



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE CIENCIAS

**IRRADIACIÓN CON ELECTRONES DE
MUESTRAS DE SACAROSA (CAÑA Y
REMOLACHA) Y SU CARACTERIZACIÓN
CON MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

FÍSICO

PRESENTA:

GERARDO VALDEZ VIVANCO



DIRECTORA DE TESIS:

M. EN C. ESBAIDE ADEM CHAHIN

Ciudad Universitaria, CD. MX., 2018



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

“Nadie educa a nadie, nadie se educa a si mismo, los hombres se educan entre si con la mediacion del mundo”

Paulo Reglus Neves Freire

Agradecimientos

Agradezco a la Universidad Nacional Autónoma de México, en particular al Instituto de Física y a todos los que contribuyeron con sus impuestos a que yo pudiera realizar mi licenciatura.

A la Maestra Esbaide Adem Chahin por haberme apoyado y orientado en la realización de esta tesis.

Este trabajo fue realizado con el apoyo otorgado por la DGAPA-UNAM, mediante la beca del proyecto PAPIIT con clave IN103516, cuyo título es: Efecto de la irradiación con electrones sobre policaprolactonas y poliuretanos. Diseño de un calorímetro para el cálculo de la dosis.

Al Doctor Ángel Marcos Fernández quien me hizo valiosas observaciones de los resultados de esta tesis.

A la Doctora Alejandra Ortega Aramburu por su apoyo técnico en la obtención de los espectros UV e infrarrojo.

A los técnicos Margarito Vázquez y Jesús Galindo por su gran apoyo en el desarrollo de este trabajo, por el buen mantenimiento que le dieron al acelerador ya que esto me permitió realizar mi tesis sin problemas.

A Luis Novoa por su apoyo y consejos de cómo realizar presentaciones gráficas.

Al Doctor Carlos Raúl Magaña por su apoyo en el microscopio electrónico de barrido.

IV

A la Ingeniera Cristina Zorrilla por su apoyo técnico en la obtención de los espectros Raman.

A la Maestra en Ciencias María Cristina Flores y el Doctor Héctor Murrieta por sus consejos y enseñanzas en los aspectos de espectroscopía.

Al Doctor Jorge Eduardo Rickards, al Doctor Emilio Bucio, a la Doctora Alejandra Ortega Aramburu y la Maestra en Ciencias Patricia Raquel Áviles por aceptar ser mis sinodales y el tiempo dedicado a revisar este trabajo.

A César Cossío Guerrero por todas las veces que me ha ayudado y su invaluable amistad.

Dedicatorias

A mi madre Sofía Vivanco porque con su gran esfuerzo, coraje y cariño me ha apoyado siempre. Me siento orgulloso de ser su hijo.

A Nancy por ser la hermanita que siempre quise.

A mis tías Andrea, Marina y mi abuela Sofía que siempre me han apoyado y buscado lo mejor para mí.

A mi tío Victor y mi abuela María por su gran amabilidad.

A mi Papá Lino por haberme cuidado.

A mis amigas y amigos de tantos años Haidem, Vanesa, Hérrnan, Javier, César.

Resumen

La motivación de este trabajo consiste en contribuir con un estudio destinado a la caracterización mediante técnicas espectroscópicas de la azúcar común irradiada con electrones. En la literatura se cuenta principalmente con estudios espectroscópicos de Ultravioleta-Visible, Resonancia Paramagnética Electrónica y Resonancia Magnética nuclear [1] [2] [3] [4]. Las últimas dos técnicas resultan de gran importancia en aspectos de la física del estado sólido y pueden resultar mucho más caras y complejas que las utilizadas en esta tesis.

Antes de realizar las irradiaciones de las muestras de azúcar de caña y remolacha se hizo un amplio estudio de dosimetría con películas de tinte radiocrómico (PTR). En donde el objetivo principal fue obtener un mapeo de cómo cambia la dosis recibida al variar los parámetros de corriente y distancia tanto para el haz en su modo fijo como barrido, esto permitió corroborar el funcionamiento estable del acelerador al comparar con los datos que ya se tenían previamente.

Una vez efectuada la dosimetría con PTR se procedió a irradiar un gramo de muestra tanto para azúcar de caña como de remolacha a dosis de 1, 3, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 y 100 kGy. Posteriormente, se observaron los testigos de ambos tipos de azúcar en un espectro Raman y se corroboró que tienen cuentan con los mismo grupos funcionales por lo cual se trabajó sólo con la muestra de azúcar de caña y se escogieron las dosis de 3, 10, 30, 70 y 100 kGy para tomar espectros de infrarrojo y de Ultravioleta en disolución acuosa.

En los espectros de Raman no se apreció ningún cambio significativo al variar la dosis de radiación recibida, mientras que en los espectros de infrarrojo se observó la aparición de una señal correspondiente al grupo carbonilo a partir de la dosis de 10 kGy. Esto resultó consistente con los resultados obtenidos en la literatura donde se reporta la formación de radicales estables que contienen el grupo carbonilo en su estructura química[5] [6] [7].

La parte final corresponde al estudio de espectroscopia Ultravioleta que se realizó a las concentraciones de 5 % y 2.4 % donde se obtuvo una relación lineal al graficar

la absorbancia máxima contra la dosis recibida. A diferencia de lo que se reporta en [8] [1] donde se tiene que la mayor absorbancia es a $\lambda=267$ nm, en esta tesis se encontró a $\lambda=258$ nm.

Introducción

La irradiación de materiales es de suma importancia en diversos procesos industriales tales como la preservación y desinfección de alimentos, la esterilización de medicamentos, la creación de nuevos materiales, la coloración de gemas, entre otros. En la irradiación de materiales orgánicos suelen aparecer radicales libres, los cuales tienen un efecto a nivel molecular dentro del material, esto trae como consecuencia el cambio en sus propiedades físicas y químicas.

En la literatura se tienen estudios que investigan la capacidad de los materiales para ser usados como dosímetros. Entre los materiales más prometedores debido a su bajo costo y accesibilidad está el azúcar común, en específico la obtenida de la caña o bien la obtenida de la remolacha. En 1986, a raíz del terrible accidente en Chernóbil Nakajima, [9] reportó que diversos materiales encontrados en las casas abandonadas mostraban señales de formación de radicales mediante un estudio EPR, de los cuales el más estudiado fue al azúcar, también cuantificó el tiempo en que se daba el desvanecimiento de los radicales a las temperaturas de 55, 100°C y temperatura ambiente. Posteriormente Yordanov et. al. [10] realizaron estudios con sacarosa utilizando rayos gamma y encontraron que la absorbancia en los espectros de Ultravioleta aumentaba linealmente con la dosis recibida, esto último a una longitud de onda igual a 267 nm. Da Costa et. al.[11] utilizaron sacarosa y dextrosa para hacer un estudio comparativo de las propiedades dosimétricas y encontraron que no había contribución al espectro EPR de parte de las impurezas, con lo cual se tiene que cualquier muestra de azúcar es adecuada para usarse como dosímetro de emergencia; Flores et. al. [1] realizaron un estudio de EPR y absorción óptica utilizando rayos gamma y electrones para la irradiación en cristales de azúcar y encontraron que varias bandas en la región del infrarrojo y UV cambiaban aumentando su intensidad conforme aumenta la dosis de irradiación además sugieren el posible entrecruzamiento en las cadenas moleculares de el azúcar.

En estudios más recientes Brizuela et. al. [12] realizaron una caracterización completa del espectro vibracional de la sacarosa sin irradiar encontrando cinco bandas características muy intensas en 3391, 3339, 1069, 1053 y 991 cm^{-1} , donde los primeros dos corresponden a los modos de estiramiento del OH y los restantes a los modos de estiramiento del enlace C-O.

Por otro lado, De Cooman et. al. [7] han hecho estudios de EPR para identificar los radicales que son estables con el tiempo en las muestras de sacarosa comercial (Aldrich) utilizando un rango de dosis de 10-100 kGy. Encontraron tres radicales cuya fórmula molecular propuesta contiene el grupo carbonilo; Kusakovskij et. al. [6] propone la existencia de un cuarto radical estable en la sacarosa utilizando la teoría del funcional de la densidad y encontraron una fórmula molecular que contiene también al grupo carbonilo.

Índice general

Agradecimientos	IV
Resumen	IX
1. Fundamentos Teóricos	1
1.1. Interacción de la radiación con la materia	1
1.1.1. Efecto Fotoeléctrico	3
1.1.2. Efecto Compton	4
1.1.3. Producción de Pares	4
1.1.4. Interacción de los electrones acelerados con la materia	5
1.2. Dosimetría	7
1.2.1. Dosímetros absolutos y relativos	9
1.2.2. Películas de Tinte Radiocrómico (PTR)	9
1.3. Los Carbohidratos	10
1.3.1. Formación de radicales	12
1.4. Espectroscopías	14
1.4.1. Espectroscopía Raman	15
1.4.2. Espectroscopía de Infrarojo	18
1.4.3. Espectroscopía Ultravioleta-Visible	22
2. Desarrollo Experimental	26
2.1. Acelerador de Van de Graaff	26
2.2. Dosimetría	29

<i>ÍNDICE GENERAL</i>	XI
2.2.1. Dosimetría cualitativa	29
2.2.2. Dosimetría cuantitativa	31
2.3. Análisis cualitativo con el microscopio electrónico de barrido . . .	36
2.4. Preparación de las muestras de azúcar	37
2.5. Espectroscopias	38
2.5.1. Espectroscopia Raman	38
2.5.2. Espectroscopia de Infrarrojo	39
2.5.3. Espectroscopia de Ultravioleta-Visible	41
3. Resultados y Análisis	42
3.1. Resultados de dosimetría	42
3.2. Resultados del análisis cualitativo por EDS	44
3.3. Resultados de espectroscopia Raman	46
3.4. Resultados de espectroscopia de Infrarrojo	53
3.5. Resultados de espectroscopía Ultravioleta	56
4. Conclusiones	59
Bibliografía	61

Capítulo 1

Fundamentos Teóricos

1.1. Interacción de la radiación con la materia

Una de las consecuencias inmediatas de la interacción de radiación ionizante con la materia es la transferencia de energía a la misma. Durante las colisiones entre los electrones y la materia se produce radiación electromagnética. Es de gran importancia conocer los efectos que tiene ésta última sobre los átomos del material en que inciden los electrones ya que los cambios producidos pueden alterar la composición y equilibrio químico existente antes de la irradiación.

