [Linné] miller*) : Planta alta de 3 a 5 m o más, de tallo leñoso bien definido de 60 cm a 1.5 m de altura y de 20 a 30 cm de diámetro. Sus artículos son oblongos hasta largamente obovados de 30 a 60 cm de largo, color verde opaco, espinas casi ausentes, flores de 6 a 8 cm de largo, fruto ovalado. Distribuido en el antiplano mexicano, estado de México y Puebla. (SARH, 1981)

**Milpa Alta**: Es la variedad más importante a nivel nacional por la superficie cultivada y el volumen de su producción que concurre al mercado. Erecto y arbóreo de 4 o más metros, los cladodios son color verde intenso, espinas casi ausentes, flores de 6 a 8 cm de largo, fruto ovalado. Se cultiva en Milpa Alta, D. F. y en Morelos. (Fig 1.3)

**Copena VI y Copena FI**: Fueron desarrolladas por el Dr. Fernando Barrientos en el Colegio de Posgrado en los años 60. La variedad Copena VI tiene como características principales el carecer de espinas, presentar color verde intenso, ser suculenta de buen sabor y con poca acidez. Se cultiva en Hidalgo, México, Guanajuato y Baja California. La variedad Copena FI fue seleccionada como variedad forrajera; sin embargo, por producir gran cantidad de nopalito (se denomina nopalito a la penca del nopal que es destinada a consumo humano) sin espinas, presentar poco mucilago y un color agradable, ha sido cultivado como nopalito en el Estado de México, Tlaxcala, Puebla y Baja California. (Flores, 1997) (Fig 1.4)

**Blanco y Negro**: Se cultiva en los alrededores de Uruapan, Mich. y además de establecerse en el mercado local, concurren a Guanajuato y Jalisco. De allí es enviado a sitios lejanos como Tijuana B. C. N.

**Tamazunchale:** En la sierra del sur de Tamazunchale S. L. P. se cultiva esta variedad que es del género nopalea. Presenta las pencas alargadas, una cutícula gruesa y pocas espinas. (Fig. 1.5)

Existen otras variedades de importancia regional, que no han sido evaluados como son la Moradilla, del Valle de Texcoco, la Atlixco, en Puebla y la de Polotitlán, Norte del Estado de México. (Fig. 1.6)

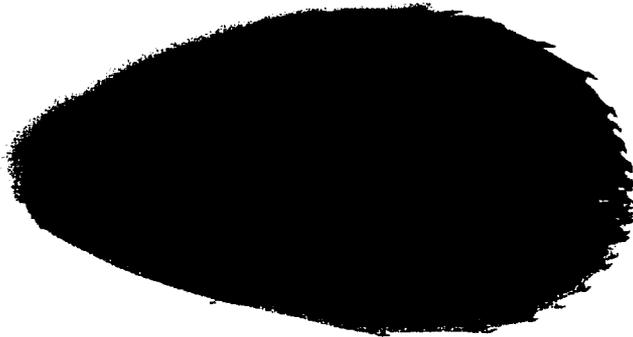


Fig. 1.2 Nopal Camueso (*Opuntia robusta*)

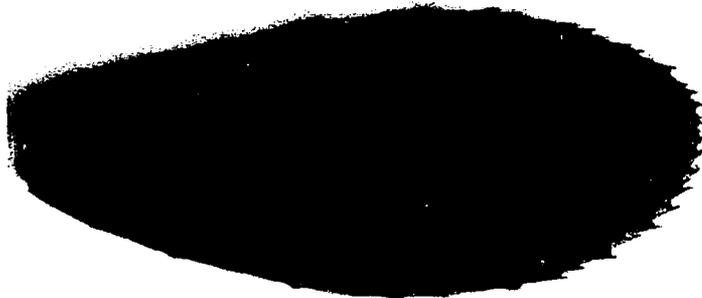


Fig 1.3 Nopal de Milpa Alta



Fig. 1.4 Nopal Copena VI



Fig. 1.5 Nopalea tamazunchale



Fig. 1.6 Opuntia Atlixco

## 1.4. COMPOSICIÓN QUÍMICA

Los nopalitos no constituyen en sí un alimento completo. Sin embargo, forman parte, al igual que otras verduras, de la dieta cotidiana de muchas familias de escasos recursos, sobre todo en las zonas áridas del país.

Dentro de la composición química conocida del nopal, principalmente encontramos un alto contenido de agua, que está en un orden de 90-92.5 %. Entre los minerales que contiene, los principales son el calcio y el potasio, además de magnesio, silicio, sodio y pequeñas cantidades de hierro y aluminio, entre algunos otros (Tabla 1). (Granados, 1993)

En el Tabla 1 se presenta el valor nutrimental.

Tabla 1 Valor Nutrimental del nopal  
Por cada 100g de masa.

Concepto	Contenido
Porción comestible (%)	78.00
Energía (kcal)	27.00
Proteína (g)	2.00
Grasas (g)	0.32
Carbohidratos (g)	5.60
Calcio (mg)	93.00
Hierro (mg)	2.34
Tiamina (mg)	0.03
Riboflavina (mg)	0.06
Niacina (mg)	0.30
Ac Ascórbico (mg)	8.00

Fuente: Composición de los Alimentos Mexicanos INNSZ

El nopal se caracteriza por su alto contenido de humedad, por lo que es succulento pero susceptible al ataque de microorganismos. Esto dificulta su conservación. Otros componentes a considerar son las gomas y mucilagos (conocidos como la baba del nopal) cuya presencia causa problemas de conservación, procesamiento, estabilidad y aceptación del producto por parte del consumidor. Además de carbohidratos (azúcares y celulosa), también contiene proteínas, vitaminas, sustancias pecticas, saponinas, ácidos orgánicos y minerales.

## 1.5. USOS DEL NOPAL

La industrialización del nopal permite la obtención de diversos productos que podemos clasificar en: (Corrales, 1992)

- a) **Artesanías:** las pencas del nopal deshidratadas se utilizan para la obtención de una base fibrosa que permite la manufactura de artículos decorativos muy vistosos. Tienen potencial como artesanías regionales, y se elaboran en algunas zonas de los Estados de México e Hidalgo.
- b) **Cosméticos:** con base en ciertos atributos del nopal y aprovechando una marcada tendencia de la sociedad moderna a mantener características de juventud y de retornar lo natural, han surgido algunas empresas que fabrican jabones, cremas humectantes, champúes y otros cosméticos, incluyendo el nopal dentro de sus formulaciones. Estos productos, por ser supuestamente de origen natural, buscan su aceptación en este mercado, que resulta altamente competitivo.
- c) **Medicinales:** Han surgido diversas empresas que a nivel industrial han desarrollado productos con base de nopal, con fines medicinales o complementos alimenticios. A juicio de algunos médicos especialistas en el ramo, el efecto de muchos de estos productos no es tan potente, en virtud de que los métodos de su elaboración no son los más adecuados y tienden a destruir el o los principios activos naturales o bien, que la falta de efecto se puede deber a las cantidades ingeridas bajo el esquema de cápsulas, pues son tan bajas en cuanto al principio activo requerido que su influencia se diluye. No está suficientemente demostrado que en estas presentaciones (nopal deshidratado en polvo, comprimidos y cápsulas) tengan el mismo efecto que el consumo del nopal crudo o cocinado.
- d) **Productos de la industria extractiva y de la biotecnología:** Del nopal se pueden obtener productos como mucilagos, celulosa, colorantes, aceite comestible de semilla y azúcares que se emplean para la producción de proteína unicelular, alcohol y aguardiente.
- e) **Productos de la industria alimentaria tradicional:** El más importante de estos productos es el queso de tuna, el cual se elabora con la tuna cardona (*O streptacatha*). Se trata de un gel de

fruta de color café claro o café oscuro de consistencia firme, y presentación comercial en prismas rectangulares o cilindros.

- f) **Productos de la industria alimentaria tecnificada:** Actualmente existen empresas que procesa nopalitos principalmente con fines de exportación, dado que la demanda nacional lo prefiere fresco. Los principales productos que se obtienen son los nopalitos en salmuera y en escabeche, salsa de nopal, mermelada de nopal y nopales confitados, siendo el más importante los nopalitos en salmuera.
- g) **Pinturas:** el mucilago del nopal se utiliza como aditivo orgánico por la gran cantidad de pectinas que contiene y sus propiedades de durabilidad y elasticidad. Se ha encontrado presencia de éstas en los murales Mayas. (Hansen, 1999)

## 1.6. DISTRIBUCIÓN Y PRODUCCIÓN

Sólo dos países cultivan nopal verdura: México (con 10,000 ha en plantaciones) y Estados Unidos de América (que cultivan de 50 a 100 ha en plantaciones). En México se utilizan gran número de variedades de nopalitos bajo cultivo; la mayoría pertenecen al género *Opuntia* y sólo dos o tres al género *Nopalea*. Los nopalitos del género *Nopalea* se caracterizan por presentar cutícula gruesa, un color verde brillante, ausencia de espinas y muy pocos "ahuates", lo que facilita su limpieza. Sin embargo, los consumidores (aún los E.U.A.) prefieren las variedades de *Opuntia*, argumentando que tienen mejor sabor.

Las nopaleras cultivadas ocupan poco más de 210 mil ha, de las cuales 150,000 ha son para forraje, 50,000 ha para tuna; 10,400 ha para producir nopalitos y aproximadamente 100 ha para producir grana de cochinilla. (Flores, 1997)

En la producción de nopalitos en México, participan 18 estados, con 10,500 ha, y una producción de 575,575 toneladas (tabla 2). Sin embargo, una entidad (el Distrito Federal) participa con el 71.4% de la superficie, y el 78.2% de la producción (ver tabla 2). Si se considera una población de 100 millones de mexicanos se tiene un consumo per cápita de 5.75 kg al año.

Tabla 2 Superficie cultivada, rendimiento promedio y producción del nopal verdura en 1996.

ENTIDAD FEDERATIVA	SUPERFICIE (ha)	RENDIMIENTO (t/ha)	PRODUCCIÓN (t)
Distrito Federal	7,500	60	450,000
Morelos	450	70	31,500
Puebla	400	40	16,000
San Luis Potosí	350	30	10,500
Michoacán	320	35	10,500
Tamaulipas	300	30	9,000
Guanajuato	280	35	9,800
Edo. de México	200	30	6,000
Baja California	150	60	9,000
Jalisco	120	60	7,200
Oaxaca	100	60	6,000
Aguascalientes	80	30	2,400
Zacatecas	75	30	2,250
Hidalgo	60	40	2,400
Tlaxcala	45	25	1,125
Querétaro	35	20	700
Durango	15	20	300
Sonora	10	80	800
Otros	10	10	100
<b>Sumas</b>	<b>10,500</b>	<b>54.8</b>	<b>575,575</b>

Fuente: INEGI 1997

Se estima que en México existen alrededor de 3,000,000 ha de nopales silvestres con densidad de superficie como para ser aprovechadas económicamente, localizadas principalmente en los estados de Guanajuato, Jalisco, Aguascalientes, San Luis Potosí, Zacatecas, Durango, Chihuahua, Coahuila, Nuevo León, Tamaulipas y Sonora. Los productores utilizan las nopaleras silvestres para recolectar forraje, tuna y nopalitos.

La penca del nopal tapón (*Opuntia robusta*), es recolectada principalmente en los estados de San Luis Potosí y Zacatecas para ser desespinados y empacado en arpilleras, para concurrir en los mercados y sobre todo para llevarlo a las fábricas de la Cd. de San Luis Potosí (La Costeña, Doña María-Herdez, Coronado y otras) que lo procesan, envasan y exportan a E.U.A., Canadá y Europa.

### Tipología de Productores

Se ha encontrado que si bien algunos productores empresariales son exportadores de tuna, en el cultivo del nopal predominan productores campesinos. En el país a la producción de nopalitos se

dedican 8,905 productores, de los cuales el 48% son comuneros, 28% ejidatarios y el 23% pequeños propietarios. Los productores de nopal verdura, cercanos a los grandes centros de consumo, derivan sus ingresos fundamentalmente de la venta de hortaliza, aunque tienen otros ingresos.

### **Importancia económica del nopal**

La superficie dedicada a la producción de tuna y nopalito (60,000 ha) involucra gran número de productores: 20,300 productores de tuna y 8,905 productores de nopalitos. Es evidente entonces que la producción de nopal en México genera empleos, ingresos, divisas, uso alternativo de recursos no aptos para otras actividades, con un favorable impacto ecológico al conservar el suelo en áreas susceptibles de desertificación.

### **Importancia social del nopal**

La producción de nopal ha permitido que grupos marginados y de subsistencia, obtengan empleo, se arraiguen a la tierra, produzcan alimentos y generen ingresos para sus familias.

### **Demanda internacional**

En la medida en que el consumo de nopal verdura está restringido a la comida mexicana, la oferta y la demanda de nopalitos se limita a México y otros países donde existe población de origen mexicano. Otra demanda está constituida en E.U.A. y algunos países europeos y asiáticos donde se consume esporádicamente y en pequeños volúmenes, como alimento exótico.

### **Oferta internacional**

La producción de nopalito, además de México, se realiza en E.U.A. (en los estados de California y Texas principalmente), siendo las variedades más comúnmente utilizadas con pocas espinas, y con una cutícula gruesa, desatendiendo el hecho de que muchos consumidores prefieren las variedades de *Opuntia* de origen mexicano.

Las formas de presentación en que se exporta el nopalito son múltiples como lo veremos a continuación: (Cantwell, 1992)

- a) **Nopalitos frescos con espinas.** Los productores del norte de México (Baja California, Zacatecas, y otras entidades) exportan nopalitos casi todo el año, en tanto que sólo en invierno, al disminuir la producción de California y Texas a causa de las bajas temperaturas, los comerciantes de los E.U.A. solicitan nopalitos a la Central de Abastos del D.F., realizándose los embarques por carretera o esporádicamente en avión.
  
- b) **Nopalito desespinado.** El nopalito de exportación se desespina y corta en trozos pequeños en las ciudades fronterizas (Tijuana, B.C.) con mano de obra barata, se coloca en bolsas de polietileno y en camiones refrigerados se transporta a la ciudad de los Angeles, para su distribución a supermercados, en donde se expende en las mesas con frío.
  
- c) **Nopalito procesado en salmuera o en escabeche.** La exportación de nopalito procesado la realizan gran número de empresas, para lo cual deben cumplir las normas sanitarias y arancelarias y comerciales de México y Estados Unidos (o de otros países a donde esporádicamente se exporta). La forma mas común de procesar es en salmuera, agregando al nopalito, cilantro, cebolla y chile. En escabeche, el nopalito se prepara con vinagre, puede ir solo o comúnmente acompañado de especias, ajo, zanahoria, chile y cebolla. La mayoría de las empresas envasan en vidrio, algunas enlatan y otras preparan en bolsas de polietileno. Las principales empresas procesadoras de nopalitos manifiestan que toda su producción la venden y que si procesaran más, igual la venderían.
  
- d) **Nopalito precocido y congelado.** Recientemente, cuando menos dos empresas han comenzado a preparar nopalito precocido y congelado, empacado en bolsa de polietileno y con el cual han concurrido a los mercados nacionales y extranjeros.