Al realizar un experimento de radiación en materiales se tiene en mente la imagen de un haz hecho de partículas que impacta sobre un número muy grande de átomos absorbedores. Es importante la cuantificación tanto del haz como de los blancos.

Se considerará la densidad de flujo de partículas ϕ como el número de partículas que cruzan un área dada por unidad de tiempo. Las unidades son $1/cm^2s$.

En un experimento es de interés conocer el número total de partículas que alcanzan 1 cm^2 del blanco. Esto se conoce como la afluencia y puede ser calculada integrando la densidad de flujo sobre la duración del experimento.

$$\Phi = \int \phi(t)dt \quad (1.1)$$

Se considera un haz paralelo con partículas que tienen velocidad v_1 (Figura 1.1), entonces todas las partículas que están en el volumen $V = Sv_1t$ cruzan la superficie $S(\text{cm}^2)$ en un tiempo $t(\text{s})$. Si n_1 es la densidad de partículas ($1/\text{cm}^3$), la densidad de flujo es $n_1v_1(1/\text{cm}^2\text{s})$.

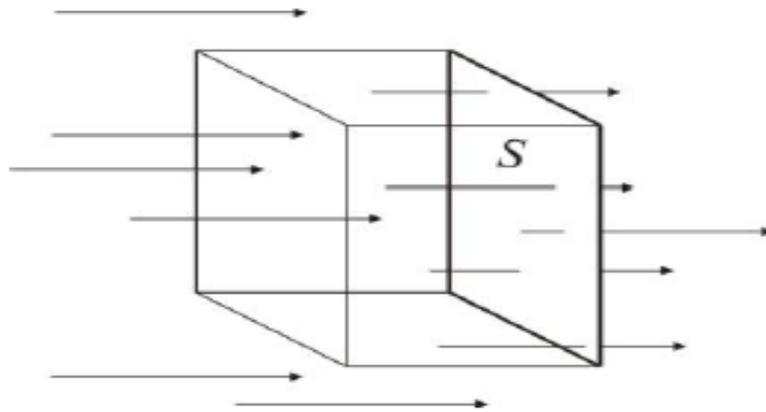


Figura 1.1 Densidad de flujo. Fuente: Rickards, J. (2001). La física de las radiaciones en la materia. Dirección General de divulgación de la ciencia, UNAM, México.

Cuando se trata de partículas cargadas el flujo representa una corriente eléctrica y la densidad de flujo una densidad de corriente. Para el caso de un haz de electrones se tiene que la cantidad de 6.242×10^{18} por segundo representa 1 A. Es común que los aceleradores de partículas produzcan corrientes de nA, μA o mA. En un experimento de tiene que la carga total sobre el blanco es

$$Q = \int i(t)dt \quad (1.2)$$

Expresada en Coulombs (nC, μA o mC).

La densidad molecular del material está dada por:

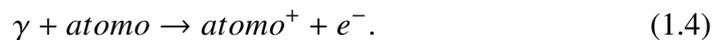
$$n_2 = \frac{N_0\rho}{M} \quad (1.3)$$

Donde N_0 es el número de Avogadro (6.022×10^{23} moléculas/mol), la densidad es ρ [g/cm^3], y M es el peso molecular [g/mol]. De forma similar se tiene que la densidad electrónica n , es la densidad molecular (atómica) por el número de electrones /moléculas [13].

La irradiación con electrones y gammas muestran efectos similares aunque su mecanismo de acción es distinto. En el primer caso, se tratan de colisiones elásticas e inelásticas y en el segundo caso se tienen tres procesos: efecto fotoeléctrico, efecto Compton y producción de pares. Dentro de un intervalo cercano a la energía de 1.3 MeV se tiene como efecto predominante al proceso Compton. A continuación se explican con mayor detalle los tres procesos [14].

1.1.1. Efecto Fotoeléctrico

El efecto fotoeléctrico es un tipo de ionización que consiste en la liberación de un electrón de la capa más alejada del núcleo después de que un fotón choca con él:

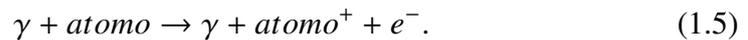


En este proceso, el fotón es completamente absorbido y un electrón con energía cinética es expulsado del átomo. La probabilidad de interacción depende de tres criterios. El primero se refiere a que un átomo con más protones tiene mayor probabilidad, ya que posee un mayor número de electrones para chocar. Segundo, existe un decremento en la probabilidad de interacción conforme aumenta la energía del fotón. Esto se debe a que una mayor energía conlleva una longitud de onda más corta para los fotones así que es menos probable que choquen con un electrón. Tercero, si la energía del fotón es muy próxima a la necesaria para que el electrón escape del átomo, entonces la probabilidad de esta interacción es mayor.

El efecto fotoeléctrico es dominante para energías relativamente bajas de los fotones, por ejemplo el régimen de rayos X y para absorbedores de gran peso atómico como el plomo y tungsteno [15].

1.1.2. Efecto Compton

En el efecto Compton es otro tipo de ionización, en la cual sucede una colisión entre un fotón y un electrón en un átomo. En este caso no es absorbido por completo, si no que existe una transferencia de momento y energía desde el fotón al electrón. Esto es similar a lo que sucede en el juego de billar, el fotón puede ser pensado como la bola blanca y el electrón como la bola de color. En forma de ecuación tenemos:

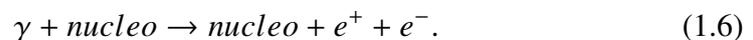


El fotón se marcha con una energía menor que la que tenía antes de la colisión. Al igual que en el efecto fotoeléctrico, la probabilidad de dispersión está relacionada con el número de electrones en el átomo. Debido a que la probabilidad del efecto Compton cae menos intensamente con el incremento de la energía, este proceso tiende a tener un mayor impacto en la atenuación de rayos de fotones a altas energías.

Después de que ocurre el efecto Compton, y seguido del efecto fotoeléctrico, tenemos una vacancia en un orbital atómico. Entonces puede ocurrir la emisión de uno o más rayos X desde el átomo cuando la vacancia es llenada por un electrón de una capa con mayor energía. Luego, el lugar de este electrón puede ser ocupado por otro de una capa aún más energética y así sucesivamente [15].

1.1.3. Producción de Pares

La producción de pares consiste en la transformación de un fotón en un par electrón-positrón dentro del material.



Este proceso se realiza dentro del material porque se requiere la presencia del campo eléctrico de un núcleo. Además, durante el proceso, se transfiere algo de momento al núcleo vecino. Cuando ocurre, el fotón deja de existir para dar lugar a la creación de materia. La energía para crear masa obedece la fórmula $E=mc^2$. La energía que requiere este proceso debe ser suficiente para crear al electrón, positrón y una parte transferida al núcleo vecino, existe un mínimo de energía. Por lo cual, si la energía del fotón está bastante arriba de este límite, la producción de pares será un proceso dominante[15].

1.1.4. Interacción de los electrones acelerados con la materia

En el caso de partículas cargadas, como el electrón, tenemos una serie de efectos importantes de mencionar. Al incidir en la materia colisiona con prácticamente todos los átomos que encuentra en su trayectoria, esto tiene el efecto de frenarlo continuamente. Este proceso de frenado continuo se denomina CSDA (en inglés Continuous Slowing Down Approximation).

Durante las colisiones, puede ocurrir que el electrón conserve toda su energía durante el impacto, lo cual se denomina colisión elástica y sucede en mayor parte para electrones de bajas energías y para materiales de alto número atómico. Por otro lado, si ocurre una transferencia de energía se producen los fenómenos de ionización y excitación principalmente. El primero consiste en liberar un electrón (electrón secundario) de su órbita atómica debido a la energía depositada por la radiación, esto produce un átomo cargado positivamente, el cual puede o no producir ionización secundaria.

La pérdida de energía que sucede en el electrón al interactuar con la materia se divide en dos tipos. La primera involucra los procesos de excitación e ionización en la vecindad de la trayectoria del electrón primario, así como las pérdidas de energía debidas a la radiación Cherenkov. Esta última apenas representa el 0.1 % comparada con la energía que utiliza un electrón en los procesos de ionización y excitación atómica por lo cual no es relevante en aspectos radiológicos. La

expresión matemática para el poder de frenado por colisión es la siguiente, ver [16].

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_{col} = \frac{4\pi k_0^2 e^4 n}{mc^2 \beta^2} \left[\ln \frac{mc^2 \tau \sqrt{\tau + 2}}{\sqrt{2} I} + F^-(\beta) \right] \quad (1.7)$$

Donde

$$F^-(\beta) = \frac{1 - \beta^2}{2} \left[1 + \frac{\tau^2}{8} - (2\tau + 1) \ln 2 \right] \quad (1.8)$$

Es usada para el caso de electrones, en esta relación:

$\tau = T/mc^2$ es la energía cinética de las partículas β expresada en múltiplos de la energía en reposo del electrón.

$$k_0 = 8.99 \times 10^9 \text{ Nm}^2 \text{C}^{-2}$$

e = magnitud de la carga del electrón

n = número de electrones por unidad de volumen en el medio

m = masa del electrón en reposo

c = la velocidad de la luz

$\beta = v/c$ = velocidad de la partícula relativa a c

I = energía de excitación promedio del medio

La segunda forma de pérdida de energía para un electrón es mediante la emisión de radiación electromagnética (Bremsstrahlung) debido a la desaceleración provocada al pasar cerca de un núcleo atómico, la cual está en el rango de los Rayos X.

Cuando la energía es menor a 100 keV, la radiación Bremsstrahlung es despreciable, sin embargo, aumenta rápidamente tomando importancia en el rango de los MeV. El poder de frenado radiativo que corresponde a la energía perdida por el electrón, debido al proceso radiativo, por unidad de distancia recorrida se puede escribir como:

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_{rad} = \sigma_0 n Z^2 (E + mc^2) B_r \quad (1.9)$$

En donde la constante $\sigma_0 = 5.80 \times 10^{-28} \text{cm}^2$ y B_r es una cantidad sin unidades que depende de Z (número atómico) y E , y varía aproximadamente entre 5 y 15 para electrones entre 0.5 y 100 MeV. El hecho de que sea proporcional a Z^2 significa que los materiales de peso atómico grande sean muy susceptibles a producir rayos X [13].

1.2. Dosimetría

La dosimetría de radiación se define como la medida de la dosis absorbida o la rapidez de dosis que resulta de la interacción de la radiación ionizante con la materia. Es de suma importancia en el ámbito de los procesos industriales, donde se tienen aplicaciones como la esterilización de medicamentos y alimentos. Es muy importante tener un control de la dosis de radiación para evitar que el personal empleado sea afectado por las radiaciones de fuentes artificiales.

La dosimetría es necesaria para tener protocolos adecuados sobre el uso de radiación ionizante y cumplir con el principio ALARA (As Low As Reasonably Achievable). Este principio considera una justificación, optimización y limitación de la dosis individual. En seguida se explican los conceptos necesarios para abordar el tema.

Dosis absorbida: es la energía depositada a la materia por partículas ionizantes, por unidad de masa del material irradiado. La unidad de dosis absorbida en el SI es el Gray (Gy).

$$\begin{aligned} 1\text{Gy} &= 1\text{J/kg} \\ &= 6.24 \times 10^{18} \text{eV/kg} \end{aligned} \quad (1.10)$$

$$D = \frac{dE}{dm} \quad (1.11)$$

Razón de dosis absorbida: (\dot{D}) es el incremento de la dosis absorbida por unidad de tiempo.

$$\dot{D} = \frac{dE}{dm} \frac{1}{dt} = \frac{dD}{dt} \quad (1.12)$$

Transferencia Lineal de Energía (TLE): puede definirse como la razón lineal de pérdida de energía de una partícula ionizante que atraviesa un medio material. Se debe considerar que la razón de la energía perdida por una partícula va cambiando conforme ésta va penetrando el material que la absorbe, y la TLE varía con la posición del haz dentro del material.

Densidad óptica: es una magnitud que mide la absorbancia por unidad de longitud que recorre la luz al atravesar la sustancia y su expresión es la siguiente:

$$\begin{aligned} DO_{\lambda} &= \frac{A_{\lambda}}{l} \\ &= -\frac{1}{l} \log_{10} T \\ &= \frac{1}{l} \log_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) \end{aligned} \quad (1.13)$$

Donde:

l es la distancia que la luz viaja por la muestra

A_{λ} es la absorbancia a una longitud de onda λ

I_0 es la intensidad del rayo de luz incidente

I es la intensidad del rayo de luz transmitido

La **respuesta** es la diferencia de la densidad óptica dividida entre el espesor de la película, su expresión es la siguiente:

$$R = \frac{DO_f - DO_i}{\text{espesor}} \quad (1.14)$$

Entre las características que hacen a un dosímetro de uso práctico se encuentran que la respuesta sea:

- Proporcional a las dosis de radiación en un amplio intervalo de dosis.
- Independiente de la razón de dosis.
- Independiente de la energía y de la transferencia lineal de energía (TLE).
- Independiente de factores ambientales.
- Reproducible con un margen de error entre el 2 y el 5 %.

1.2.1. Dosímetros absolutos y relativos

Los dosímetros absolutos nos permiten el cálculo directo de la dosis sin necesidad de calibrarse previamente. Estos métodos incluyen la calorimetría, la cámara de ionización de aire libre y el dosímetro químico de Fricke. Entre sus ventajas están que su reproducibilidad es muy alta y las lecturas sean inmediatas. Por otro lado, debido a la complejidad de los dispositivos resultan imprácticos para el uso de una emergencia.

Existe otro tipo de dosímetros conocidos como relativos, estos requieren calibrarse con un dosímetro absoluto y se caracterizan por su versatilidad, como puede ser su tamaño, costo o facilidad de transporte. Estos son de particular interés en la investigación reciente ya que se han estudiado materiales tan comunes y baratos como el azúcar, que permite su uso como dosímetro de emergencia [9].

La elección del dosímetro dependerá de la configuración del experimento, la morfología de la muestra y su densidad, además de la utilidad que cada dosímetro puede proveer.

1.2.2. Películas de Tinte Radiocrómico (PTR)

En la dosimetría química se tiene que la dosis recibida está determinada por el cambio químico producido en un ambiente determinado. Para el caso de las películas de tinte radiocrómico, sucede que al incidir radiación se producen ionizaciones y excitaciones en un tiempo muy corto, del orden de 10^{-15} segundos. A nivel molecular ocurre un reacomodo de las cadenas del polímero que constituye la sustancia sensible a la radiación, ver Figura 1.2

La relación que existe entre la medición de un dosímetro químico de número $(Z)_1$ y peso atómico $(A)_1$ con otro material que se usará como dosímetro secundario de número $(Z)_2$ y peso atómico $(A)_2$ es la siguiente:

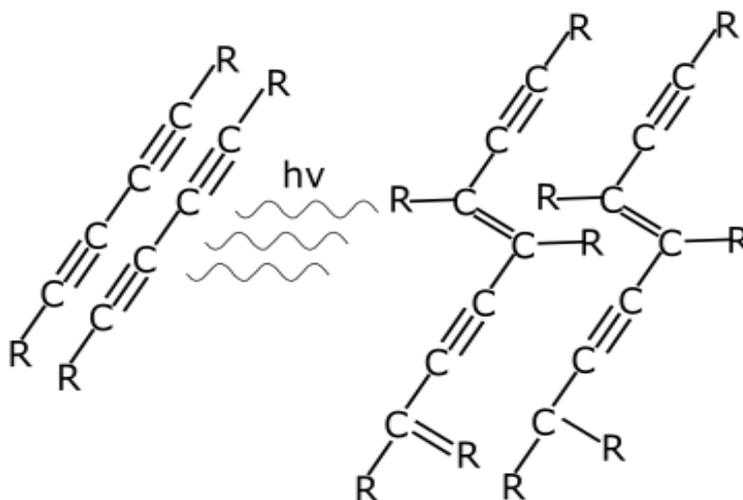


Figura 1.2 La recombinación de las cadenas del polímero produce nuevos compuestos que le dan un color diferente a las PTR después de ser expuestas a la radiación.

$$D_2 = D_1 x \frac{(Z/A)_2}{(Z/A)_1} \quad (1.15)$$

Las PTR son películas plásticas transparentes recubiertas con algún precursor de tinte que al ser expuesto a la radiación adquiere un cierto color, esto quiere decir que existe una mayor absorción de cierta longitud de onda del espectro electromagnético. Esta absorbancia se determina con el cambio en su densidad óptica y se usa un espectrofotómetro para medirla.

Para encontrar la dosis recibida en las PTR es necesario previamente relacionar la respuesta de las películas con un dosímetro absoluto. Esto permite hacer una curva de calibración dentro de un rango específico de dosis.

1.3. Los Carbohidratos

Los carbohidratos están presentes en todos los seres vivos. El azúcar y el almidón están presentes en la comida, la celulosa en la madera, papel y algodón son ejem-

plos de carbohidratos casi puros. Dentro del metabolismo se convierten en energía química transportándose hacia diferentes tejidos y por último se transforman en diversas sustancias de reserva como son: glucógeno, insulina, lípidos.

La palabra carbohidrato deriva históricamente del hecho de que la glucosa, que es el carbohidrato más simple tenga la fórmula molecular $C_6H_{12}O_6$ y fuera originalmente pensada como un "hidrato de carbono" $C_6(H_2O)_6$. Este punto de vista fue abandonado pero el nombre persiste.

Los Carbohidratos se clasifican ya sea en simples o complejos. Los azúcares simples ó monosacáridos, son carbohidratos como la glucosa y la fructuosa que no pueden descomponerse en moléculas más pequeñas mediante hidrólisis, proceso mediante el cual reaccionan una molécula orgánica y agua rompiendo un enlace covalente para formar dos moléculas orgánicas con grupos funcionales que incluyen los átomos de la molécula de agua.

Los monosacáridos se clasifican además como aldosas o cetosas. Los prefijos aldo y Ceto- identifican el tipo de grupo carbonilo en la molécula, si es aldehído o cetona. El número de átomos de carbono en el monosacárido está indicado por el prefijo numérico tri-, tetr-, pent-, hex-, etc. en el nombre. La glucosa es una aldohexosa, un azúcar con un grupo aldehído de seis carbonos; la fructosa es una cetohehexosa, un azúcar con un grupo cetona de seis carbonos; la ribosa es una aldopentosa un azúcar con un grupo aldehído de cinco carbonos. La mayoría de los azúcares simples comunes son pentosas o hexosas.

El azúcar común (sacarosa) obtenido de la caña o también de la remolacha es un disacárido, es decir, un compuesto formado por dos monosacáridos, que en este caso son la glucosa y la fructuosa. En la Figura 1.3 se muestra la forma cíclica de la molécula de sacarosa, esto debido a la flexibilidad de rotación que le confieren los enlaces simples.

¹Tomada de <https://es.wikipedia.org/wiki/Sacarosa#/media/File:Saccharose2.svg> el 28/06/2018.

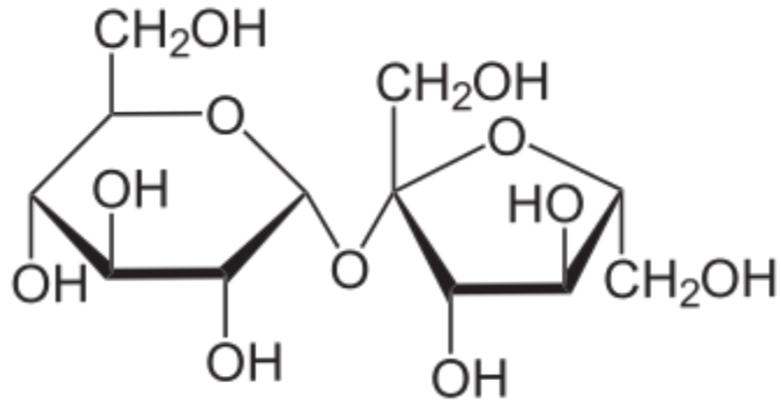
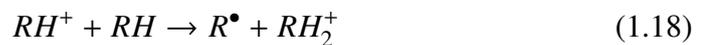


Figura 1.3 Molécula de sacarosa en su forma cíclica, constituida por la unión de glucosa y fructuosa.¹

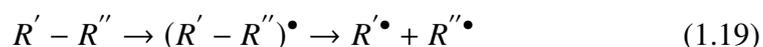
1.3.1. Formación de radicales

Un radical puede ser un átomo, molécula o ion que tiene un número impar de electrones de valencia. Esta peculiar característica les confiere una gran capacidad para reaccionar químicamente con otros átomos o moléculas en un tiempo muy breve. Se forman debido a los choques inelásticos como consecuencia de la irradiación con electrones a altas energías.