De las importaciones de nopalitos de E.U.A. el 99.90% provienen de México y el 0.10% de Chile, que envió por vía aérea a Nueva York un poco menos de 1.5 t. De las importaciones provenientes de México (1,527.5 t) sólo el 3.40% se envía por vía aérea (51,968 kg). Las

exportaciones de nopalitas procesados se realizan en su mayoría en frascos con nopalitas cortados en salmuera o escabeche.

La exportación de nopalito en fresco tiene un gran mercado en Estados Unidos, Canadá y otros países; pero se ve limitada por tratarse de un producto altamente perecedero, especialmente cuando se maneja y comercializa sin espinas. Da problemas de oxidaciones, marchitamiento excesivo y mal aspecto en general después de dos o tres días, según la temperatura y la humedad relativa. Por otro lado, el producto con espinas es un producto que no tiene aceptación en estos mercados.

## CAPÍTULO II

### 2. TÉCNICAS ANALÍTICAS DE ORIGEN NUCLEAR

El avance de las técnicas nucleares se asoció desde un principio con los métodos para la detección de radiación. La razón es que estas técnicas se fundamentan en la incidencia de un haz de iones sobre un blanco, para producir una radiación secundaria que dará información sobre dicho blanco. Cada técnica se identifica por un tipo de proyectil y de radiación emitida (fig. 2.1).

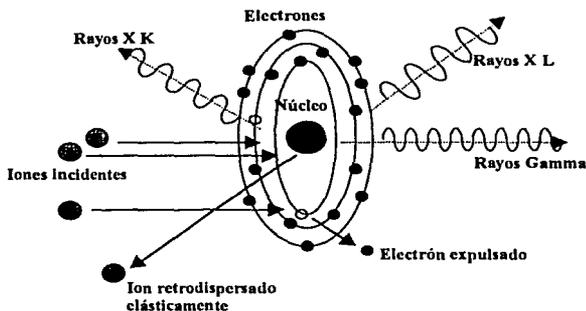


Fig. 2.1 Interacciones de un haz de iones en un átomo.

En el presente capítulo se explican las bases físicas y los dispositivos experimentales de cada técnica de origen nuclear empleada.

La Espectrometría de Retrodispersión Rutherford (RBS) es un método muy bueno para ofrecer información acerca de perfiles de concentración de elementos pesados embebidos en matrices de elementos ligeros. Es una técnica muy sensible y no destructiva. Se basa en la detección de proyectiles retrodispersados por la muestra a analizar. Normalmente se emplea haz monoenergético de partículas alfa, aceleradas hasta alcanzar una energía de unos cuantos millones de electronvolts (MeV). El espectro de energías retrodispersión proporciona una doble información:

la masa del átomo contra el que chocó el proyectil y la profundidad (del orden de decenas de micrómetros) en que se encuentra el átomo blanco. Así pueden obtenerse, por ejemplo, perfiles de concentración de impurezas implantadas en diferentes matrices, o medirse espesores de películas finas e interfaces, al igual que su estequiometría.

Otra técnica ampliamente utilizada es la denominada Emisión de Rayos X Inducida por Partículas (PIXE, del inglés *Particle Induced X-Ray Emission*), que aprovecha la producción de rayos X característicos causados por el bombardeo de la muestra de interés por un haz de iones de energía conveniente. Con ello puede lograrse un análisis, básicamente no destructivo, de alta sensibilidad (hasta mg/kg) de todos los elementos que hay en la muestra con un variado intervalo de concentraciones: se detectan simultáneamente todos los elementos con número atómico mayor a 12, incluyendo elementos mayoritarios y elementos traza.

## 2.1 EMISIÓN DE RAYOS X INDUCIDA POR PARTICULAS (PIXE)

En los últimos treinta años el uso de PIXE abarca diversa áreas científicas y técnicas como: Ingeniería Ambiental, la Arqueometría, las Ciencias de la Tierra, la Biología, la Medicina y últimamente la Química de Alimentos. Es uno de los métodos que ha sido más exitoso para el análisis elemental, basado en aceleradores de partículas. La razón principal es su capacidad de análisis multielemental, con alta sensibilidad y rapidez.

### 2.1.1 Principio físico.

El fenómeno físico básico en PIXE es la ionización de las capas internas de un átomo blanco por la incidencia de un ion positivo, y la consecuente desexcitación del átomo a través del paso de un electrón desde una capa superior para llenar la vacante, resultando en la emisión de un fotón de rayos X para regresar el átomo a su estado base (Fig. 2.2). En este caso hay una competencia con otros procesos, como la emisión de un electrón Auger, o la emisión simultánea de un electrón Auger y un fotón de rayos X (efecto Auger radiativo). La energía del fotón emitido es característica

del elemento en cuestión, por lo cual es posible, mediante la medición de dicha energía, la identificación del elemento.

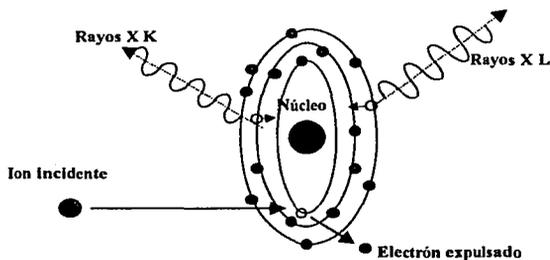


Fig. 2.2 Diagrama del proceso en el que se basa la técnica PIXE

La energía del fotón emitida es característica del átomo y de los niveles de energía entre los cuales ocurre esta transición. De esta manera los rayos X producidos se denotarán en términos de las capas  $K$ ,  $L$ ,  $M$ , ..., dependiendo del nivel donde se haya originado la vacante.

El grupo de rayos X debidos a una vacante en la capa  $K$  se denominan rayos X  $K$  y pueden aparecer como rayos X  $K_{\alpha 1}, K_{\alpha 2}, K_{\beta 1}$ , y  $K_{\beta 2}$ , donde  $\alpha_i$  y  $\beta_i$  con  $i = 1, 2$  corresponden a las transiciones que ocurren de  $L_3$  a  $K$ , de  $L_2$  a  $K$  de  $M_3$  a  $K$  y de  $M_2$  a  $K$ , respectivamente. No obstante hay transiciones que no son posibles en los átomos. En la figura 2.3 se muestran algunas de las transiciones existentes.

Al considerar las transiciones posibles, se observa que no todas tienen la misma probabilidad de ocurrencia; esto dependerá de la probabilidad que hay para ionizar los átomos y de las reglas de selección. A la probabilidad de producir los fotones de rayos X de una línea específica se le denomina *Sección Eficaz de Producción de Rayos X*. Es una magnitud física que depende de diversos factores, como el proyectil, su energía de incidencia, y el átomo involucrado.

Para el caso de las líneas K se relaciona con la probabilidad de ionizar el átomo, o *sección eficaz de ionización*, por medio de la expresión.

$$\sigma_{X,i} = \sigma_{I,K} \omega_K P_i, \quad (2.1.1)$$

donde  $\sigma_{X,i}$  es la sección eficaz de producción de rayos X de la línea  $i$ ,  $\sigma_{I,K}$  es la sección eficaz de ionización,  $\omega_K$  es la producción de fluorescencia (*fluorescence yield*) y  $P_i$  es la intensidad relativa de todas las posibles transiciones que producen radiación en la línea  $i$ . La producción de fluorescencia (que en adelante sólo se identificará como fluorescencia), es el cociente del número total de fotones X emitidos entre el número total de huecos creados en la capa K. Para la capa L (y capas superiores) las expresiones se vuelven más complejas, pues además de las transiciones radiativas de electrones que vienen de capas superiores, se puede dar el caso de transiciones no radiativas entre las subcapas  $L_1$ ,  $L_2$  y  $L_3$ . Así, al tener una vacante en la subcapa  $L_1$ , se puede llenar con un electrón de la subcapa  $L_2$ , dejando a su vez una vacante que podría ocuparse con otro electrón de la subcapa  $L_3$ . El efecto neto es un hueco en  $L_3$ . A estas transiciones no radiativas se le conoce como *transiciones Coster-Kronig*. Para la descripción de las ecuaciones involucradas en estos procesos se puede consultar (J. Miranda, tesis doctoral, 1988).

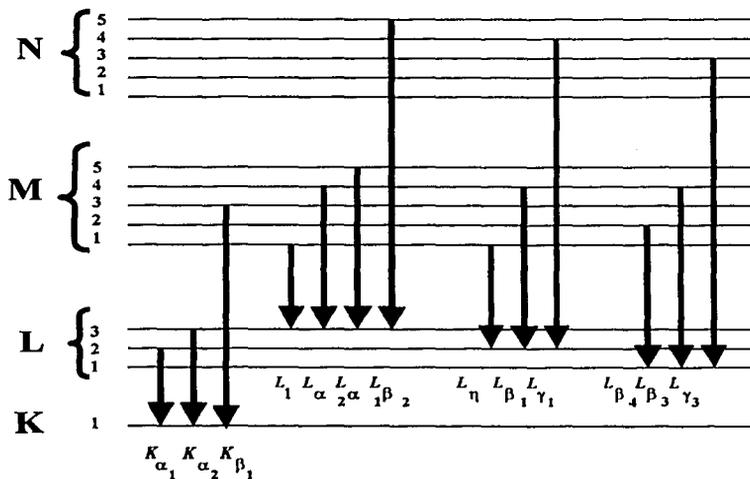


Figura 2.3 Niveles de energía atómicos transiciones que dan origen a rayos X. La nomenclatura se señala en la figura.

Las secciones eficaces de ionización y de producción de rayos X tienen gran importancia tanto teórica como experimentalmente. Las teorías más importantes que tratan de explicar el impacto de iones son:

- La Aproximación de Encuentro Binario (BEA);
- La Aproximación Semiclásica (SCA);
- La Aproximación de Onda Plana de Born (PWBA);
- La corrección ECPSSR a la PWBA.

Los modelos PWBA Y SCA son casi equivalentes, porque las trayectorias rectilíneas consideradas en SCA corresponden a los estados inicial y final del proyectil en PWBA. De todos los modelos, el que mejor se aproxima a los resultados experimentales es el ECPSSR, utilizado para calcular secciones eficaces “de referencia” para el análisis cuantitativo con PIXE. (Miranda, 2000) Para una descripción detallada de las teorías puede consultarse (Miranda, tesis doctoral, 1988)

El análisis cuantitativo con PIXE se puede llevar a cabo con tres tipos de blancos, a saber: el delgado, el intermedio y el grueso. La diferencia entre cada uno radica en la pérdida de energía de los iones en el blanco y la atenuación de los fotones de rayos X dentro del mismo blanco. Para el blanco delgado es posible pasar por alto los dos efectos; en el blanco grueso el proyectil queda detenido por completo y la atenuación de los rayos X es importante, en el blanco intermedio, la pérdida de energía es alta, aunque no total, y ocurre una atenuación de los rayos X que no es del todo pequeña. Para el caso de este trabajo la muestra es gruesa, por lo que sólo se tratará el análisis para blanco grueso.

El análisis cuantitativo con PIXE para el blanco grueso, se da cuando proyectil deposita toda su energía en la muestra y queda finalmente detenido en ella, por lo cual es necesario el conocimiento completo del frenamiento del proyectil en la matriz y la atenuación de los rayos X en la muestra.

Para obtener la ecuación para el número de fotones de rayos X que se producen a lo largo de la trayectoria del proyectil dentro de la muestra, se puede referir a la figura 2.4 .

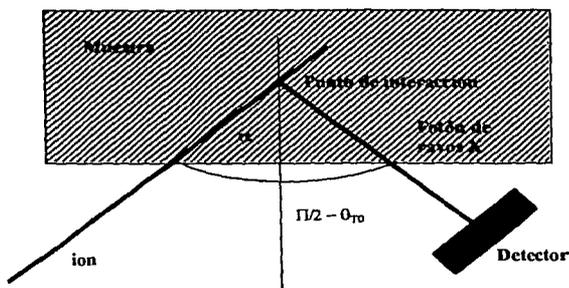


Fig. 2.4 Geometría para el análisis de blanco grueso

Ecuación para blanco grueso:

$$Y(Z) = \frac{N_A \omega_Z b_Z^a \varepsilon_Z N_P C_Z}{A_Z} \int_{E_0}^0 \frac{\sigma_Z(E) T_Z(E)}{S(E)} dE \quad (2.1.2)$$

donde  $N_P$  es el número de proyectiles que incidieron sobre la muestra,  $A_Z$  es la masa atómica del elemento,  $\omega \square_Z$  es la producción de fluorescencia de los rayos X (K ó L),  $b_Z$  es la fracción de los rayos X K ó L totales que aparecen como  $K_{\alpha}$  ó  $L_{\alpha}$ ,  $\varepsilon_Z$  es la eficiencia absoluta del sistema de detección para la línea en cuestión,  $N_{Av}$  el número de Avogadro,  $\sigma_Z(E)$  es la sección eficaz de ionización a la energía de incidencia de los proyectiles  $E$ , y  $S$  es la sección transversal del haz, que se supone tiene una distribución de carga uniforme,  $T_Z(E)$  describe la transmisión de los fotones desde profundidades sucesivas dentro de la muestra, y que se define como:

$$T_Z(E) = \exp \left[ - \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_Z \frac{\cos \alpha}{\sin \theta_0} \int_{E_0}^E \frac{dE}{S(E)} \right] \quad (2.1.3)$$

donde  $(\mu \square / \rho)_Z$  es el coeficiente másico de atenuación para los rayos X del elemento Z en la matriz de la muestra se obtienen de manera semejante a la del frenamiento de los iones en materiales compuestos, considerando las fracciones de masa de cada elemento en la matriz:

$$\left( \frac{\mu}{\rho} \right)_Z = \sum_{i=1}^{N_e} C_i \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_{Z,i} \quad (2.1.4)$$

en donde  $C_i$  es la concentración del elemento  $i$ , mientras que  $(\mu \square / \rho \square)_{Z,i}$  es el coeficiente másico de atenuación de la línea de interés en el elemento puro  $i$ .

En este tipo de análisis cuantitativo es posible medir experimentalmente el número de fotones de rayos X de la línea  $y$ , a través de evaluaciones numéricas haciendo comparaciones con los valores experimentales, realizando iteraciones hasta encontrar una concentración entre éstos y los valores numéricos.

### 3.1.2 Dispositivo experimental

En el análisis cuantitativo con PIXE, un haz de partículas con energía  $E_0$  incide sobre la muestra con un ángulo  $\theta$ ; con respecto a la normal de la superficie del blanco. El material se ioniza y sufre la subsecuente desexcitación emitiendo fotones de rayos X de diferente energía dependiendo del elemento con el cual interactuó el proyectil. Los rayos X emitidos con un ángulo  $\theta$  respecto a la normal de la superficie del material son captados por un detector de estado sólido que se encuentra en esta dirección. Al interactuar los cuantos de radiación con el detector se producen pulsos de diferente altura dependiendo de la energía del fotón que capte. Los pulsos son amplificados para más tarde ser enviados a un analizador multicanal, donde se forma el espectro de PIXE.

En la figura 2.5 se observan los diferentes dispositivos para el análisis PIXE como son: el haz de iones que es producido por un acelerador partículas, el detector de rayos X, un preamplificador, un amplificador y un analizador multicanal.