En los materiales orgánicos los radicales libres pueden ser generados como resultado de las siguientes reacciones:



En otro caso, los radicales libres pueden ser producidos por la disociación de moléculas excitadas:



Tenemos dos características principales de los radicales libres generados por radiación ionizante que son importantes para propósitos de dosimetría:

- El tiempo de vida de los radicales
- La sensibilidad que tiene el material a la radiación, es decir, el número de radicales estables producidos por la radiación absorbida por 100 eV, que es el llamado "valor de G" del material. El valor de G es igual a 1 si el número de radicales libres producidos por la dosis absorbida de 1 Gy es 6.3×10^{16} kg [17].

La estabilidad de los radicales libres depende del estado de la materia. El tiempo de vida que tienen estos radicales producidos por la radiación es muy corto en líquidos y disoluciones debido al movimiento Browniano, mientras que en el caso de sólidos puede ser de cientos o miles de años. El tiempo de vida depende de muchos factores tales como la estructura final de los radicales libres, su habilidad para recombinarse en el estado sólido y también de las condiciones de su almacenamiento (temperatura, humedad, exposición a rayos UV, presencia de oxígeno, etc.). Los materiales que son sensibles a la radiación para ser usados como dosímetros deben tener un tiempo de vida lo más largo posible [17].

Como ejemplo se tiene el aminoácido Alanina, que puede considerarse como el material mejor estudiado en el campo del estado sólido mediante EPR (Electron Paramagnetic Resonance), técnica espectroscópica que se describirá más adelante [18]. En trabajos más recientes [1][8] se reporta el uso del azúcar común como candidato a dosímetro secundario, debido a su respuesta lineal en un amplio intervalo de dosis.

1.4. Espectroscopías

La interacción de la luz con la materia nos proporciona uno de los métodos más importantes en cuanto a la determinación de la estructura y propiedades de las moléculas. Cuando la radiación electromagnética incide en un medio material de índice de refracción n_1 se produce una colisión con los átomos, moléculas o iones que forman el material. Esto se traduce en que la luz puede ser reflejada, absorbida, transmitida y dispersada, ver Figura 1.4.

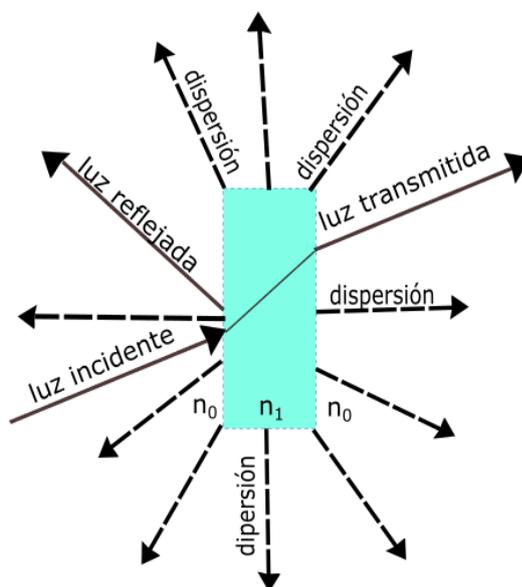


Figura 1.4 La luz que incide en un medio de índice de refracción n_1 , rodeado de otro medio con índice n_0 , parte es reflejada en las fronteras, parte absorbida, parte transmitida y parte dispersada (dispersión Rayleigh o Raman).

El espectro electromagnético, Figura 1.5, nos muestra una amplia gama de longitudes de onda con las que podemos estudiar el efecto que se produce al incidir radiación electromagnética sobre un material. La cuantificación de la interacción de energía electromagnética con la materia se denomina espectroscopía.

²Tomada de https://es.wikipedia.org/wiki/Espectro_electromagnético#/media/File:Electromagnetic_spectrum-es.svg el 28/06/2018.

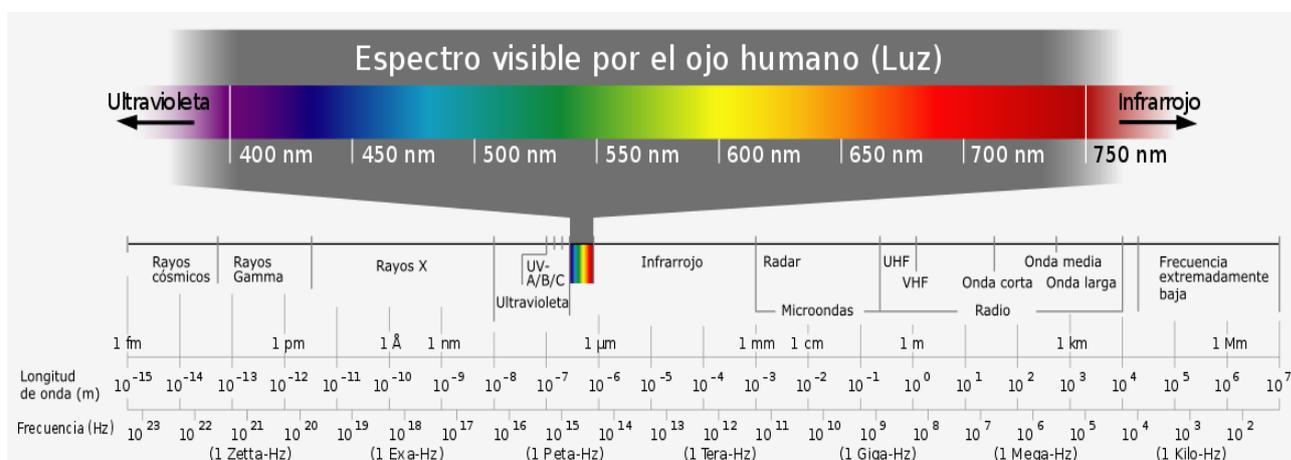


Figura 1.5 Espectro electromagnético donde se muestra la zona de interés para esta tesis, Infrarrojo y Ultra Violeta. ²

El proceso físico que tienen en común las espectroscopias IR, UV-vis y EPR es que la frecuencia de la radiación absorbida debe coincidir con la frecuencia de algún movimiento periódico inherente o inducido en las partículas. Todos los átomos dentro de las moléculas se encuentran en constante movimiento periódico de varios tipos, cada uno con una frecuencia característica. Cuando la frecuencia de la radiación incidente coincide con una de estas frecuencias inherentes, la absorción se hace posible [19].

1.4.1. Espectroscopía Raman

El efecto Raman fue reportado por primera vez por los físicos hindúes Chandrasekhara V. Raman y Kariamanickam S. Krishnan en 1928, al demostrar la dispersión inelástica de la luz por un fluido [20].

La incidencia de luz monocromática de frecuencia ν_0 provoca un efecto de polarización en el material que a su vez es causante de la dispersión de la luz, un esquema del proceso se muestra en la Figura 1.6. A diferencia de las espectroscopias de absorción, en este caso no es necesario que la radiación incidente sea resonante con el medio, es decir que su energía coincida con alguna diferencia de energía

entre niveles del mismo. Si esto ocurre por añadidura, el fenómeno de dispersión es resonante y se denomina espectroscopia Raman resonante [21].

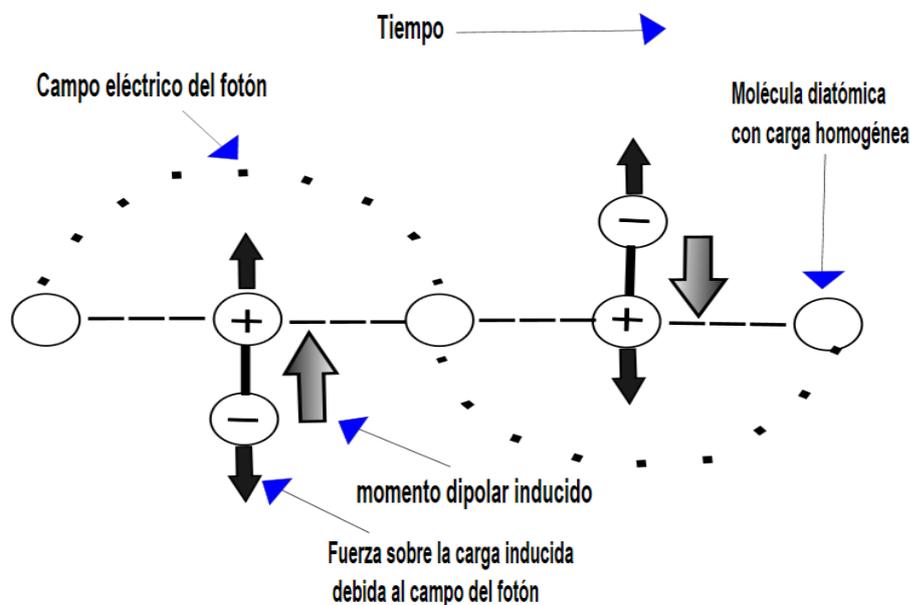


Figura 1.6 Momento dipolar inducido en una molécula diatómica homonuclear debido a la oscilación del campo eléctrico de la radiación incidente.

Existen dos tipos de dispersión: elástica e inelástica. En la primera y más común se tiene que la energía del fotón incidente es la misma que la del fotón dispersado y se conoce como dispersión Rayleigh.