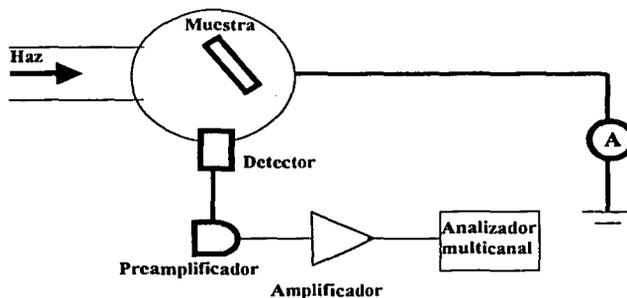


Figura 2.5 Diagrama de un dispositivo experimental para análisis PIXE

El detector puede considerarse como una caja negra que capta una cierta radiación ionizante (fotones y o X, electrones, átomos ionizados, etc.), enviando cierta información sobre la radiación que incidió sobre él. En el caso de PIXE el detector recibe fotones de rayos X que se envían al preamplificador. En principio, podría esperarse que cada cuanto de radiación emitida por la fuente fuera procesado por el detector; sin embargo por limitaciones obvias en tamaño, absorciones y otras, no todas las emisiones de la fuente producen en el detector una señal. De aquí surge el concepto de la *eficiencia de un detector*.

Es posible hablar de dos tipos de eficiencia: la absoluta y la intrínseca. Las definiciones son las siguientes:

$$\varepsilon_{abs} = \frac{\text{Número de pulsos registrados}}{\text{Número de pulsos emitidos por la fuente}} \quad (2.1.5)$$

$$\varepsilon_{int} = \frac{\text{Número de pulsos registrados}}{\text{Número de pulsos incidentes en el detector}} \quad (2.1.6)$$

El primer dispositivo asociado al detector es el preamplificador; su función consiste en recoger la señal del detector y aumentar su amplitud hasta un tamaño procesable por el amplificador. El preamplificador se coloca lo más cerca posible al detector, para tratar de minimizar la impedancia capacitiva del circuito.

El amplificador toma la señal del preamplificador y la aumenta hasta un tamaño que esté dentro del intervalo dinámico del resto de los aparatos para análisis. La forma del pulso es importante para dos cosas: evitar el apilamiento de los pulsos, que consiste en la suma de dos pulsos si el tiempo entre ellos es demasiado corto, y mejorar la razón señal-ruido.

El analizador multicanal recibe las señales de diferentes amplitudes provenientes del amplificador, las clasifica según su amplitud, y acumula el número de pulsos de una cierta altura. De esta manera, registra el espectro de energía de la radiación incidente.

## 2.2 RETRODISPERSIÓN DE RUTHERFORD (RBS)

Esta técnica de análisis de materiales recibe el nombre de RBS en honor al físico Ernest Rutherford por las investigaciones realizadas a principios del siglo XX, y con las cuales llegó a establecer su modelo atómico. Por las características del método también se le conoce como retrodispersión de iones.

### 2.2.1 PRINCIPIOS FÍSICOS

El principio de esta técnica consiste en hacer incidir un haz monoenergético de iones de hidrógeno, helio o cualquier otro elemento (normalmente ligeros), sobre un blanco y como resultado de esta interacción tenemos iones retrodispersados que pueden detectarse y analizarse.

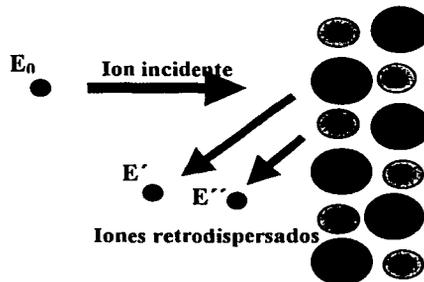


Fig 2.6 Diagrama del proceso en el que se basa la técnica de RBS

La energía  $E$  de los iones retrodispersados por la superficie de la muestra se puede expresar de la siguiente manera:

$$E = KE_0 \quad (2.2.1)$$

donde  $E_0$  es la energía de incidencia del ion y  $K$  se conoce como el *factor cinemático de dispersión*, el cual proporciona información acerca de la masa del átomo blanco. Para un choque elástico,  $K$  puede calcularse considerando la conservación de la energía y el momento lineal, de acuerdo a la

situación mostrada en la figura 2.7. En ella, una partícula de masa  $m_1$  y velocidad  $v_1$  choca elásticamente con otra de masa  $m_2$  que se halla en reposo. Haciendo el análisis apropiado, se puede demostrar que el factor cinemático en el sistema de laboratorio es:

$$K = \left( \frac{m_1 \cos \theta + \sqrt{m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta}}{m_2 + m_1} \right)^2 \quad (2.2.2)$$

donde  $\theta$  es el ángulo al cual se dispersa la partícula incidente.

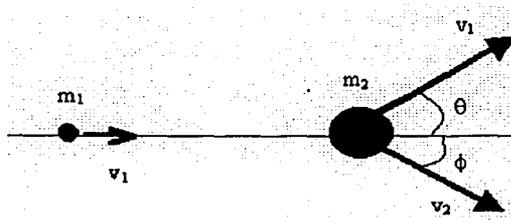


Fig 2.7 Diagrama para el cálculo del factor cinético de dispersión

En los átomos blancos pesados los iones pierden poca energía, mientras que los átomos ligeros absorben mucho de la energía incidente. Del mismo modo, para iones más pesados la pérdida es mayor, y lo mismo ocurre para ángulos mayores. Esto permite distinguir elementos, y aun isótopos, hasta de una masa atómica de cerca de 40 (como  $^{35}\text{Cl}$  y  $^{37}\text{Cl}$ ), si se eligen los parámetros y se tienen las condiciones experimentales adecuadas. Sin embargo, para elementos mucho más pesados, sólo se pueden distinguir si la diferencia en masas entre ellos es del orden de 10 unidades de masa atómica.

La sección eficaz diferencial para dispersión,  $d\sigma/d\Omega$ , en una dirección dada dentro de un ángulo sólido  $d\Omega$ , se define para un átomo del blanco como:

$$\left[ \frac{d\sigma}{d\Omega} \right] = \frac{\text{número de partículas dispersadas en el ángulo sólido } d\Omega}{\text{número de partículas incidentes por unidad de área}} \quad (2.2.3)$$

En un sistema de referencia de laboratorio, la sección eficaz diferencial se puede escribir como:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_0 \sin^2 \theta} \right)^2 \frac{\left( \cos \theta + \left[ 1 - \left( \frac{m_1}{m_2} \right) \sin \theta \right]^2 \right)^2}{\left[ 1 - \left( \frac{m_1}{m_2} \right) \sin \theta \right]^2} \quad (2.2.4)$$

donde  $Z_1$  es el número atómico del proyectil,  $Z_2$  es el número atómico del blanco,  $e$  es la carga del electrón,  $\theta$  es el ángulo de dispersión, y  $E_0$  es la energía del proyectil antes de la dispersión.

La ecuación toma en cuenta el retroceso del blanco, pero si  $m_2 \gg m_1$ , entonces el retroceso es insignificante, y la ecuación se puede aproximar por la siguiente ecuación:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{Z_1 Z_2 e^2}{E_0} \right)^2 \left( \frac{1}{\sin^4 \theta / 2} \right) \quad (2.2.5)$$

También se puede definir una sección eficaz promedio  $\sigma$ , como:

$$\sigma = \frac{1}{\Omega} \int \frac{d\sigma}{d\Omega} d\Omega \quad (2.2.6)$$

donde  $\Omega$  es el ángulo sólido que subtende el detector.

Cuando un ion atraviesa una capa de material, interactúa con los electrones de éste, cediéndoles parte de su energía de una manera aleatoria. Así, después de viajar una distancia  $dx$  dentro del material, pierde una cantidad de energía  $dE$ . Si el espesor de la capa se hace cada vez más pequeño se puede alcanzar un límite, de manera que se puede definir el *poder de frenamiento*  $S(E)$  como:

$$S(E) = \frac{dE}{dx} \quad (2.2.7)$$

A causa de la pérdida de energía de los iones en el material del blanco, la energía de los iones retrodispersados en el interior será menor. La diferencia de energía  $\Delta E$  representa la cantidad de energía perdida por las partículas del haz cuando entran y salen del blanco. Existe una relación directa entre el espesor total del blanco y la diferencia de energía  $\Delta E$ . Para un mayor análisis consultar (J. Miranda, 2000).

La información de RBS se obtiene a partir de la energía de los iones retrodispersados. Pero la forma de estudiar dicha energía consiste en contar el número de partículas que son retrodispersadas con energías que están dentro de intervalos pequeños que cubren a su vez todo el intervalo de energías esperadas como resultado de esa retrodispersión.

La forma y altura del espectro encierra información cuantitativa acerca de la muestra. Existen diversas aproximaciones para obtener dicha información. Para una mejor descripción puede consultarse (J. Miranda, 2000).

### 2.2.2 DISPOSITIVO EXPERIMENTAL PARA RBS

En la figura 2.8 se puede apreciar el dispositivo experimental para aplicar la Retrodispersión de Rutherford, donde el acelerador provee un haz (generalmente de iones de He con una energía de alrededor de 2 MeV) para hacerlo incidir sobre un blanco que se encuentra en la cámara de dispersión, que debe hallarse al vacío. La corriente del haz se integra mediante un digitalizador de corriente y un escalador. El detector de partículas se coloca en la cámara a un ángulo lo más aproximado posible a  $180^\circ$ . A éste se le conecta un preamplificador, el cual envía la señal al amplificador, que a su vez transfiere la señal al analizador multicanal. Aquí finalmente se obtiene el espectro de RBS de la muestra de interés. Actualmente, el analizador multicanal ya se encuentra conectado a una computadora, con la cual es posible hacer el análisis del espectro mediante programas adecuados, para así obtener las características de la muestra, tanto en concentración como en profundidad.

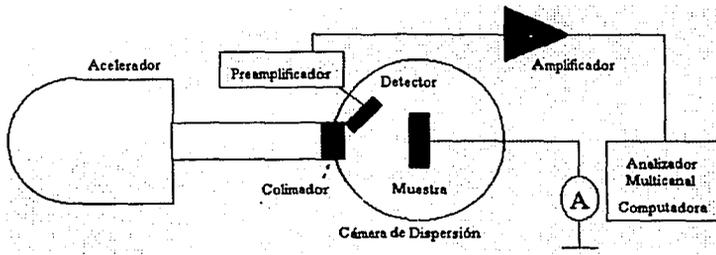


Fig 2.8 Diagrama del dispositivo experimental para RBS

## 2.3 ANÁLISIS CON MICROSONDAS DE ELECTRONES (EPMA)

### 2.3.1 PRINCIPIOS FÍSICOS

En esta técnica las muestras son estimuladas por un haz de electrones, dentro de un microscopio de barrido. Este haz de electrones está acelerado por una diferencia de potencial que va típicamente de 1 keV a 30 keV, cuando el haz de electrones incide sobre la muestra se produce una gran variedad de señales en respuesta a dicho estímulo (fig 2.9), entre ellos luz (llamada catodoluminiscencia), electrones (característicos y retrodispersados), rayos X (característicos y de *Bremsstrahlung*), calentamiento, etc.

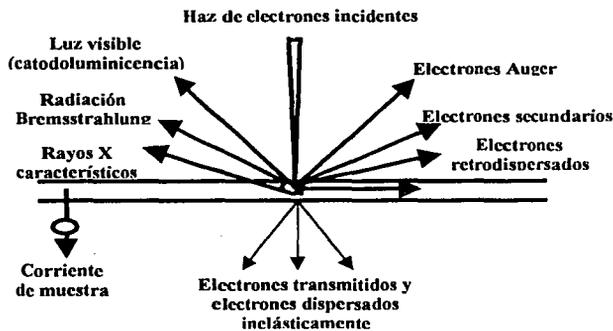


Fig. 2.9 Diagrama esquemático de los principales resultados de la interacción de un haz de electrones con una muestra

En equipos muy elaborados se pueden analizar muchas de estas señales, pero por lo general los equipos cuentan con dos o tres detectores. Una combinación común es tener un detector de electrones secundarios para producir una imagen, junto con un espectrómetro por dispersión de energía, para analizar los rayos X producidos y hacer análisis elementales cualitativos y/o cuantitativos.

A nivel atómico, los procesos de interés pueden entenderse, en primera aproximación, considerando un modelo atómico simple (fig 2.10). Cuando un electrón del haz de bombardeo pasa cerca del núcleo y es dispersado inelásticamente, pierde energía, que aparece como ruido y se le

llama *Bremsstrahlung* o radiación de frenado. Estos rayos X tienen una distribución que aparece en el espectro. Si el electrón dispersa elásticamente no pierde energía y por lo tanto no produce *Bremsstrahlung*. Si el electrón incidente golpea y saca un electrón de una órbita cercana al núcleo, se produce, por tanto, un hueco en una órbita interna, el cual tratará de ser ocupado por un electrón de una capa superior. Suponiendo que el electrón que lo ocupa es de la segunda capa este electrón tiende a perder energía para pasar a un nivel más bajo, esta energía en exceso se emite como un fotón de rayos X. Como los niveles de energía están bien definidos y depende de cada átomo, el valor de energía de este fotón es único y se le llama entonces, característico. Si en vez de emitir el fotón característico, se expulsa un electrón de la capa superior, entonces este electrón (llamado Auger en honor a su descubridor), tendrá también una energía característica y a su vez también puede usarse para hacer análisis químico. Esto es posible siempre y cuando tengamos un detector sensible a estos electrones. La nomenclatura para esta técnica es la misma que la utilizada en la técnica de PIXE. (Ver la parte 2.1.1)

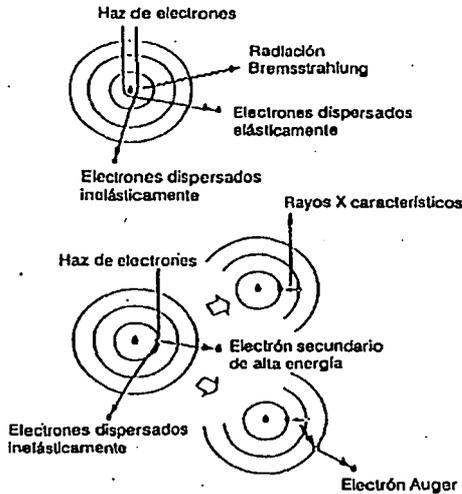


Fig 2.10 Modelo atómico simple que muestra el origen de los rayos X y electrones Auger

Una propiedad importante de los fotones de rayos X es la relación que existe entre su energía y su número atómico, conocida como ley de Moseley

$$E = c_1(Z - c_2)^2$$

donde E es la energía del fotón característico, Z es el número atómico y  $c_1$  y  $c_2$  son constantes para un tipo de líneas en particular. Esta relación es la que hace factible el análisis elemental cualitativo.

### 2.3.2 INSTRUMENTACIÓN

La detección de los rayos X se lleva a cabo mediante un detector de silicio contaminado con litio. Este material tiene la característica de que produce pares electrón-hueco cuando un rayo X pasa por el material. Los electrones son atraídos por un electrodo de oro de potencial positivo que está colocado frente al detector, y los huecos por una respectiva placa de potencial negativo en la parte de atrás del detector. Si el fotón de rayos X tiene mucha energía, produce gran cantidad de electrones y huecos y por lo tanto se detecta una corriente alta. Si el fotón de rayos X tiene poca energía la corriente detectada será poca. De esta manera y con la ayuda de la electrónica asociada (fig 2.11) se van sorteando los rayos X de acuerdo a la energía con la que inciden.