El segundo tipo de dispersión involucra un intercambio de energía y puede ocurrir que el fotón incidente ceda parte de su energía (Stokes), lo cual provoca una transición vibracional desde el estado base a uno mayor. Por otro lado, cuando la transición es de un estado energéticamente mayor a uno menor (Anti-Stokes) la energía del fotón dispersado $h(\nu_0 + \nu_1)$ es mayor, ver Figura 1.7.

A temperatura ambiente, la mayoría de las moléculas se encuentra en el nivel de energía vibracional más bajo. Existen otros estados llamados virtuales, representados por las líneas punteadas en la Figura 1.7, estos no son estados reales de la molécula, sin embargo son creados cuando una fuente de luz láser interactúa con

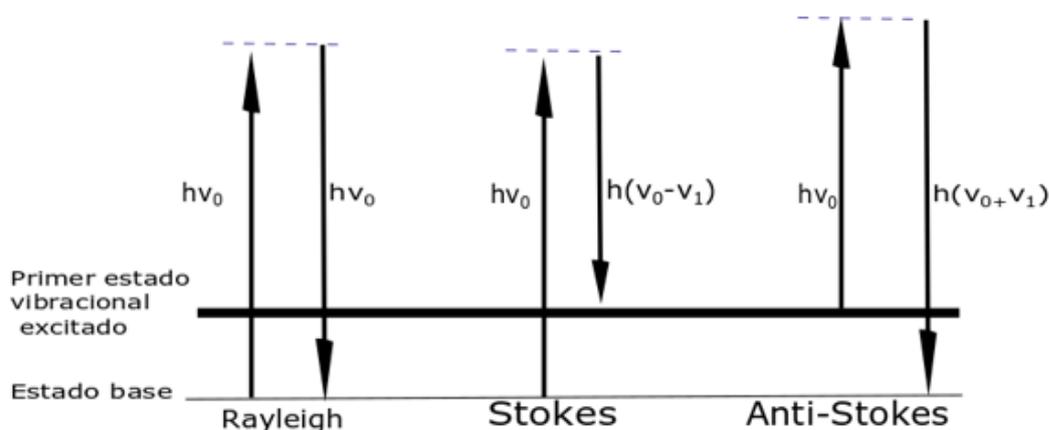


Figura 1.7 Dispersión elástica (Rayleigh) donde no ocurre intercambio de energía y dispersión inelástica (Stokes y Anti-Stokes) donde se intercambia energía.

los electrones y causa polarización, la energía de estos estados está determinada por la frecuencia de la fuente de luz utilizada.

El espectro Raman nos muestra información acerca de las transiciones vibracionales permitidas en la molécula, con lo cual se puede establecer su identificación. Sin embargo, la intensidad de las bandas de Raman depende del número de electrones que ocupan los estados vibracionales, según la distribución de Boltzman:

$$\frac{N_1}{N_0} = \frac{g_1}{g_0} e^{\frac{\Delta E_v}{k_B T}} \quad (1.20)$$

Donde N_0 y N_1 son el número de electrones en los estados inferior y superior de vibración respectivamente, g_0 y g_1 son la degeneración de estos estados, ΔE_v es la diferencia de energía entre estos estados, k_B es la constante de Boltzman y T es la temperatura en Kelvin. La población de electrones a temperatura ambiente cuyo estado vibracional es el de menor energía representa el 99 %, por lo que es mucho más probable que si ocurre una dispersión inelástica sea del tipo Stokes y no Anti-Stokes. Por esta razón, para la obtención del espectro Raman se utilizan fundamentalmente las bandas de Stokes.

1.4.2. Espectroscopía de Infrarrojo

La región de infrarrojo se encuentra ubicada entre la de la luz visible y la de microondas. Las frecuencias dentro de la región IR se expresan usualmente en números de onda en vez de Hertz. El número de onda $\tilde{\nu}$ es el recíproco de la longitud de onda en centímetros y por lo tanto sus unidades son cm^{-1}

$$\tilde{\nu}(cm^{-1}) = \frac{1}{\lambda(cm)} \quad (1.21)$$

Por razones funcionales esta región se divide en:

Infrarrojo cercano ($14286-4000\ cm^{-1}$). En esta región se observan las bandas que corresponden a vibraciones de estiramiento entre el hidrógeno y otros átomos, también bandas que corresponden a transiciones vibracionales desde el estado fundamental a estados excitados superiores y bandas de combinación.

Infrarrojo medio o fundamental. En esta región se observan bandas debidas a vibraciones fundamentales entre $4000-200\ cm^{-1}$, se emplea en la determinación de grupos funcionales orgánicos, es la región que tiene más aplicación en el análisis cualitativo y cuantitativo.

Infrarrojo lejano. La longitud de onda de esta región del espectro se encuentra entre $200-20\ cm^{-1}$, en ella se observan vibraciones y rotaciones de baja frecuencia. Al tratarse de una espectroscopía que se relaciona con el movimiento vibracional de las moléculas se propone el modelo de fuerzas que actúan de acuerdo a la ley de Hooke $F=-kx$. En el caso más simple de una molécula diatómica resulta un movimiento armónico simple cuya frecuencia ν esta en términos de la masa reducida μ :

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad (1.22)$$

La solución de la ecuación de Schrödinger del oscilador armónico nos permite obtener la energía vibracional como:

$$E_{vib} = (n_v + \frac{1}{2})h\nu, \quad n_v = 0, 1, 2, 3... \quad (1.23)$$

Donde n_v es el número cuántico vibracional. De lo anterior se observa que la energía de vibración esta cuantizada. Además, debe resaltarse el hecho de la menor energía vibracional no es cero sino que es igual a $h\nu/2$, esto significa que una molécula tendrá movimiento vibracional aún estando en el cero absoluto. Esto se explica usando el principio de incertidumbre de Heisenberg. Si la molécula no vibra, entonces su energía y el momento asociado con el movimiento serían cero. Entonces al conocer el valor del momento, que en este caso es cero tendríamos que su incertidumbre también es cero, lo que significaría que la incertidumbre en la posición es infinita, pero esto no puede ser ya que los átomos están separados a una distancia finita y por tanto la incertidumbre debe ser parecida a la longitud del enlace y no infinita.

Con el modelo de resorte se tienen distintos tipos de vibración que ocurre solamente cuando la frecuencia de vibración de la molécula coincide con la frecuencia de la radiación electromagnética. Esto se refleja en un aumento en la amplitud de la vibración, es decir, el resorte que conecta dos átomos se estira y comprime un poco más. En la Figura 1.8 se muestran los modos de vibración para una molécula sencilla. Donde el símbolo + indica un movimiento hacia afuera de la página mientras que el signo - indica lo contrario [22].

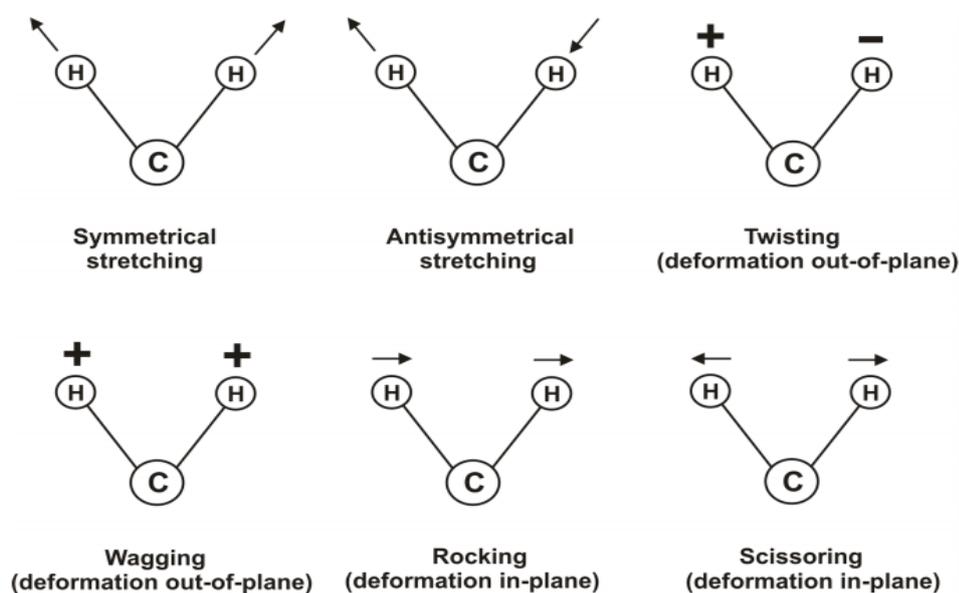


Figura 1.8 (Nawrocka y Lamorska 2013). Vibraciones de tensión y flexión. [figura]
 Fuente: Nawrocka, A y Lamorska, J. (2013). Determination of Food Quality by Using Spectroscopic Methods. Advances in Agrophysical Research, Prof. Stanislaw Grundas (Ed.) In Tech.

Las moléculas no se comportan realmente como osciladores armónicos. Por ejemplo, cuando r aumenta, el enlace químico se debilita y finalmente se produce la disociación. Los niveles de energía potencial disminuyen su espacio conforme aumenta n_v , como consecuencia del carácter inarmónico de la vibración. Luego la energía de vibración se corrige usando el factor de anarmocinidad "x" de la siguiente manera:

$$E_{vib} = (n_v + \frac{1}{2})hv - x(n_v + \frac{1}{2})^2 hv \quad (1.24)$$

El espectro IR resulta ser una "huella digital" para cada compuesto y existe una zona para la cual las bandas de absorción no cambian de un compuesto a otro que se encuentra entre 1500 cm^{-1} hasta cerca de 400 cm^{-1} . En la Tabla 1.1 se muestran algunos los grupos funcionales mas comunes [23].

Grupo funcional	Enlace	Absorbancia(cm^{-1})	Intensidad
Alcano	C-H	2850-2960	Media
Alqueno	=C-H	3020-3100	Media
	C=C	1640-1680	Media
Alquino	$\equiv C - H$	3300	Fuerte
	$C \equiv C$	2100-2260	Media
Halogenuro de alquilo	C-Cl	600-800	Fuerte
	C-Br	500-600	Fuerte
Alcohol	O-H	3400-3650	Fuerte, Ancho
	C-O	1050-1150	Fuerte
Anillo aromático		1660-2000	Débil
		1450-1600	Media
Amina	N-H	3300-3500	Media
	C-N	1030-1230	Media
Carbonilo	C=O	1670-1780	Fuerte
Aldehído		1730	Fuerte
Cetona		1715	Fuerte
Éster		1735	Fuerte
Amida		1690	Fuerte
Ácido Carboxílico		1710	Fuerte
Nitrilo	$C \equiv N$	2210-2260	Media
Ácido Carboxílico	O-H	2500-3100	Fuerte, Ancho

Tabla 1.1 Absorciones características en IR de algunos grupos funcionales.