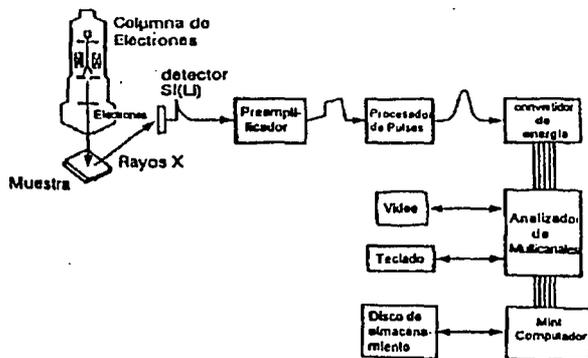


Fig 2.11 Componentes típicos de un sistema de rayos X por dispersión de energía

Al final, el equipo muestra una gráfica del número de eventos con función de la energía, similar a la figura 2.12. En ella se ve muy baja radiación de fondo (*Bremsstrahlung*) y picos que muestran la presencia de oxígeno, aluminio, silicio y fósforo. Con este sistema se pueden detectar todos los elementos de número atómico mayor que 5 (boro).

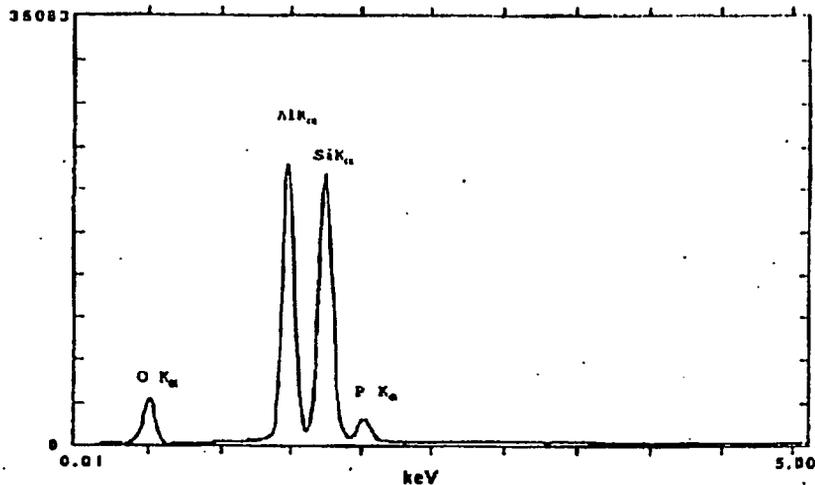


Fig 2.11 Espectro de EPMA en donde los picos corresponden a la  $K\alpha$  de oxígeno, aluminio, silicio y fósforo respectivamente

## CAPÍTULO III

### DESARROLLO EXPERIMENTAL.

#### 3.1 OBTENCIÓN Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

##### 3.1.1 MUESTREO

Para la obtención de las muestras de nopal se realizó un muestreo en la delegación de Milpa Alta, D. F.; en San Juan Teotihuacán, Edo. Méx., en los jardines del Instituto de Física de la UNAM y en los campos de cultivo de la Universidad Autónoma de Chapingo, Texcoco, Edo de Méx. Las variedades de nopal estudiadas fueron:

- ❖ De Milpa Alta: variedad Milpa Alta
- ❖ De San Juan Teotihuacán: variedad *Opuntia ficus-indica*
- ❖ De la UACH de obtuvieron: variedad Milpa Alta, *Opuntia robusta*, Atlixco, Copena VI y Nopalea tamazunchale.

Se obtuvieron muestras de cuatro lugares diferentes para determinar la diferencia de la concentración de metales en nopales de diferentes zonas; también se consiguieron 5 variedades diferentes de nopal cultivadas en un mismo lugar para determinar la diferencia del concentración de metales entre variedades. La muestra de Milpa Alta se escogió porque es una variedad muy consumida en la Ciudad de México.

Todas las muestras fueron recolectadas en los lugares ya mencionados y transportadas en cajas de cartón hasta el laboratorio Van de Graaff de 2 MeV del Departamento de Física Experimental del Instituto de Física, UNAM.

También se obtuvieron muestras irradiadas con rayos gamma y con electrones, proporcionadas por la M. en C. Esbaide Adem Chahin (IFUNAM). Para mayor información sobre el tratamiento de estas muestras se puede consultar (Pérez, 2000).

### 3.1.2 LIMPIEZA DEL NOPAL

La muestra se conservó con las espinas hasta minutos antes de realizar la deshidratación para evitar la oxidación del nopal. Se le quitaron las espinas con un cuchillo de acero inoxidable para evitar interferencias, teniendo mucho cuidado para no dañar el tejido y solamente se eliminaron las espinas.

### 3.1.3 SECADO DEL NOPAL

El proceso de secado se realiza empleando la propiedad de sublimación del agua y se determina mediante la pérdida de masa. Se llevan a cabo los siguientes pasos:

- Se congeló la muestra con  $N_2$  líquido
- Se colocó la muestra en cajas petri y se introdujeron en un desecador con salida para vacío (fig 3.1)
- Se colocó la trampa y conectó el vacío (la trampa permaneció en  $N_2$  líquido en donde se recuperó el agua extraída).
- La muestra debió permanecer congelada.
- Se midió la masa de la muestra determinando la pérdida de masa.
- El proceso de secado terminó cuando se obtuvo una masa constante de las muestras después de 3 mediciones.

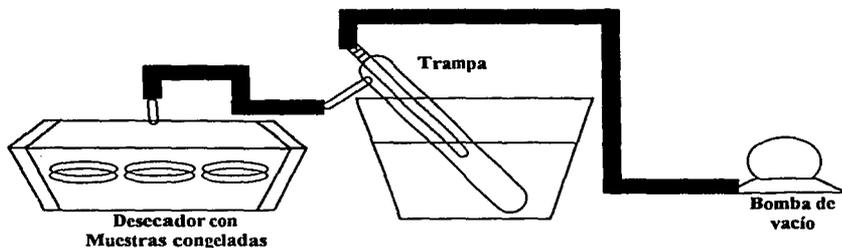


Fig 3.1 Esquema del dispositivo de secado

### 3.1.4 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

El nopal seco se pulverizó en mortero de ágata para evitar interferencias con otro tipo de material; con el polvo obtenido se prepararon pastillas de 1 cm de diámetro y 4 mm de grueso aproximadamente y una masa aproximada de 500 mg. Se utilizó una empastilladora de acero inoxidable aplicando presión de 2.5 t/cm<sup>2</sup> con una prensa hidráulica. La pastilla se utilizó para técnicas PIXE y RBS, ya que no son destructivas.

## 3.2 ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS

### 3.2.1 ANÁLISIS RBS

Con esta técnica se identificaron y cuantificaron elementos ligeros. Se utilizó para este análisis un acelerador de partículas Van de Graaff de 5.5 MeV, que se encuentra en el IFUNAM (fig. 3.2) Se usó un haz de partículas alfa de 2 MeV de energía. El detector fue colocado a un ángulo de 165°, la incidencia del haz sobre la muestra era perpendicular a la superficie de la muestra.

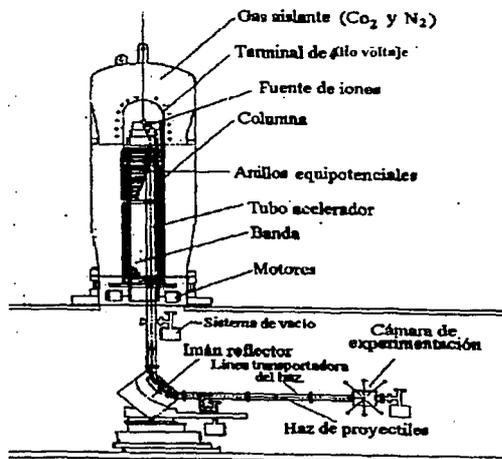


Fig. 3.2 Diagrama general del acelerador Van der Graaff de 5.5 MeV.

Las muestras se colocaron en la cámara de experimentación que tiene forma circular con 6 ventanas que se distribuyen simétricamente a lo largo de la pared lateral. El portamuestras tiene capacidad para 8 muestras y mediante un mecanismo se intercambian para exponerse al haz.

El detector de partículas fue de barrera superficial; el preamplificador usado es del tipo 142B de la marca Ortec (Oak Ridge, Tennessee, E U A); el amplificador que se usó fue el modelo 672 de la marca Ortec. El analizador Multicanal es una tarjeta AD-CAM marca Ortec instalado en una computadora personal

Con esta técnica se analizaron cuatro series de tres muestras, cada una de nopal de Milpa Alta, lo que nos permitirá hacer una valoración de la técnica. Estas mismas muestras se utilizaron para el análisis de PIXE. A estas muestras se les llamara nopal de Milpa Alta (nopal MA)

### 3.2.2 ANÁLISIS PIXE

Se efectuó con un acelerador de iones positivos tipo Peletron NEC, modelo 9SDH-2, (Fig 3.3) que se encuentra en el IFUNAM y los parámetros utilizados fueron:

- Energía del haz de protones: 3 MeV
- Energía del haz en la muestra: 2.67 MeV
- Tiempo de irradiación por muestra: 10 min. (600 s)
- Para el análisis de las muestras se usó el sistema de haz a la atmósfera. (J. L. Ruvalcaba, 2001)
- Detector de Si(Li)

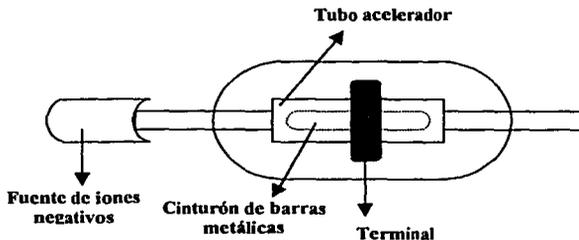


Fig 3.3 Diagrama general del acelerador Peletron.

Se usó un detector de rayos X de silicio contaminado con litio, conocido como Si(Li), marca Canberra; el amplificador que se usó fue el modelo 2026 de la marca Canberra. El analizador Multicanal es una tarjeta PCA3 marca Oxford instalada en una computadora personal

Para calibración del sistema de detección se usaron los materiales de referencia certificados SL-1 y SL-7 (estos materiales son de sedimentos lacustres), del Organismo Internacional de Energía Atómica (Apéndice II).

El análisis de las muestras se realizó en dos sesiones, distribuidas así:

En la primera sesión se analizaron muestras de nopal de Milpa Alta y de San Juan Teotihuacán con un ángulo de detección de 55°, la distancia que recorre el haz es de 33 mm. Las muestras analizadas fueron:

Tabla 3 Muestras de nopal analizadas con PIXE en la primera sesión

Muestra	No de Pastillas
MA I	3
MA II	3
MA III	3
MA IV	3
MA no irrad	2
MA irrad	2
SJT no irrad	2
SJT irrad	2

MA nopal de Milpa Alta  
 SJT nopal de San Juan Teotihuacan  
 Irrad irradiado.

En la segunda sesión se analizaron las siguientes muestras, con un ángulo de detección 63°, con un recorrido del haz de 37 mm:

Tabla 4 Muestras de nopal analizadas con PIXE en la segunda sesión

Muestra	No de Pastillas
MA	1
Nopalca	1
robusta	1
Copena VI	1
N IFUMAN	1
MA irrad e 2 kGY	1
MA irrad g 2 kGY	1
MA no irrad	1

### 3.2.2 ANÁLISIS DE HIERRO POR TÉCNICAS ESPECTROFOTOMÉTRICAS

Esta técnica se realizó en el Departamento de Alimentos en el laboratorio 4-A del edificio A de la Facultad de Química, UNAM.

#### ❖ Curva estándar

Estándar de hierro (0.01 mg/mL): disolver 3.512 g de sulfato de fierro y amonio en agua, adicionando previamente unas gotas de HCl y aforar a 500 mL, tomar 10 mL de esta solución y llevar a 1 L con agua destilada.

Tomar 0.0, .0.5, 1.0, 2.0, 4.0 y 6.0 mL de solución estándar de hierro, ajustar cada uno de los tubos a 10 mL con agua y añadir en el siguiente orden: 1 mL de clorhidrato de hidroxilamina, agitar; 5 mL de buffer de acetatos, agitar y 1 mL de ortofenantrolina, agitar. Dejar reposar entre 10 y 15 min. Leer a 530 nm de longitud de onda en un espectrofotómetro con lámpara de tungsteno, usando como blanco el tubo de concentración cero.

#### ❖ Metodología

Obtener cenizas de la muestra, calcinando primero con mechero y posteriormente con mufla a 550°C durante 3 h. Al crisol a temperatura ambiente añadir 2 mL de HCl concentrado para disolver las cenizas. Digerir hasta evaporar, enfriar y añadir 1 mL de HCl concentrado y 3.5 mL de agua destilada para disolver las cenizas. Pasar el líquido a un matraz de 50 mL, aforar. Tomar dos alícuotas de 10 (0.1) mL. Tratar la muestra en la misma forma que se hizo para la curva estándar.

Para esta técnica sólo se utilizó una muestra (la de Milpa Alta I). Se usó una balanza analítica modelo CA200 marca OHAUS y un espectrofotómetro UV/VIS modelo 911A marca GBC.

### 3.2.3 ANÁLISIS POR EPMA

Esta técnica fue realizada en el laboratorio de Ensenada del Centro de Ciencias de la Materia Condensada, UNAM. Las muestras se mandaron pulverizadas en bolsas pequeñas de polietileno

selladas al vacío y se analizaron con un Microscopio Electrónico de Barrido MEB JEOL ISM 5300.

Las muestras analizadas fueron:

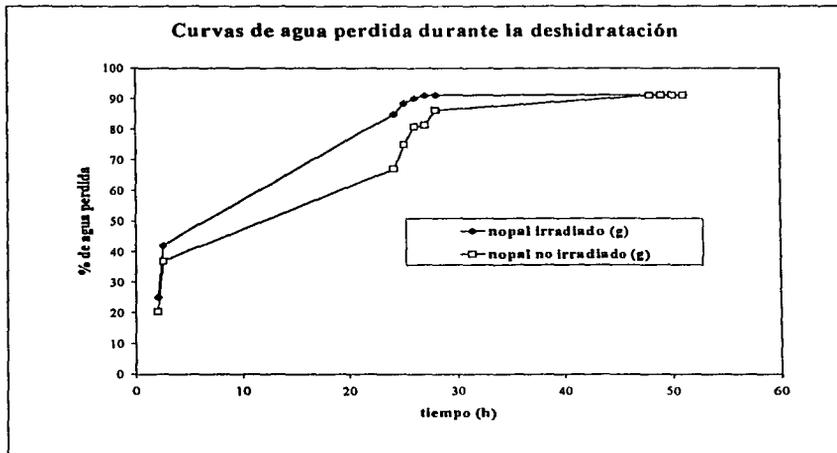
- Nopal de Milpa Alta
- Nopal irradiado con electrones a 2.0 kGy
- Nopal irradiado con rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$  a 1.5 kGy
- Nopal irradiado con rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$  a 2.0 kGy
- Nopal testigo
- Nopal del IFUNAM

# CAPÍTULO IV

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 SECADO DEL NOPAL

Se realizó una comparación en los tiempos de deshidratación entre el nopal irradiado y el no irradiado y los resultados se pueden observar en la gráfica 4.1



Gráfica. 4.1 Gráfica de pérdida de humedad con respecto al tiempo

Como se observa en la gráfica 4.1, que es una curva típica de secado, la muestra de nopal irradiada presenta un menor tiempo de secado en comparación con el nopal no irradiado. Esto se debe que a que con el proceso de irradiación se rompe la pared celular, y al llevar acabo el proceso de secado hay mayor cantidad de agua disponible en el nopal irradiado, lo que facilita su extracción. En el nopal no irradiado la estructura fibrosa del nopal dificulta la salida de agua. Sin embargo el valor final es el mismo para las dos muestras.