1.4.3. Espectroscopía Ultravioleta-Visible

El término espectroscopía UV se refiere generalmente a las transiciones electrónicas que ocurren en la región del espectro electromagnético entre 200–380 nm.

Las transiciones electrónicas también son responsables de la absorción en la región visible (380–800 nm aproximadamente), lo cual es más accesible instrumentalmente pero menos útil en la identificación de estructuras, porque la mayoría de los compuestos orgánicos son incoloros [24].

El eje vertical de un espectro UV se encuentra calibrado en términos de la intensidad de la luz transmitida, o puede ser calibrado en términos de una escala logarítmica que expresa la absorbancia, ver Figura 1.9.

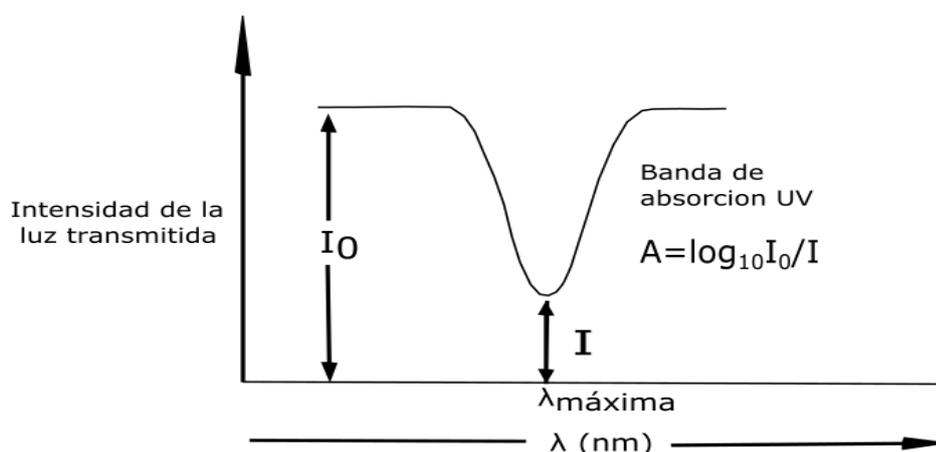


Figura 1.9 Definición de absorbancia (A).

En la mayoría de los casos se tiene que los efectos de color inducidos por la radiación desaparecen una vez que el material sólido es disuelto, pero este no es el caso del azúcar. Los estudios [3] muestran que la absorción a 267 nm que aparece en el azúcar irradiada, depende linealmente de la dosis de radiación incluso después de haberse disuelto en agua [3][10]. También se ha encontrado que la absorción máxima es dependiente del tiempo y que la absorción UV incrementa lentamente cerca de un 20 % en los primeros 10 días después de la disolución hasta alcanzar un valor estacionario [25].

En general, para una banda o grupos de bandas de absorción en un espectro, se

tiene que no se deben a la totalidad la molécula, sino más bien a una parte identificable que se conoce como cromóforo.

Un cromóforo puede corresponder a un grupo funcional, que absorbe radiación aproximadamente a la misma longitud de onda en diferentes moléculas.

La detección de un cromóforo nos permite deducir algún elemento estructural dentro de la molécula. Este hecho es afortunado ya que nos permite identificar compuestos haciendo una comparación de sus espectros con las muestras auténticas.

La ley de Lambert-Beer, ilustrada en la Figura 1.10 relaciona la absorbancia con la concentración de la muestra y la longitud que recorre la luz. La intensidad de la absorción es expresada en términos de la absorbancia molar o el coeficiente de extinción molar (ϵ) dado por :

$$\epsilon = \frac{MA}{Cd}. \quad (1.25)$$

Donde M es el peso molecular, C la concentración (en gramos por litro) y d es la longitud del camino atravesando la muestra en centímetros [24].

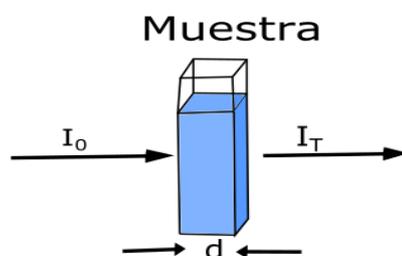


Figura 1.10 La absorción de luz por parte de la muestra cambia la intensidad inicial I_0 a una intensidad I_T cuando atraviesa la muestra.

Las bandas de absorción UV están caracterizadas por la longitud de onda de la absorción máxima y ϵ . Los valores de ϵ asociados a cromóforos comunes varían entre 10 y 10^5 , ver Tabla 1.2 [26].

En la teoría de los orbitales moleculares se tiene que cuando dos átomos forman

Cromóforo	λ_{max} (nm)	$\epsilon_{max}(dm^3 mol^{-1} cm^{-1})$
N=O	660	200
N=N	350	100
C=O	280	20
NO_2	270	20
C=O	280	20
C_6H_6 (benceno)	260	200
C=N	240	150
C=C-C=O	220	2×10^5
C=C-C=C	220	2×10^5
C=C	180	1×10^3
C-C	<170	1×10^3
C-H	<170	1×10^3

Tabla 1.2 Parámetros característicos de cromóforos comunes.

un enlace químico, los orbitales atómicos de cada uno de ellos se combinan para formar dos orbitales moleculares, uno de baja energía que es el orbital enlazante y otro de energía mayor que es el orbital antienlazante. Los enlaces covalentes que se originan entre los orbitales de dos átomos que se enlazan químicamente pueden ser de dos tipos y se conocen como enlaces σ y enlaces π [26].

Al efectuarse dicho enlace covalente se forman simultáneamente los orbitales σ enlazante y σ^* antienlazante, para el caso de un orbital molecular π enlazante se forma π^* antienlazante.

Los electrones que no participan en la formación de enlaces covalentes se denominan electrones n o no enlazantes. En las moléculas orgánicas, los electrones n están localizados principalmente en los orbitales atómicos de átomos como: Nitrógeno, Oxígeno, Azufre y el grupo de los halógenos.

El diagrama de energía para los orbitales moleculares enlazante, antienlazante y no enlazante así como las transiciones electrónicas posibles es mostrado en la figura

1.11.

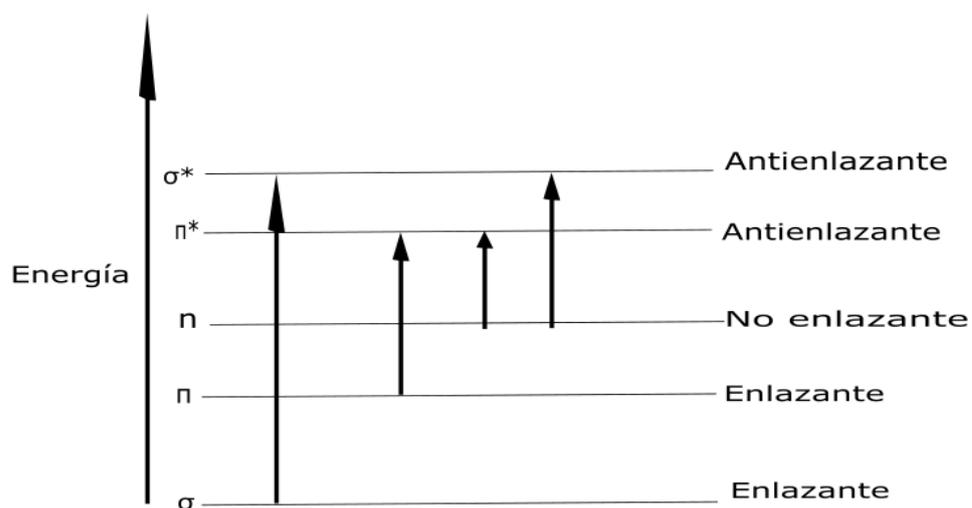


Figura 1.11 Diagrama de energía para diferentes orbitales moleculares y las transiciones posibles entre éstos.

La absorción de energía radiante en la región Ultravioleta o Visible por los electrones n , σ ó π resulta en la excitación de éstos, los cuales pasan a ocupar alguno de los orbitales antienlazantes.

Capítulo 2

Desarrollo Experimental

2.1. Acelerador de Van de Graaff

Las irradiaciones tanto de las películas PTR como de las muestras de azúcar se efectuaron en el laboratorio Van de Graaff de electrones en el Instituto de Física de la UNAM.

Se trata de un acelerador vertical construido por la compañía High Voltage Engineering Corp. en Burlington, Mass. U.S.A. e instalado en los laboratorios del Instituto de Física en 1952 como acelerador de iones positivo hasta 1962, cuando se le hicieron ajustes para acelerar solamente electrones. La estructura exterior se puede apreciar en la Figura 2.1.



Figura 2.1 Estructura externa del acelerador y el tanque que lo cubre.

Para explicar su funcionamiento se requiere un diagrama más detallado como el que se muestra en la Figura 2.2, a continuación se describe mediante una serie de pasos la manera en que opera el acelerador Van de Graaff.