## 4.2 PORCENTAJE DE HUMEDAD

El porcentaje de humedad para las distintas variedades del nopal se presenta en la tabla 5

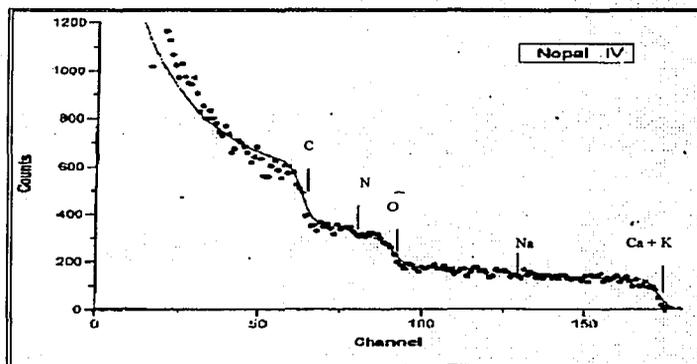
Tabla 5 Porcentaje de humedad de variedades de nopal

Muestra	% de humedad
Milpa Alta	91.4 (0.001)
Milpa Alta irradiado	91.5 (0.001)
SJT	90.4 (0.001)
SJT irradiado	90.7 (0.001)
Copena VI	91.7 (0.001)
Robusta	91.2 (0.001)
Atlixco	90.9 (0.001)
Tamazuchale	91.6 (0.001)
N IFUNAM	90.6 (0.001)

En la tabla 5 se presentan los resultados de la determinación de humedad en nopal cuyos valores van desde 90.4 hasta 91.7 %. Se observa que no hay gran diferencia en el contenido de humedad entre las diferentes variedades, debido a que la mayoría de ellas fueron cultivadas en un mismo suelo (Milpa Ata, Robusta, tamanzuchale, copena VI y atlixco). Los valores obtenidos son muy similares a los informados en la literatura. (SARH, 1981)

## 4.3. RESULTADOS DE RBS

El tipo de espectros obtenidos con esta técnica se muestra en la gráfica 4.2.



Gráfica. 4.2 Espectro RBS de nopal de Milpa Alta

En el espectro de RBS (gráfica 4.2) se observa una serie de escalones, cada escalón corresponde a un elemento y éste aparece a una cierta energía que es característica para cada elemento, por lo que podemos identificar cada elemento que es detectado.

Los espectros de RBS fueron evaluados con el programa RUMP (Doolittle, 1985; Doolittle, 1986). Este programa compara los datos experimentales con los simulados por este programa; cuando coincide la simulación con el espectro experimental, se ha obtenido la composición de la muestra estudiada.

Los resultados promedio son:

Tabla 6 Composición promedio obtenida con el programa RUMP

Elemento	Concentración %
C	60 ± 6
O	20 ± 2
N	7.0 ± 0.2
Na	3.0 ± 0.3
K + Ca	10 ± 1

Incertidumbre relativa en las concentraciones

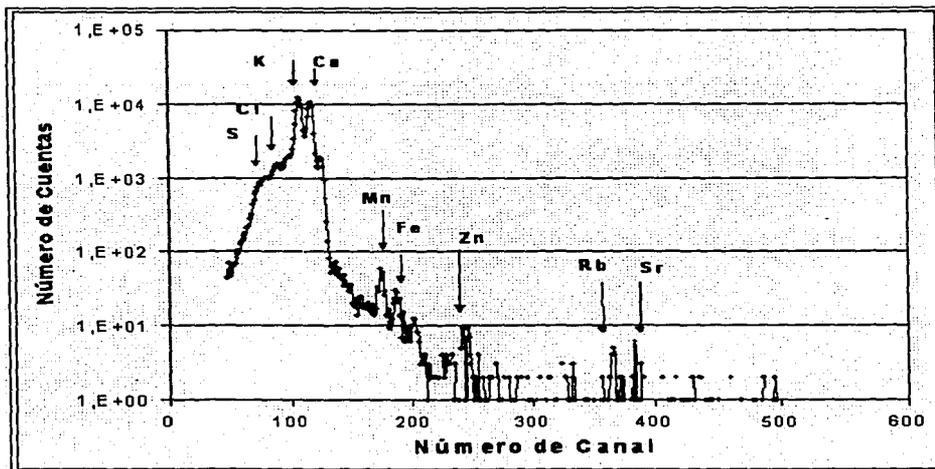
La concentración de calcio es muy elevada en este análisis, ya que la energía de los iones retrodispersados por calcio es muy cercana a la energía de los iones retrodispersados por potasio y se observa como un solo escalón en el espectro, lo que nos indica que la concentración que se muestra debe considerar ambos elementos.

La información de RBS nos proporciona la concentración de los elementos de bajo peso molecular que forman matriz de la muestra (C, N, O, Na, Ca, K). En la gráfica 4.2 no se observa el potasio, porque la resolución del sistema no permite distinguirlos..

Los resultados obtenidos con RBS (tabla 6) son utilizados para llevar a cabo el cálculo del resto de los elementos detectados con PIXE utilizando el programa PIXEINT, el cual nos proporciona las concentraciones finales de todos los elementos presentes en la muestra. (Apéndice I)

#### 4.4 RESULTADOS DE PIXE

El tipo de espectro de PIXE es como el que se muestra en la gráfica 4.3.

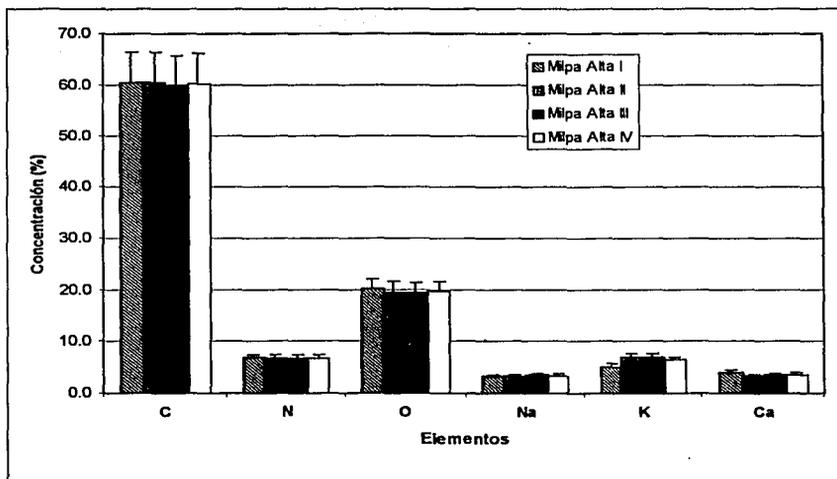


Gráfica. 4.3 Espectro de PIXE de una muestra de nopal de Milpa Alta

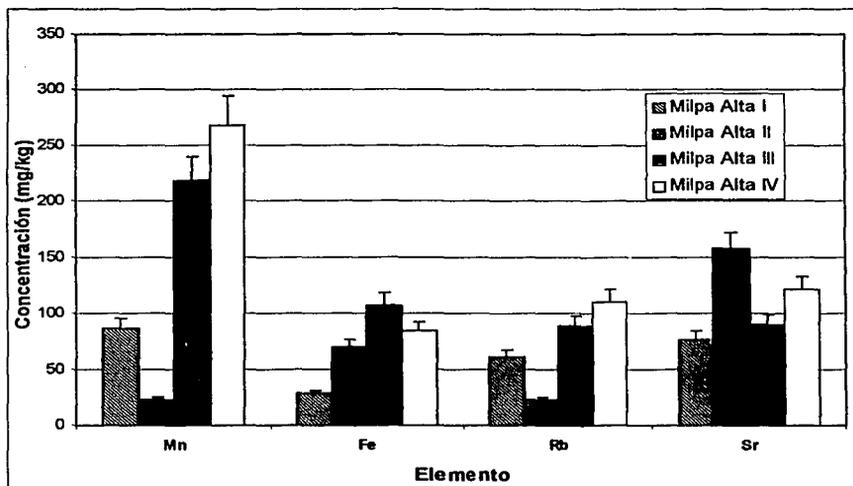
En el espectro de PIXE (Gráfica 4.3) se observa una serie de picos que corresponden a la  $K_{\alpha}$  de los elementos que se encuentran presentes en la muestra. Cada elemento presenta una energía característica por lo que el pico del elemento aparece en una región específica del espectro. Antes de realizar el análisis se calibra el programa utilizando los espectros de los patrones de películas delgadas.

##### 4.4.1 Repetibilidad de la Técnica

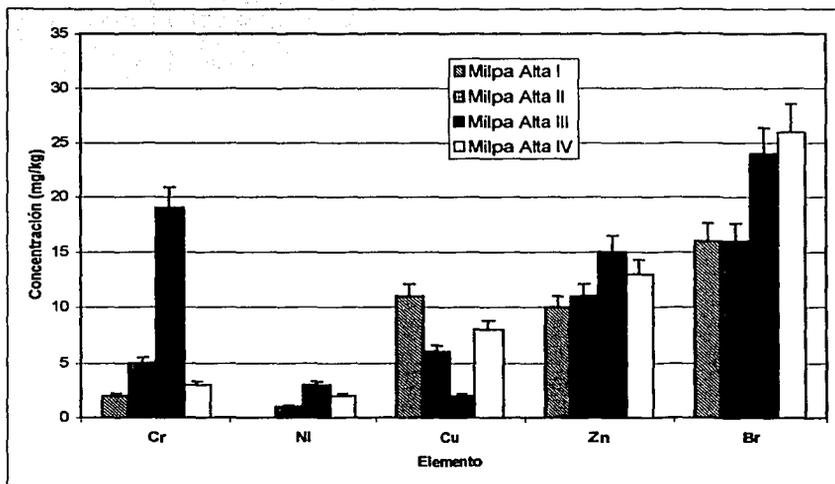
Para hacer una estimación de la bondad de la técnica se usaron cuatro muestras de nopal de Milpa Alta, las muestras se prepararon por triplicado y los resultados se pueden observar en las gráficas 4.4, 4.5 y 4.6. Por facilidad en la lectura de este capítulo, los resultados numéricos se revisan en el apéndice II, tabla II.1 y II.2..



Gráfica 4.4 Concentración de elementos en nopal de Milpa Alta



Gráfica 4.5 Concentración de elementos en nopal de Milpa Alta.



Gráfica 4.6 Concentración de elementos en nopal de Milpa Alta

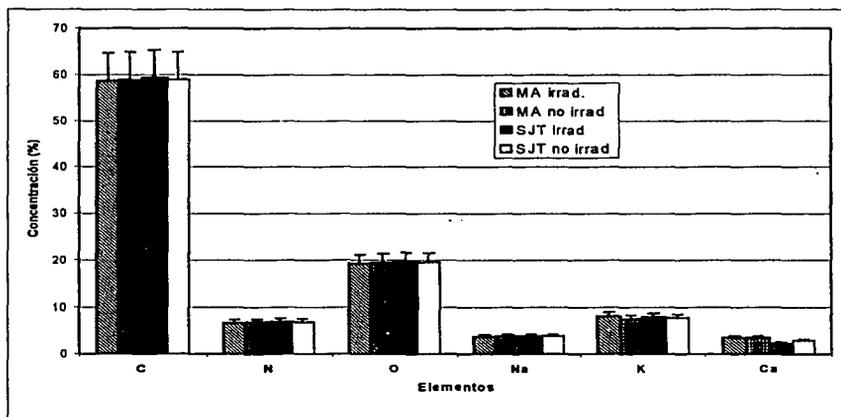
Como se observa en la gráfica 4.4 el C, N, O, Na, K y Ca no presentan variación, la concentración de estos elementos es muy similar para todas la muestras y como se puede observa en la tabla II.1 la desviación estándar es muy cercana a cero. Para el resto de los elementos se observa una variación mayor (tabla II.2).

Las muestras presentan variaciones en los elementos traza. Por ejemplo, en la muestra de Milpa Alta I existe una gran variación en Mn, Cu y Sr, para la muestra Milpa Alta II Fe, Rb y Sr, en la muestra Milpa Alta III la variación es muy grande para todos los elementos y para la muestra Milpa Alta IV la variación en los elementos es menor que en las muestras anteriores.

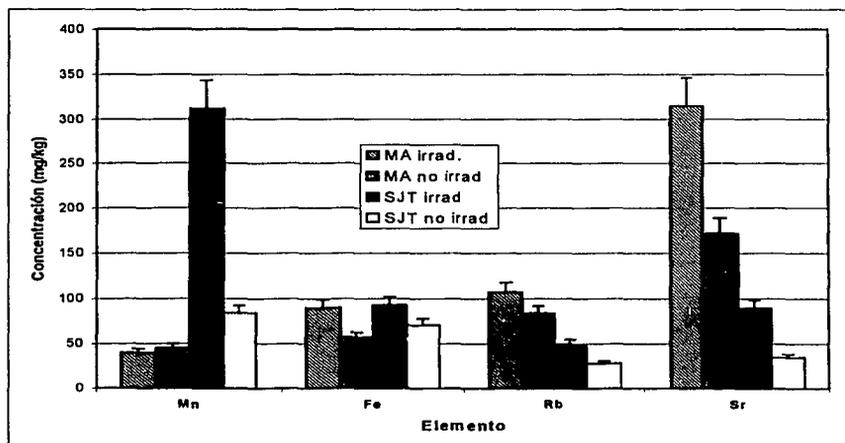
En general la variación es muy grande para las muestras de Milpa Alta I, II y III pero para la muestra Milpa Alta IV la variación es mucho menor.

#### 4.4.2 Análisis de nopales irradiados.

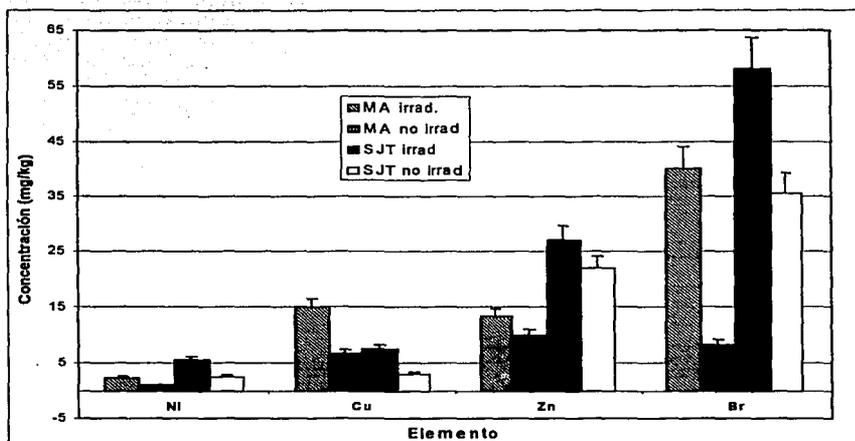
Se analizaron muestras de nopal irradiados de Milpa Alta y de San Juan Teotihuacán. Gráfica 4.7, 4.8 y 4.9. (Tabla II.3 y II.4)



Gráfica 4.7 Concentración de elementos de nopal irradiado a 8 kGy y no irradiado de MA y SJT



Gráfica 4.8 Concentración de metales en nopal irradiado 8 kGy y no irradiado de MA y SJT



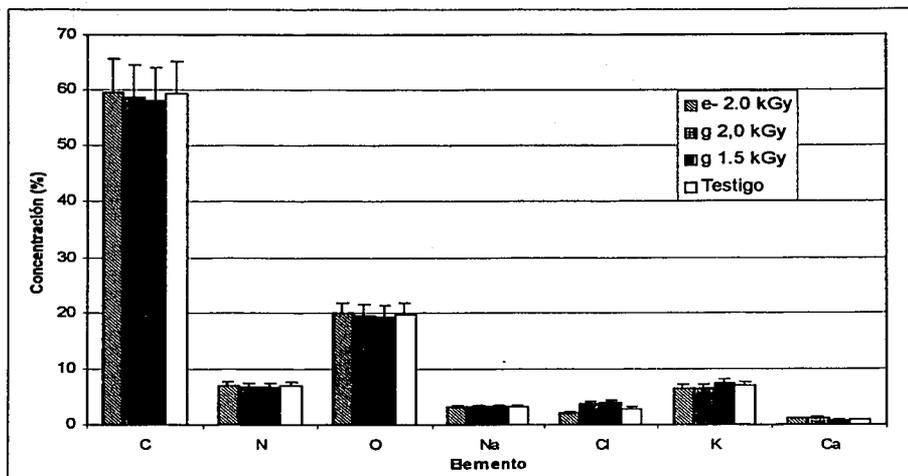
Gráfica 4.9 Concentración de metales en nopal irradiado 8 kGy y no irradiado de MA y SJT

Primeramente se analizaron muestras de nopal de Milpa Alta y de San Juan Teotihuacan. El análisis se realizó por triplicado. En estas muestras se observa que la variación entre muestras es muy pequeña por lo que se puede considerar que existe una repetibilidad de la técnica. (Apéndice II, tabla II.3 y tabla IV)

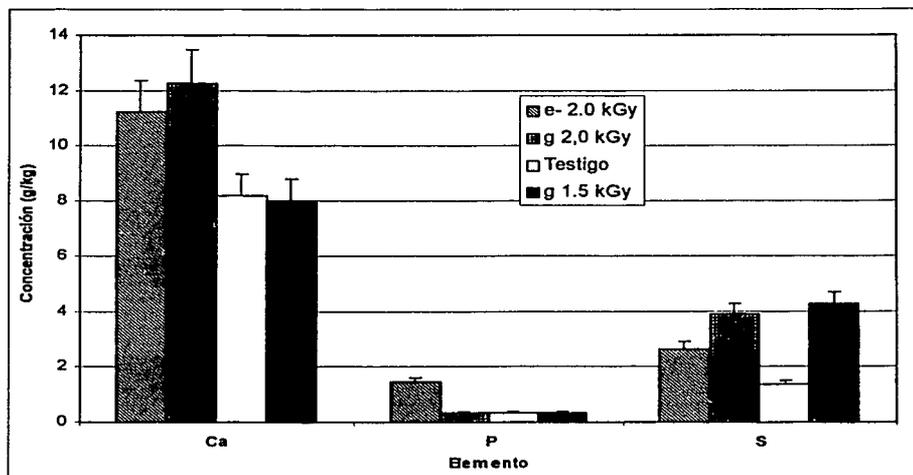
Como se observa en la gráfica 4.7 la irradiación no tiene influencia en C, O, N, Na, Ca y K ya que la concentración de estos elementos es la misma en las muestras irradiadas como en las no irradiadas. Para el caso de los elementos traza se observa (gráfica 4.8 y 4.9) una influencia de la radiación sobre estos elementos aumentando la concentración de los elementos traza.

Para las siguientes muestras sólo se preparó una muestra, ya que los resultados de las muestras del análisis anterior presentan una variabilidad menor en los resultados.

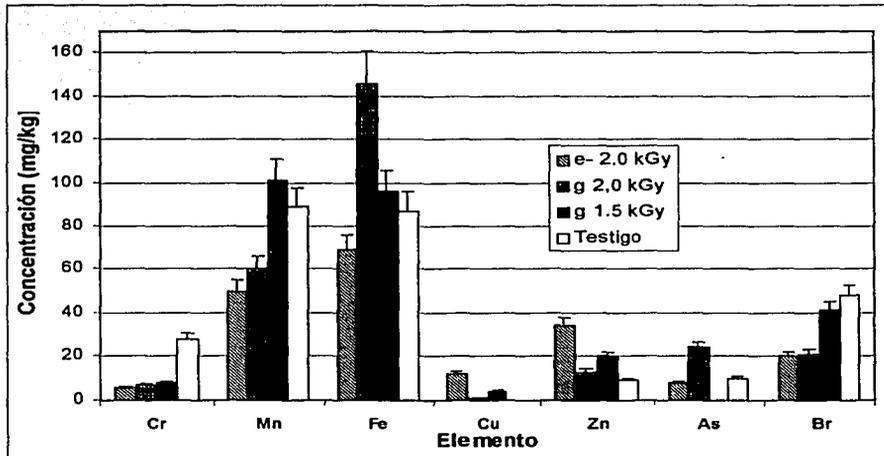
Se analizaron muestras irradiadas de nopal irradiadas con electrones y rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$  a 2.0 kGy. Gráficas 4.10, 4.11 y 4.12 (Apéndice II, tablas II.5 y II.6)



Gráfica 4.10 Concentración de elementos en nopal irradiado con electrones y rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$



Gráfica 4.11 Concentración de metales en nopal irradiado con electrones y rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$



Gráfica 4.12 Concentración de elementos en nopal irradiado con electrones y rayos gamma de <sup>60</sup>Co

Al igual que en las muestras anteriores se observa influencia de la radiación sobre la concentración de los elementos como se observa en la tabla 5.

Elemento	e 2.0 kGy	g 2.0 kGy	g 1.5 kGy
Ca	+	+	=
P	+	=	=
S	+	+	+
Cr	-	-	-
Mn	-	-	+
Fe	-	+	+
Cu	+	+	+
Zn	+	+	+
As	=	+	-
Br	-	-	-

+ aumenta la concentración

- disminuye la concentración

= la concentración permanece igual

e irradiado con electrones

g irradiado con rayos gamma

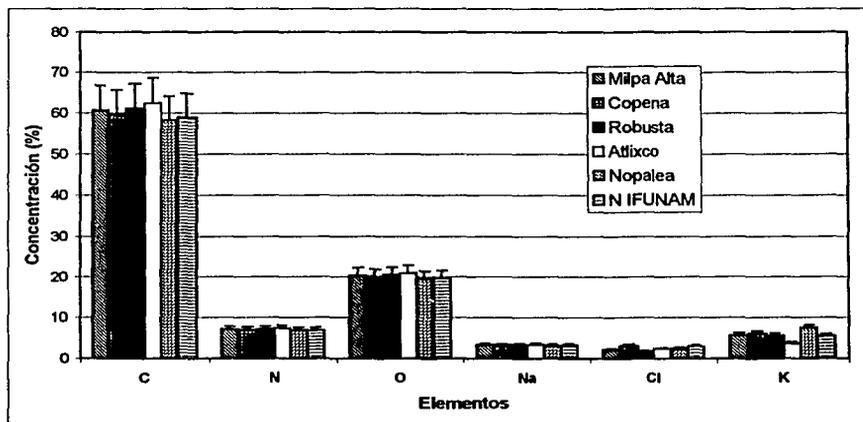
Como se puede observar al irradiar con electrones y con rayos gamma la influencia sobre los elementos es la misma y las dosis como son muy cercanos no parece influir, pero comparado con las muestras irradiadas a 8 kGy se observa que si hay diferencia ya que en esta dosis si existe una

tendencia sobre el comportamiento de los elementos la mayoría parece aumentar caso contrario al de las dosis de 2 y 1.5 kGy.

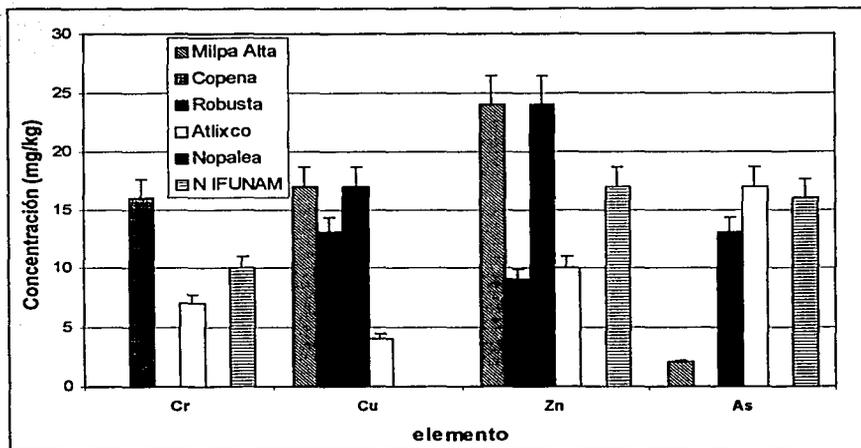
Con los resultados obtenidos de las muestras irradiadas no se puede determinar un comportamiento de los elementos ante la irradiación, ya que en algunos casos la concentración del elemento aumenta, disminuye o permanece igual. Para llegar a una conclusión sobre el comportamiento de los elementos ante la irradiación hay que hacer un estudio más amplio, utilizando un número mayor de muestras y diferentes dosis, de acuerdo a las necesidades de quienes estudian la conservación de alimentos por irradiación con electrones o rayos gamma.

#### 4.4.3 Análisis entre variedades de nopal

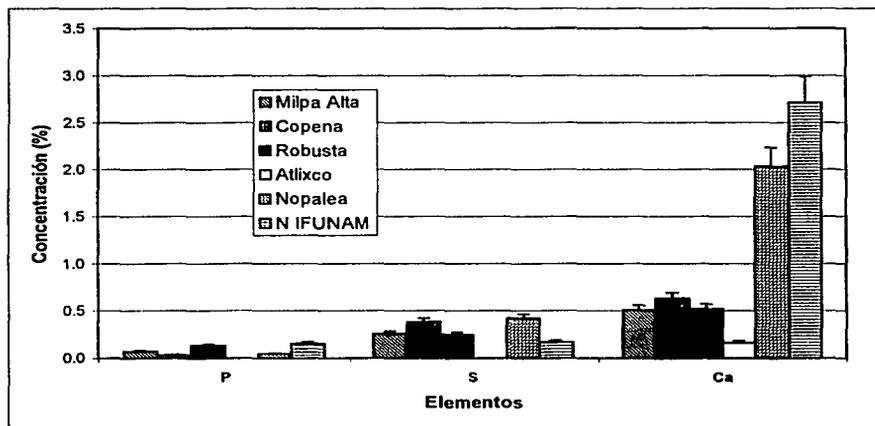
Se analizaron cinco variedades de nopal que fueron recolectados de un mismo campo de cultivo y una muestra que se obtuvo en el IFUNAM. Gráficas 4.13, 4.14, 4.15 y 4.16 (Apéndice III)



Gráfica 4.13 Concentración de elementos en diferentes variedades de nopal.



Gráfica 4.14 Concentración de elementos en diferentes variedades de nopal



Gráfica 4.15 Concentración de elementos en diferentes variedades de nopal

Las diferentes variedades de nopal fueron cultivadas en una misma nopalera (excepto por la muestra obtenida en el IFUNAM), por lo que tienen las mismas condiciones de crecimiento y darán una mayor información sobre la concentración de los elementos de las diferentes variedades de nopal.

El contenido de calcio en las muestras de la UACH es menor que el que se encontró en las muestras de Milpa Alta; esto puede deberse a que el suelo donde fueron cultivadas es pobre en este mineral. En la variedad tamazunchale presenta una concentración de K más alta que el resto de las muestras. Para el Na, P, S, Cl la variación es menor entre variedades y muy similares a las obtenidas en las muestras anteriores.

El Cr sólo se presenta en las muestras de Copena VI, del IFUNAM y Atlixco; el Mn se encuentra en concentración mayor en la muestra tamazunchale y en menor concentración en la muestra de Atlixco, en las otras muestras las concentraciones son similares. En la mayoría de los metales hay variación por lo que podemos decir que la concentración de los elementos está determinado por la variedad de nopal ya que todas las muestras están en las mismas condiciones de crecimiento.

Con los resultados obtenidos podemos decir que el K (3.7 – 8.6 g/100g de muestra BS) y el Ca (0.6 – 3.6 g/100g de muestra BS) son los principales minerales del nopal, encontrándose también Mn y Fe en concentraciones considerables y en comparación con otros vegetales la concentración es elevada, como se observa en la tabla 11.

Tabla 11 Concentración de Mn y Fe en diferentes vegetales (mg/kg BS)

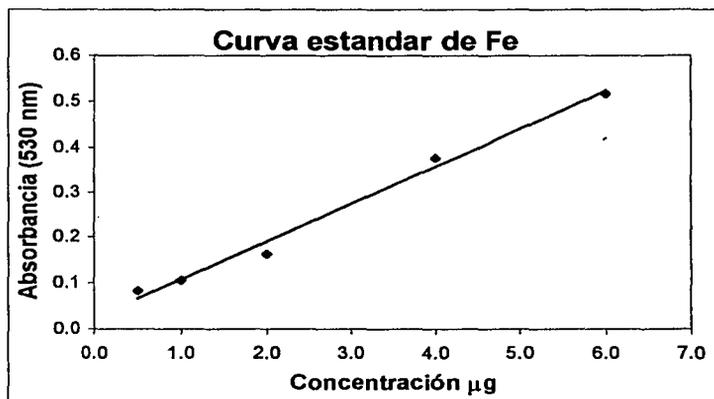
Vegetal	Mn	Fe
Judía (frijol)	21	84
Papa	3.6	21
Col	14	42
Zanahoria	8.5	16
Tomate	12	58
lechuga	29	130
Nopal*	64- 180	36 - 110

Kabata-Pendias, 2001

\* Resultados obtenidos en este trabajo

### 4.5 RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE HIERRO POR ESPECTROFOTOMETRÍA

Curva patrón:



Regresión lineal:

$$b = 0.026 (0.016)$$

$$m = 0.082 (0.003) \mu\text{g}^{-1}$$

$$r = 0.994$$

Nota: El número en paréntesis representa la incertidumbre de origen estadístico en el ajuste.

#### Resultados de concentración de Fe en nopal

Tabla 9 resultados del análisis de Fe

Masa de la muestra de nopal de Milpa Alta

0.9488 g

Absorbancia (530 nm)	Interpolando en la curva y considerando la dilución (µg /mL de Fe)	Concentración de Fe en nopal (mg/kg)
0.124	1.1951	62.98
0.132	1.2927	68.12
<b>promedio</b>		<b>65.55</b>

	PIXEINT (mg/kg)	T. Espectrofotométrica (mg/kg)
Promedio	61	66

Se hizo un análisis químico adicional para determinar Fe y comparar con los resultados obtenidos del análisis PIXE. Los valores obtenidos fueron muy similares en ambos procedimientos, por lo que podemos afirmar que PIXE es una técnica confiable para el análisis de metales. Sin embargo PIXE tiene una ventaja sobre esta técnica, pues puede determinarse la concentración de otros elementos presentes en la muestra en una misma corrida, no es necesario la calcinación de la muestra, el tiempo de análisis es mucho más corto, es más sensible con un costo menor, y no presenta productos de reacción que en algunos caso pueden ser tóxicos, como es el caso del HCl concentrado que se emplea en esta técnica, ya que es muy corrosivo.