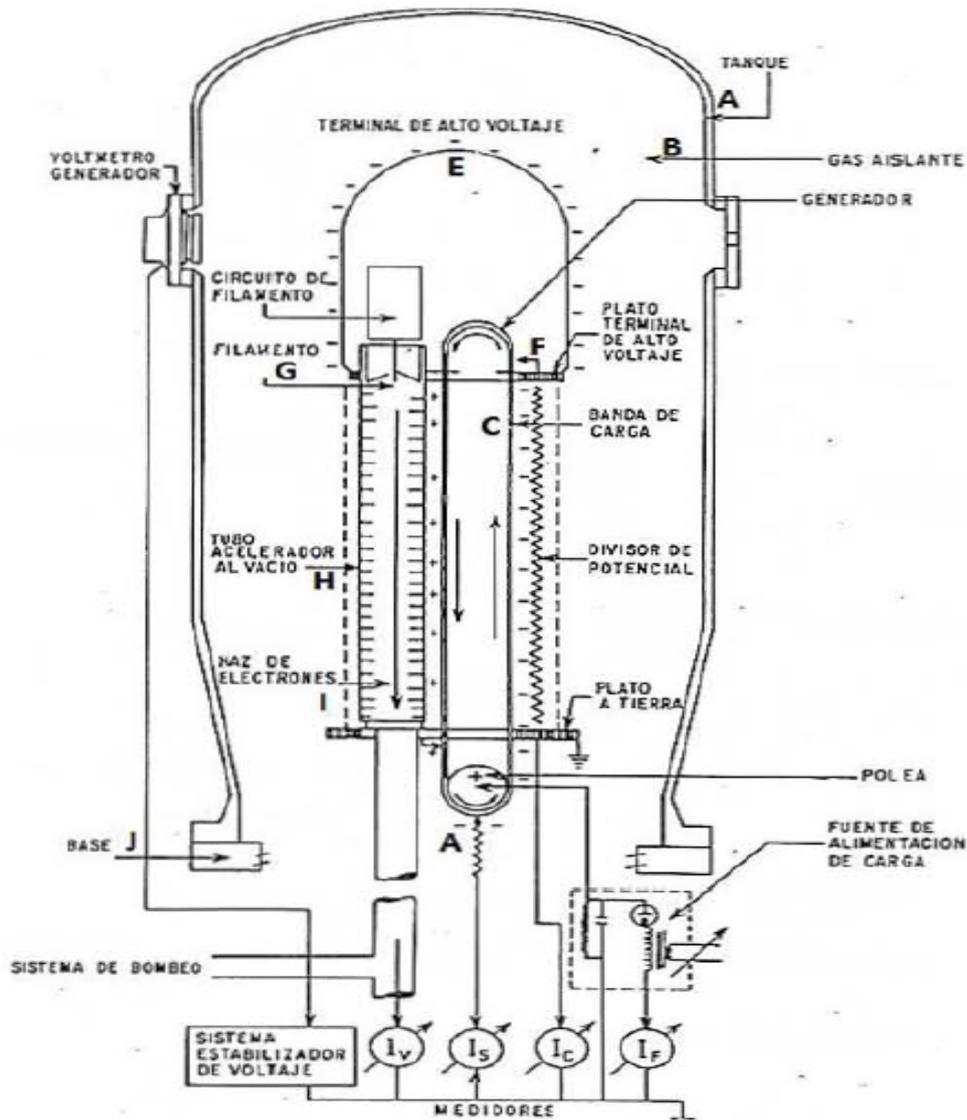


Figura 2.2 Diagrama del acelerador Van de Graaff con electrones del IF-UNAM.

A) El acelerador se mantiene aislado por medio de un tanque (A) que contiene una atmósfera de nitrógeno y bióxido de carbono (B) en una relación 4:1 respectivamente para disminuir las pérdidas por efecto corona.

B) Con la atmósfera de gases aislantes preparada, se inicia el depósito de carga eléctrica por medio de la fuente de alimentación a la banda (C) a través de un peine que forma un campo electrostático contra la polea del motor.

C) La banda transporta las cargas (C) a la terminal de alto voltaje (E).

D) En la parte alta, se transfiere la carga desde la banda a la terminal por medio de una escobilla (F), la cual se desplaza por repulsión a la terminal de alto voltaje (E), estableciéndose así una diferencia de potencial con respecto a la base del acelerador.

E) La terminal de alto voltaje está sostenida por medio de una columna de platos equipotenciales y acrílico Kovar.

F) Existe un circuito que calienta un filamento de Tungsteno (G), con lo cual se obtiene la energía necesaria para liberar electrones, éstos son acelerados en el tubo acelerador al vacío (H) (rodeado por los platos equipotenciales de aluminio).

G) Los electrones son acelerados a velocidades muy altas en un campo electrostático creado por la diferencia de potencial entre la terminal y la base (J) del acelerador, formando un haz de alta energía.

H) El haz de electrones atraviesa una delgada capa de titanio de 60 micras de espesor, que sirve para asilar el vacío de la atmósfera.

En caso de requerirse, el acelerador cuenta con un sistema de bobinas que permiten oscilar el haz de electrones mediante un campo magnético variable.

La zona de irradiación es sumamente peligrosa debido a la producción de rayos X, por lo cual se tiene un control mediante circuitos electrónicos desde la consola de control ubicada en un cuarto aparte.

2.2. Dosimetría

2.2.1. Dosimetría cualitativa

Lo primero que se realiza para comenzar con el proceso de irradiación es verificar que tenemos un haz de electrones. Para lo cual se utilizan unas cuantas rocas de calcita ($CaCO_3$). Se colocan sobre la mesa de muestras justo debajo de la salida del haz, ver Figura 2.3. En cuanto el haz incide sobre el mineral se observa un color naranja que es consecuencia de la excitación en los átomos por la colisión con los electrones.

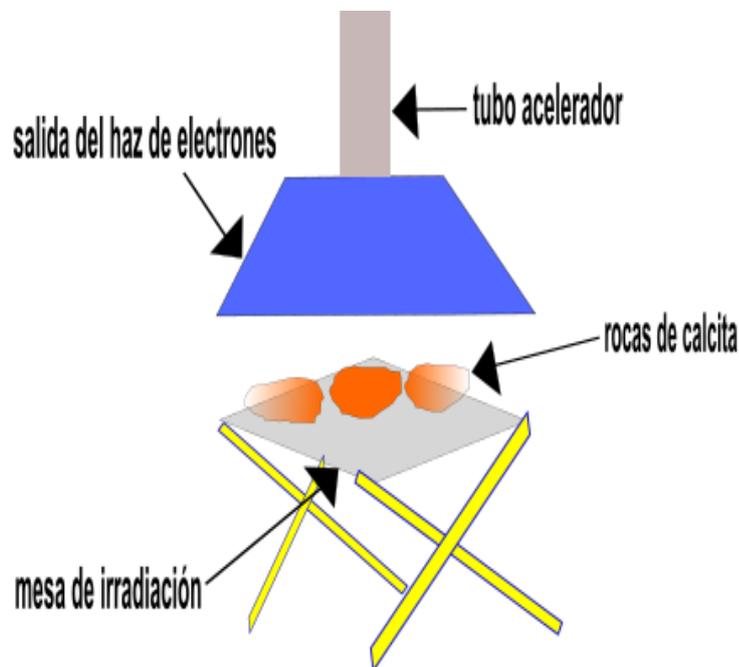


Figura 2.3 Los electrones producen excitación en los átomos de calcita provocando el color naranja.

Una vez comprobada la existencia del haz, es necesario conocer su localización en la zona de irradiación ya que de otra forma no se sabría dónde se deben colocar las películas PTR para recibir una dosis concentrada de radiación. Esto se logra usando películas de PVC, que al ser irradiadas presentan un cambio de color que se aprecia a simple vista.

Se recorta una película de PVC de 16 x 56 cm, cuyo grosor aproximado es de 0.27 mm. Se adhiere con cinta adhesiva a la zona central de la mesa de irradiación para evitar que se mueva durante el proceso.

Una vez colocada la película de PVC, se enciende el sistema barredor en su modo haz fijo y se irradia durante 30 minutos a la distancia de 6 cm, con una energía de 1.3 MeV y una corriente de 5 μ A. Se deja reposar durante 24 horas y una vez pasado este tiempo, ya es posible detectar la zona más oscura en la película que corresponde al centro del haz. Se puede apreciar una mancha circular que tiene un centro, ver Figura 2.4, y éste se perfora con una punta para dejar marcado sobre la mesa el centro de un sistema de ejes coordenados perpendiculares y tener mejor referencia al colocar las muestras que se van a irradiar.

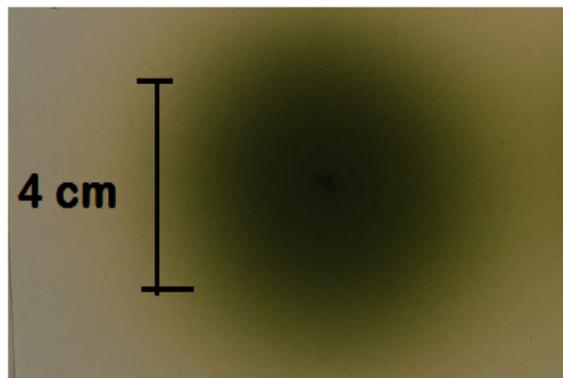


Figura 2.4 Resultado de irradiar una película de PVC en el modo de haz fijo.

Luego se procede a utilizar de nuevo una placa de PVC con las mismas dimensiones que la anterior pero esta vez se irradia usando el modo barrido del haz. El resultado se puede apreciar en la Figura 2.5, donde se observa una mancha rectangular de 19 x 4 cm. Esta área es la que corresponde a la parte más oscura del PVC, luego se marca el centro sobre la mesa usando el mismo procedimiento mencionado para la película obtenida con haz fijo, esto representará al centro del rectángulo.

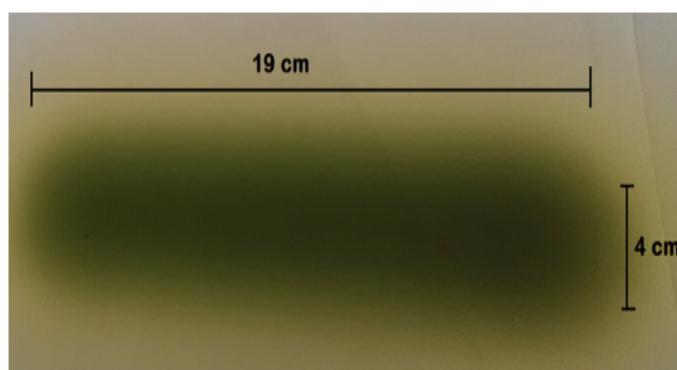


Figura 2.5 Resultado de irradiar una película de PVC en el modo de haz barrido.