#### 4.6 RESULTADOS DE EPMA

El análisis de EPMA sólo se realizó cualitativamente y los espectros obtenidos fueron similares para todas las muestras por lo que sólo presentamos un ejemplo del tipo de espectros. Para una misma muestra se hicieron dos análisis en diferente zona de la muestra obteniendo diferencias en la detección de elementos. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 10.

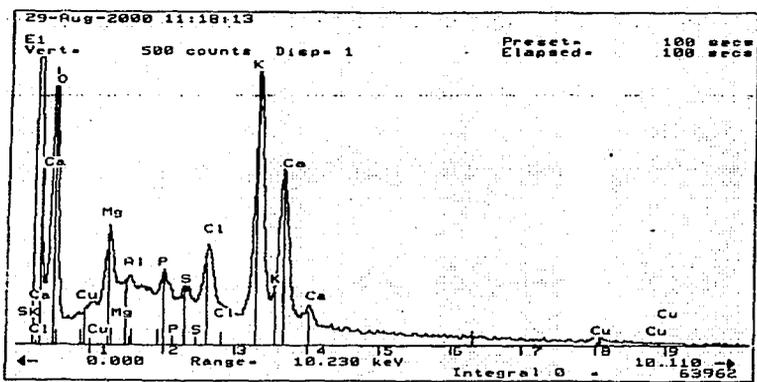


Figura 4.1 Espectro de EPMA de nopal

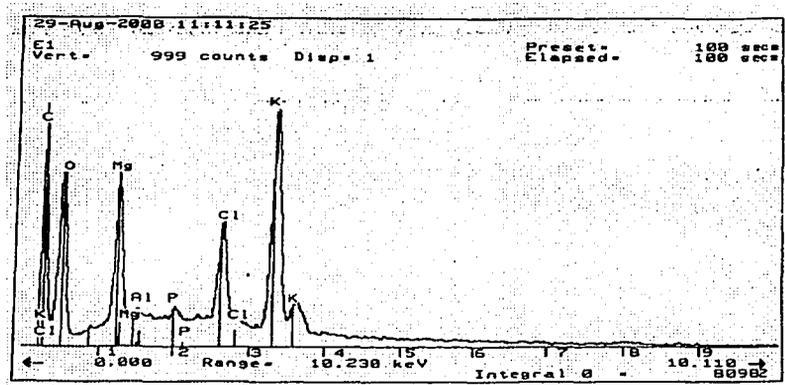


Fig. 4.2 Espectro de EPMA de nopal

En los espectros se observan picos que son característicos para cada elemento que aparecen a una energía determinada; algunos elementos presentan más de dos picos debido a que pueden aparecer los picos que representan las  $K_{\alpha}$  y las  $K_{\beta}$ .

En los espectros no se observan exactamente los mismos elementos que detectamos con las técnicas de PIXE y RBS. En los espectros sólo se observa la presencia de O, K, P, S, Cl, Ca, Mg, Al y Cu. A diferencia de PIXE con esta técnica no se logró detectar la presencia de Mn y Fe que se encontraron en una concentración considerable. En los espectros de EPMA se puede observar que el K y Ca se presentan en una concentración alta, ya que tienen los picos más grandes. Ya que el nopal es rico en Ca y K (Granados, 1993).

La EPMA es muy similar a PIXE pero la diferencia radica en la fuente de irradiación. EPMA utiliza electrones mientras que PIXE utiliza haz de iones. EPMA es menos exacta que PIXE, debido a que el área de análisis es mucho menor que PIXE. Como el área no es representativa al encontrarse diferentes elementos, en cada región que se analice, por lo que habrá que hacer un barrido de toda la muestra lo cual no es posible. Esto se puede observar en la figura 4.1 y 4.2, que son espectros de la misma muestra. Al contrario, en PIXE, el área es mucho mayor y representativa, sin necesidad de realizar dicho barrido.

## **CAPÍTULO V**

### **CONCLUSIONES**

- ◆ Una combinación de las técnicas de RBS y PIXE es muy útil para hacer análisis completos de muestras multielementales y complejas, como es el caso de los alimentos.
- ◆ RBS permite hacer caracterizaciones estequiométricas confiables de elementos ligeros presentes en la muestra
- ◆ El uso de las técnicas de PIXE y RBS tiene gran ventaja sobre otras técnicas: son muy sensibles, son técnicas no destructivas, rápidas de realizar, requieren de muy poca cantidad de muestra, son análisis multielementales y de bajo costo a largo plazo.
- ◆ La irradiación (ya sea con electrones o con rayos gamma de  $^{60}\text{Co}$ ) no tiene influencia sobre la concentración de C, O, N, Na, Ca y K
- ◆ La irradiación a dosis altas parece tener influencia sobre los elementos traza, puesto que se observa un aumento de éstos al ser irradiados.
- ◆ La irradiación a dosis bajas también tiene influencia sobre los elementos traza, pero no se observa una tendencia sobre su comportamiento.
- ◆ Con los resultados obtenido se comprobó que el K y Ca son los minerales más abundantes en el nopal, presentando una concentración alta de Mn y Fe en comparación con otros vegetales.
- ◆ La concentración de los elementos parece depender de la variedad y lugar donde se cultiva el nopal.

## BIBLIOGRAFÍA

- Avalos Borja M, Gradilla I, 1991, *El microscopio electrónico de barrido como herramienta en la investigación*, ConCiencia, Vol. 2, num. 7, México.
- Avalos Borja M, Gradilla I, 1993, *¿Qué es y para qué sirve un espectrómetro de rayos X?*, Divulgación, Num 3, México, pp 50-54.
- Belmont Arlette. 1998. *El Prodigioso Nopal*, Cocina fácil 13 (3): 17-21.
- Borbolla Furano L., Ayala C., Tesis, 1987. *Estudio de factibilidad técnica y económica para el establecimiento de una planta empacadora de nopal verdura*. IPN
- Bravo-Hollins, H., 1978, *Las cactáceas de México*, Vol. I, UNAM, México D. F
- Cantwell de T.Marita. 1992. *Aspectos de Calidad y Manejo Post-cosecha de los nopalitos*. Universidad Autónoma de Chapingo.
- Colín C., B. 1976. *Industrialización del nopal y sus productos*. Tecnología, Laboratorios Nacionales de Fomento Industrial Mexicano.
- Corrales G., 1992. *Descripción y análisis de la cosecha y manejo en fresco de nopalito y tuna*. Universidad Autónoma de Chapingo.
- Corrales G., 1992. *Perspectivas de industrialización de nopalito y tuna*. CIESTAAM.
- Corrales G., 1995. *Procesamiento y transformación industrial del nopal*. Mercado mundial del nopal, Universidad Autónoma de Chapingo, Edo. Méx.
- Doolittle L. R., Nucl. Inst. and Meth., B15, 227 (1986).
- Doolittle L. R., Nucl. Inst. and Meth., B9, 344 (1985).
- Feldman L., Mayer J., 1986, *Fundamentals of Surface and Thin Film Analysis*, North-Holland, USA.
- Ferreira M., Aguilera G. 1992. *La producción y comercialización del nopal verdura*. Universidad Autónoma de Chapingo, Edo. Méx.
- Flocchini R, Lagunas-Solar M y Perley B, 1996, *Applications of X-ray Emission to Elemental Analysis of Foods*, Intenational Journal of PIXE, Vol. 6, No. 1 y 2, Pág. 375 - 394.
- Flores Valdés, Armando C. *Producción, industrialización y comercialización del nopal como verdura en México*. Folleto 13126. Universidad Autónoma de Chapingo, Edo. Méx.

## Bibliografía

- García Olivares Pável. 1997. *Conservación del nopal mínimamente procesado*. Universidad Autónoma de Chapingo, Edo. Méx.
- Granados Sánchez Diodoro. 1993 *El Nopal; Historia, fisiología, genética e importancia frutícola*, Editorial Trillas.
- Haruyama Y, Saito M y Tomita M , 1993, *Trace Element Analysis in Soy Sauce*, International Journal of PIXE, Vol. 3, No. 4, Pág. 301 – 305..
- Haruyama Y, Saito M, Tomita M y Yoshida K, 1994, *Trace Element Analysis in Soy Sauce II*, International Journal of PIXE, Vol. 4, No. 2 y 3, Pág. 117-121.
- Haruyama Y, Saito M y Yoshida K, *Elemental Balance in Soy sauce*, International Journal of PIXE, Vol. 6, No. 1 y 2, Pág. 263 – 268.
- Hernández José Martín. 1994. *Estudio de factibilidad para el establecimiento de una planta procesadora de nopal verdura*. Universidad Autónoma de Chapingo Edo. Méx.
- INEGI, 1997, *Anuario estadístico de los Estados Unidos Mexicanos*, México.
- INEGI, 1992, *Cultivos perennes de México*, XVIII Censo Agropecuario.
- Johansson S A E, Campbell J L, 1988, *PIXE A Novel Technique for Elemental Analysis*, John Wiley, Chichester, USA.
- Kabata-Pendias A, Pendias H, 2001, *Trace Elements in Soils and Plants*, 3ª ed, CRC press, USA
- Kathleen Mahan L, Escott-Stomp S, 1998, *Nutrición y dietoterapia de Krause*, 9ª ed, McGraw-Hill, México D. F.
- Lozano Hernández B, Torres Sandoval J. 1999. *Diseño y construcción de un prototipo para secar nopal*. Universidad Autónoma de Chapingo.
- Miranda J., 1998, *PIXE a bajas energías: influencia de la variación de la sección eficaz de ionización*, Tesis Doctoral, Facultad de Ciencias UNAM, México.
- Miranda J. 2000. *Técnicas Analíticas de Origen Nuclear: Un Curso Introductorio*. Instituto de Física UNAM, México D. F.
- Miranda J., de Lucio O. G., Santillana E., Lugo M. y Aguilar D. L., 1997, *Resúmenes del XL Congreso Nacional de Física*, Sociedad Mexicana de Física, México, pag. 27.
- Olvera J.M. y M. Cruz. 1993. *Producción y Comercialización del nopal verdura en Milpa Alta*, CIESTAAM, México D. F.
- Pais I., Bentos Jones J. 1997, *The Handbook of Trace Elements*, St. Lucie Press, USA

- Pérez M, 2001, Tesis *Cambios fisicoquímicos y microbiológicos en nopal (opuntia spp.) irradiado con rayos gamma de cobalto 60*, Facultad de Química, UNAM.
- Ruvalcaba J. L., Monroy M., Morales J. G. y López K, 2001, *The new external beam set-up of the Pelletron accelerator at UNAM*, Abstracts of the Ninth International Conference on PIXE and Analytical Applications, Gruelph, Canadá, pág. 62.
- SAGAR 1996, *Anuario estadístico de la producción Agrícola de México*. Tomo I.
- SARH, 1981, *El nopal*, Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Publicaciones especiales, Núm. 34, México.
- Schneider T, Povh B, Strasser O, Gierth M, 1999, *Micro-PIXE Evaluation in Barley Roots*, International Journal of PIXE, Vol. 9, No. 3 y 4, Pág.353 – 364.
- Vijayan V, Behera S N, Tripathy P y Singh G, 1999, *Study of Heavy Metals in Wheat and Paddy Grains*, International Journal of PIXE, Vol. 9, No. 3 y 4, Pág.365 – 371.
- Yokota S, Ishii K y Kunihiro Ojima T, 1994, *PIXE Analysis of Mineral composition of Alfalfa Root-Tip Exposed to Low pH or Aluminum Stress Condition*, International Journal of PIXE, Vol. 3, No. 4, Pág. 263 – 268.

# APÉNDICE I

Los espectros de PIXE fueron analizados con el programa AXIL desarrollado por la Universidad de Amberes, Bélgica, y distribuido por el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA) en Viena. Este programa calcula los rayos X producidas por las líneas de emisión de los elementos que componen la muestra mediante la integración del número de cuentas bajo los picos, estima el fondo y calcula el ancho de cada pico. Las cantidades obtenidas (fig II.1) representan el número de fotones o de rayos X emitidos por los elementos, lo que nos aproxima considerablemente a la composición química de la muestra.

AXIL IBM-PC V3.00		03-12-2001 20:43:50			
Spectrum: 190248.SPK					
Fitting Region: channel# 54 - 606					
Chi-square = 2.4 1st change = -.54% 2 iterations done					
CALIBRATION DATA					
Initial estimate		Final estimate			
ENCO (eV)	-165.7 ± 100.0	-165.7 ± 5.0			
GAISE (eV/chan)	27.444 ± 1.000	27.444 ± .042			
det NOISE (eV)	137.9 ± 40.0	137.9 ± 12.9			
FANO factor	-.285 ± .050	-.285 ± .038			
PEAK DATA					
# Line	E (keV) channel	rel. IUC E (keV)	peak area background	st. dev	chi-sq cor. abs
1	Al-Kα KAL	1.00000 181.8	112. ± 30. 3425. ± 80.	24. 1.02E-02	1.5
2	F-Kα KAL	1.00000 189.5	198. ± 58. 5013. ± 98.	68. 1.14E-01	3.2
3	S-Kα KAL	1.00000 193.7	372. ± 80. 6413. ± 114.	80. 2.15E-01	3.9
4	Cl-Kα KAL	1.00000 198.1	3726. ± 2726. ± 9412. ±	103. 142. 3.48E-01	2.7
5	Ar-Kα KAL	1.00000 202.6	10781. ± 10781. ± 30423. ±	155. 185. 4.71E-01	3.2
6	Ar-Kβ Kβ1	1.00000 205.8	6316. ± 6316. ± 10464. ±	495. 405. 5.79E-01	1.4
7	K-Kα KAL	1.00000 207.4	59204. ± 59204. ± 18204. ±	533. 542. 6.06E-01	7
8	K-Kβ Kβ1	1.00000 211.0	13810. ± 13810. ± 38900. ±	581. 589. 6.35E-01	1.3
9	Ca-Kα KAL	1.00000 212.3	38900. ± 38900. ± 8197. ±	577. 584. 6.56E-01	3.3
10	Ca-Kβ Kβ1	1.00000 216.4	519. ± 519. ± 3399. ±	107. 129. 7.31E-01	2.3
11	Mn-Kα KAL	1.00000 239.9	559. ± 559. ± 259. ±	21. 37. 9.00E-01	1.1
12	Fe-Kα KAL	1.00000 244.6	125. ± 125. ± 162. ±	22. 28. 9.31E-01	1.7
13	Fe-Kβ Kβ1	1.00000 251.8	95. ± 95. ± 217. ±	37. 23. 9.40E-01	3.0
FILTER BACKGROUND					

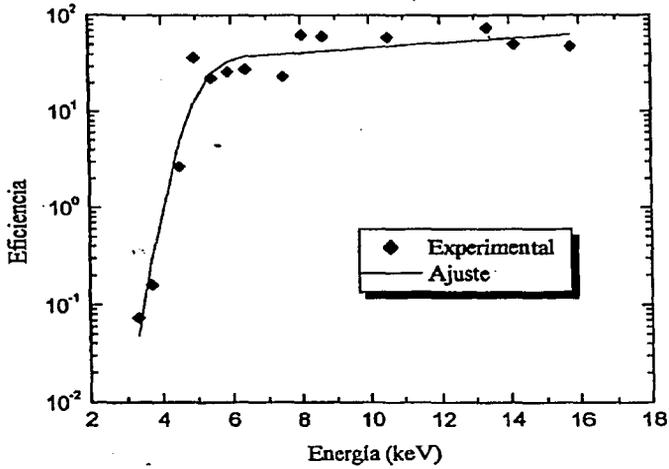
Fig. II.1 Datos obtenidos con el programa AXIL

Los datos obtenidos con el programa AXIL junto con los de RBS se utilizan para calcular las concentraciones reales de los elementos contenidos en la muestra, para esto se emplea el programa PIXEINT (J. Miranda, O. G. de Lucio, 1997). Este programa requiere de la eficiencia del detector, energía de ionización, el ángulo al que se encuentra el detector y el número de elementos que se encuentran en la muestra, incluyendo los que se observan con RBS. El formato con que se presentan los resultados se observa en la Fig II.2, que corresponde a una de las muestras de nopal.

Espectro: 190943a		Energía (MeV): 2.63	
C(C) = 54.6423 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(N) = 6.3727 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(O) = 18.1867 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(Na) = 2.9855 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(P) = 0.0456 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(S) = 0.4565 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(Cl) = 1.3695 %	NXP = 0.000E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 0.000E+00
C(K) = 8.5843 %	NXP = 1.562E+02	NXS = 0.000E+00	NXT = 1.562E+02
C(Ca) = 7.1042 %	NXP = 4.508E+02	NXS = 0.000E+00	NXT = 4.508E+02
C(Ti) = 0.0000 %	NXP = 1.692E-06	NXS = 0.000E+00	NXT = 1.692E-06
C(V) = 0.0061 %	NXP = 1.384E+01	NXS = 0.000E+00	NXT = 1.384E+01
C(Cr) = 0.0048 %	NXP = 2.021E+01	NXS = 0.000E+00	NXT = 2.021E+01
C(Mn) = 0.1256 %	NXP = 6.195E+02	NXS = 0.000E+00	NXT = 6.195E+02
C(Fe) = 0.0580 %	NXP = 2.863E+02	NXS = 0.000E+00	NXT = 2.863E+02
C(Ni) = 0.0000 %	NXP = 1.733E-06	NXS = 0.000E+00	NXT = 1.733E-06
C(Cu) = 0.0078 %	NXP = 2.489E+01	NXS = 0.000E+00	NXT = 2.489E+01
C(Zn) = 0.0271 %	NXP = 7.361E+01	NXS = 0.000E+00	NXT = 7.361E+01
C(Ga) = 0.0022 %	NXP = 5.115E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 5.115E+00
C(Rb) = 0.0035 %	NXP = 2.648E+00	NXS = 0.000E+00	NXT = 2.648E+00
C(Sr) = 0.0176 %	NXP = 1.119E+01	NXS = 0.000E+00	NXT = 1.119E+01
C(C) = 54.6423 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(N) = 6.3727 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(O) = 18.1867 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(Na) = 2.9855 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(P) = 0.0456 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(S) = 0.4565 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(Cl) = 1.3695 %	NKREL = 0.000E+00	Err. = 0.000	
C(K) = 8.5843 %	NKREL = 9.388E-02	Err. = 0.009	
C(Ca) = 7.1042 %	NKREL = 2.709E-01	Err. = -0.042	
C(Ti) = 0.0000 %	NKREL = 1.017E-09	Err. = 0.017	
C(V) = 0.0061 %	NKREL = 8.316E-03	Err. = 0.012	
C(Cr) = 0.0048 %	NKREL = 1.214E-02	Err. = 0.053	
C(Mn) = 0.1256 %	NKREL = 3.722E-01	Err. = 0.013	
C(Fe) = 0.0580 %	NKREL = 1.720E-01	Err. = 0.031	
C(Ni) = 0.0000 %	NKREL = 1.041E-09	Err. = 0.041	
C(Cu) = 0.0078 %	NKREL = 1.495E-02	Err. = 0.024	
C(Zn) = 0.0271 %	NKREL = 4.423E-02	Err. = 0.028	
C(Ga) = 0.0022 %	NKREL = 3.073E-03	Err. = 0.001	
C(Rb) = 0.0035 %	NKREL = 1.591E-03	Err. = 0.033	
C(Sr) = 0.0176 %	NKREL = 6.725E-03	Err. = -0.028	

Fig. II.2 Concentraciones de los elementos obtenidas con el programa PIXEINT

Para la calibración del sistema de detección se usaron los materiales de referencia certificados SL-1 y SL-7. El resultado se presenta en la gráfica I.1.



Gráfica I.1 Eficiencia del sistema de detección

## APÉNDICE II

### Repetibilidad de la Técnica

Tabla III.1 Concentración en masa de elementos en nopal de Milpa Alta  
(g/100g de nopal en base seca) Incertidumbre 10 %

Muestra		C	N	O	Na	K	Ca
Milpa Alta I	1	60.5	6.9	20.1	3.4	5.1	4.1
	2	60.5	6.9	20.1	3.3	5.1	4.1
	3	60.1	6.8	20.1	3.4	5.3	4.3
	x	60.4	6.9	20.1	3.4	5.2	4.2
	σ	0.2	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1
Milpa Alta II	1	60.7	6.7	19.9	3.1	6.7	2.8
	2	60.2	6.8	19.2	3.5	7.1	3.2
	3	60.3	6.7	19.4	3.4	7.2	3.9
	x	60.4	6.8	19.5	3.3	7.0	3.3
	σ	0.3	0.0	0.3	0.2	0.3	0.5
Milpa Alta III	1	60.3	6.8	19.3	3.5	6.4	3.7
	2	59.5	6.9	19.8	3.2	7.8	2.7
	3	59.6	6.6	19.2	3.7	6.7	4.0
	x	59.8	6.8	19.4	3.5	7.0	3.5
	σ	0.4	0.2	0.3	0.3	0.7	0.7
Milpa Alta IV	1	59.6	6.7	19.0	3.7	6.8	4.0
	2	59.6	6.6	19.2	3.7	6.7	4.0
	3	59.4	6.7	19.5	3.7	5.4	5.3
	x	59.5	6.7	19.2	3.7	6.3	4.5
	σ	0.1	0.1	0.2	0.0	0.8	0.7

Tabla III.2 Concentración en masa de elementos en nopal de Milpa alta  
(mg/kg, base seca) incertidumbre 10%

Muestra		Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Br	Rb	Sr
Milpa Alta I	1	0	113	16	0	8	16	20	30	55
	2	5	79	27	0	19	5	14	48	84
	3	0	70	40	0	6	10	15	106	93
	x	2	87	28	0	11	10	16	61	77
	σ	3	23	12	0	7	6	3	40	20
Milpa Alta II	1	6	16	44	3	3	9	25	1	129
	2	8	28	107	0	8	17	23	0	227
	3	0	15	32	0	6	7	0	43	87
	x	4	20	61	1	6	11	16	15	148
	σ	4	7	40	2	3	5	14	25	72
Milpa Alta III	1	51	236	179	6	0	7	0	63	22
	2	0	85	44	0	0	21	57	66	57
	3	6	333	98	4	7	16	16	137	192
	x	19	218	107	3	2	15	24	89	90
	σ	28	125	68	3	4	7	29	42	90
Milpa Alta IV	1	2	269	100	1	14	7	23	118	91
	2	6	333	98	4	7	16	16	137	192
	3	0	201	55	1	4	16	40	75	79
	x	3	268	84	2	8	13	26	110	121
	σ	3	66	25	2	5	5	12	32	62

## Análisis de nopales irradiados

Tabla III.3 Concentración en masa de elementos en nopal irradiado y no irradiado de MA y SJT (g/100g de nopal, base seca) incertidumbre 10%

Muestra		C	N	O	Na	K	Ca
MA irradiad.	1	58.8	6.6	19.3	3.8	7.6	3.9
	2	58.7	6.6	19.3	3.8	8.6	3.0
	3	58.7	6.6	19.2	3.8	8.2	3.5
	x	58.7	6.6	19.3	3.8	8.1	3.5
	$\sigma$	0.0	0.0	0.0	0.0	0.5	0.5
MA no irradiad	1	59.0	6.7	19.4	3.8	7.9	3.2
	2	59.2	6.7	19.4	3.8	7.3	3.6
	3	58.7	6.8	19.6	3.9	7.3	3.6
	x	59.0	6.7	19.4	3.8	7.5	3.5
	$\sigma$	0.3	0.1	0.1	0.1	0.4	0.2
SJT irradiad	1	59.7	6.8	19.6	3.7	7.9	2.2
	2	59.2	6.9	19.7	3.8	7.9	2.3
	x	59.4	6.9	19.7	3.8	7.9	2.3
	$\sigma$	0.3	0.0	0.1	0.1	0.0	0.1
SJT no irradiad	1	58.9	6.9	19.6	3.9	8.3	2.3
	2	59.0	6.9	19.7	3.8	7.9	2.7
	x	59.0	6.9	19.7	3.9	8.1	2.5
	$\sigma$	0.05	0.01	0.02	0.07	0.27	0.27

Tabla III.4 Concentración en masa de elementos en nopal irradiado y no irradiado de MA y SJT (mg/kg, base seca) incertidumbre 10%

Muestras		Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Br	Rb	Sr
MA irradiad.	1	36	80	0	3	8	0	120	340
	2	54	92	0	15	32	100	100	190
	3	30	96	7	27	0	17	100	410
	x	40	89	2	15	13	39	106	313
	$\sigma$	12	8	4	12	17	55	9	111
MA no irradiad	1	53	56	0	7	10	25	79	0
	2	55	69	0	8	14	0	104	390
	3	28	46	3	5	6	0	68	130
	x	45	57	1	7	10	8	84	173
	$\sigma$	15	12	2	2	4	14	18	198
SJT irradiad	1	320	101	9	7	33	75	71	74
	2	310	84	2	8	21	41	28	104
	x	315	93	6	8	27	58	50	89
	$\sigma$	8	12	5	1	8	24	30	21
SJT no irradiad	1	84	74	3	4	24	47	35	44
	2	84	67	2	2	20	24	21	26
	x	84	71	3	3	22	36	28	35
	$\sigma$	0	5	1	1	3	16	10	13

Tabla III.5 Concentración en masa de elementos en nopal irradiado con electrones y rayos gamma de Co<sup>60</sup> (g/100g de nopal, base seca) incertidumbre 10%\*

Muestra	C	N	O	Na	P	S	Cl	K	Ca
e- 2.0 kGay	59.6	7.0	19.8	3.3	0.1	0.3	2.2	6.6	1.1
γ □ □ 2.0 kGay	58.6	6.8	19.5	3.2	0.0	0.4	3.8	6.5	1.2
γ □ 1.5 kGay	58.1	6.8	19.3	3.2	0.0	0.4	3.9	7.5	0.8
Testigo	59.3	6.9	19.7	3.2	0.0	0.1	2.9	6.9	0.8

Tabla III.6 Concentración en masa de elementos en nopal irradiado con electrones y rayos gamma de Co<sup>60</sup> (mg/kg, base seca) incertidumbre 10%\*

Muestra	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	As	Br
e- 2.0 kGay	6	50	69	12	34	8	20
γ □ □ 0 □ kGay	7	60	150	1	13	24	21
γ □ 1.5 kGay	8	100	96	4	20	0	41
Testigo	28	89	87	0	9	10	48

### Análisis entre variedades de nopal

Tabla III.7 Concentración en masa de elementos en diferentes variedades de nopal (g/100g de nopal, base seca) incertidumbre 10%\*

Variedad	C	N	O	Na	Cl	K	Ca
Milpa Alta	60.7	7.1	20.2	3.3	2.2	5.7	0.6
Copena VI	59.7	7.0	19.9	3.3	3.1	6.0	0.6
robusta	61.1	7.1	20.3	3.3	1.7	5.6	0.5
atlixco	62.4	7.3	20.8	3.4	2.4	3.7	0.2
nopalca	58.3	6.8	19.4	3.2	2.4	7.4	2.1
IFUNAM	58.9	6.9	19.6	3.2	2.9	5.4	2.7

Tabla III.8 Concentración en masa de elementos en diferentes variedades de nopal (mg/kg, base seca) incertidumbre 10%\*

Variedad	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	As	Br	Rb	Sr
Milpa Alta	0	110	69	17	24	2	99	61	94
Copena VI	16	160	79	13	9	0	17	1	37
robusta	0	110	66	17	24	13	1	66	78
atlixco	7	64	36	4	10	17	12	29	1
nopalca	0	230	110	0	0	0	1	170	3
IFUNAM	10	180	67	0	17	16	1	31	120

\* Nota: no es necesario escribir la incertidumbre de cada uno de los resultados. Si se informara en base húmeda, debería hacerse una propagación de la incertidumbre por las mediciones de las masas de las muestras. Se trata de una incertidumbre tipo B, basada en la experiencia de los analistas.

## APÉNDICE III

### CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE PARA LA CURVA ESTANDAR DE Fe

La ecuación de la curva es la siguiente: IV.1

$$A = mC + b \quad (\text{IV.1})$$

Para evaluar la incertidumbre se emplea la ecuación IV.2

$$u(M) = \left[ \left( \frac{\partial A}{\partial m} \right)^2 u^2(m) + \left( \frac{\partial A}{\partial C} \right)^2 u^2(C) + \left( \frac{\partial A}{\partial b} \right)^2 u^2(b) \right]^{1/2} \quad (\text{IV.2})$$

Resolviendo la ecuación queda de la siguiente forma: ec. IV.3

$$u(M) = \left[ C^2 u(m) + m^2 u^2(C) + u^2(b) \right]^{1/2} \quad (\text{IV.3})$$

Para el obtener la incertidumbre los valores se sustituyen en la ec. IV.3

- Evaluación de la incertidumbre para la ordenada de origen ( $S_b$ ) y de la pendiente ( $S_m$ ) de la curva patrón

CANTIDAD	ECUACIÓN	VALOR
$\sum_{i=1}^N X_i$		13.5 $\mu\text{g}$
$\sum_{i=1}^N X_i^2$		57.25 $\mu\text{g}^2$
$\sum_{i=1}^N Y_i$		1.25
$\sum_{i=1}^N X_i Y_i$		5.08
m	$m = \frac{N \sum_{i=1}^N X_i Y_i - \sum_{i=1}^N X_i \sum_{i=1}^N Y_i}{N \sum_{i=1}^N X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^N X_i\right)^2}$	0.08
b	$b = \frac{\sum_{i=1}^N X_i^2 \sum_{i=1}^N Y_i - \sum_{i=1}^N X_i \sum_{i=1}^N X_i Y_i}{N \sum_{i=1}^N X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^N X_i\right)^2}$	0.026
$S_y$	$S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (Y_i - mX_i - b)^2}{N-2}}$	0.022
$S_m$	$S_m = S_y \sqrt{\frac{N}{N \sum_{i=1}^N X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^N X_i\right)^2}}$	0.003
$S_b$	$S_b = S_y \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N X_i^2}{N \sum_{i=1}^N X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^N X_i\right)^2}}$	0.016