2.2.2. Dosimetría cuantitativa

Las películas utilizadas fueron PTR FWT-60-00 de la compañía Far West Technology, estas películas contienen un precursor de tinte (nitrilo de hidroxietil para-rosanilina) que reacciona al ser expuesto a la radiación. Entre las características importantes que menciona el proveedor se tiene que el intervalo de dosis es de 0.5-200 kGy, un pico de color en 605 nm y la sensibilidad UV es para exposiciones a longitudes de onda menores a 350 nm.

Cuando las películas son irradiadas ocurre un cambio en la estructura química que a su vez produce un cambio en la absorbancia del material, haciendo que se absorba más luz en la longitud de onda de 605 nm. Un ejemplo del cambio de color se muestra en la Figura 2.6 con películas PTR FWT-60.

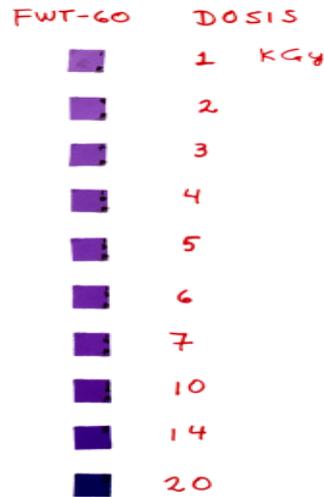


Figura 2.6 Comparación de PTR FW-60 para diferentes dosis de radiación.

Para el estudio dosimétrico se utilizaron un total de 405 películas PTR-FW-60-00. El primero paso fue medir su espesor con un micrómetro Mitutoyo Elecont que tiene una precisión del $\pm 5 \times 10^{-3}$ mm. Realizado esto, se marcó con un plumón la numeración que llevarían todas las películas. Comenzando en la esquina inferior derecha se anotó el número que correspondía a las unidades, en la esquina superior derecha se anotó el número correspondiente a las decenas y finalmente en la esquina superior izquierda se anotó el número de las centenas, comenzando con el uno y terminando en 405. Enseguida se midió la densidad óptica inicial (DO_i) tomada en el pico de 605 nm utilizando un espectrofotómetro Perkin-Elmer modelo Lambda 20. Posteriormente, se empaquetaron en sobres de papel, tres películas por cada sobre. Se tuvo cuidado de que el sobre se ajustara bien a las películas ya que esto permite que la dosis recibida sea uniforme. Finalmente se guardaron en bolsas negras pequeñas para protegerlas mejor de la luz, colocando tres sobres en cada bolsa.

El mapeo dosimétrico se construyó variando los parámetros: distancia del haz, corriente y tiempo de irradiación de las películas tanto para el modo fijo como para el modo barrido. Lo único que se mantuvo fijo en ambos casos fue la energía de 1.3 MeV.

Los tiempos de radiación se asignaron mediante la experiencia del técnico encargado del acelerador Sr. Margarito Vásquez, quien determinó el tiempo necesario para que ocurriera el cambio de color sin que éste fuera excesivo como para saturarla.

Se efectuaron dos experimentos de irradiación para el modo del haz barrido, en el primero se acomodaron los sobres como se muestra en la Figura 2.7 y se utilizaron 3 sobres para cada corriente: 2, 5, 6, 8 y 10 μA con la distancia fija de 6 cm que es la más utilizada en el laboratorio.

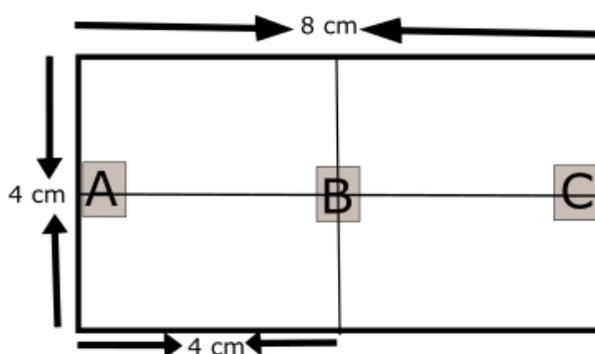


Figura 2.7 Sobres centrados en el eje coordenado para su irradiación con haz barrido.

Los tiempos utilizados para el primer experimento se muestran en la Tabla 2.1

Corriente(μA)	Tiempo(s)
2	90
5	90
6	90
8	75
10	60

Tabla 2.1 Condiciones utilizadas en el primer experimento para el haz barrido a distancia de 6 cm.

El segundo experimento se efectuó como sigue tanto para el modo barrido como para el modo fijo y consistió en colocar un sobre en el centro de la mesa de irradiación que corresponde a la posición B en la Figura 2.7 a diferentes distancias de 6, 10 y 12 cm utilizando las corrientes de 2, 5, 6, 8 y 10 μA . Esto se repitió por triplicado, lo que nos da un total de nueve películas con las cuales se pudo obtener una estadística de la dosis recibida para una distancia y corriente determinada. En las Tablas 2.2 y 2.3 se muestran los tiempos usados para este caso.

Distancia(cm)	6	10	12
Corriente(μA)	Tiempo(s)	Tiempo(s)	Tiempo(s)
2	50	60	75
5	45	60	60
6	45	60	60
8	30	45	45
10	20	45	45

Tabla 2.2 Condiciones utilizadas para el haz fijo en el segundo experimento.

Distancia(cm)	6	10	12
Corriente(μA)	Tiempo(s)	Tiempo(s)	Tiempo(s)
2	90	90	150
5	90	90	120
6	90	90	120
8	75	75	90
10	60	65	90

Tabla 2.3 Condiciones utilizadas para el haz barrido en el segundo experimento.

Una vez efectuada la irradiación, las películas se colocaron en bolsas pequeñas e inmediatamente se resguardaron en un cuarto oscuro para esperar un tiempo de 48 horas.

Después de ese tiempo, se midió su densidad óptica final (DO_f) considerando de nuevo el valor en 605 nm para poder compararlo con la densidad óptica inicial. Para encontrar la dosis de radiación recibida por las películas, primero se obtuvo su respuesta y se hizo una interpolación utilizando los datos de la curva de calibración hecha en un irradiador Gammacell 220 de cobalto 60, propiedad del ICN-UNAM, por Buenfil y Brandan[27] mostrado en la Figura 2.8 .

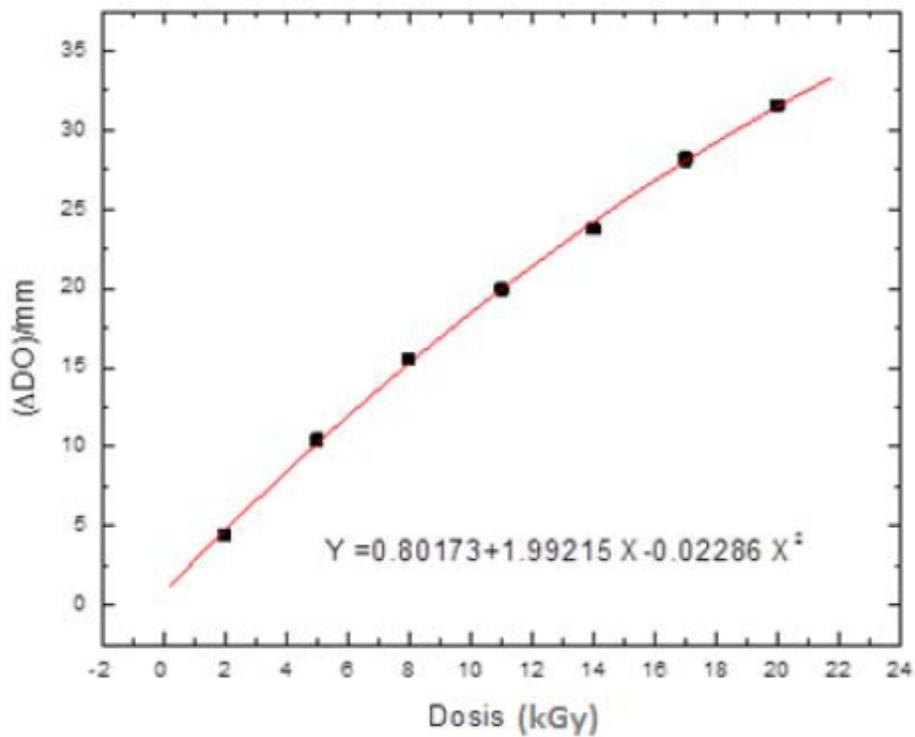


Figura 2.8 Curva de respuesta de películas FWT-60-00.

2.3. Análisis cualitativo con el microscopio electrónico de barrido

El estudio se realizó en el IF-UNAM utilizando el microscopio electrónico de barrido modelo JSM-7800F. La muestra de azúcar de caña que se estudio fue sin recibir radiación, con el objetivo de ver la pureza de la misma. Esta muestra se adhirió a una cinta con pegamento de doble cara para que de un lado se pegará el azúcar y del otro lado se pegará al porta muestras hecho de aluminio. Una vez colocada la muestra dentro del aparato, se inició el sistema de vacío hasta alcanzar los 10^{-5} Pa, lo cual se hace para evitar una combustión.

El haz de electrones que indide en la muestra puede llegar a penetrar una micra y alcanza una magnificación de hasta 500x. La técnica utilizada en el análisis se conoce como EDS (Energy Dispersive X-ray Espectroscopy). A continuación se describe su funcionamiento (ver Figura 2.9), el haz de electrones se produce en la parte superior de la columna (cañón de electrones) donde posteriormente son acelerados hacia abajo pasando por una serie de lentes (primer y segundo condensador) y aperturas que producirán un haz fino de electrones enfocado el cual golpeará la superficie de la muestra. El haz incidente puede excitar un electrón a una capa más interna del átomo dejando un hueco donde estaba antes. Entonces, otro electrón de una capa externa que tiene mayor energía pasa a rellenar ese hueco y la diferencia de energía entre la capa de mayor energía y la de menor energía se libera en forma de un rayo X que a su vez es detectado y convertido en señal eléctrica para obtener un gráfico de su intensidad contra la energía de los electrones enviados. Esto es una especie de huella característica para los elementos químicos. En la parte final de la columna se encuentran los detectores de los electrones retro dispersados, el detector de rayos X, la cámara que alberga la muestra al vacío y las bobinas de escaneado cuya finalidad es permitir que el haz se mueva sobre la superficie de la muestra.

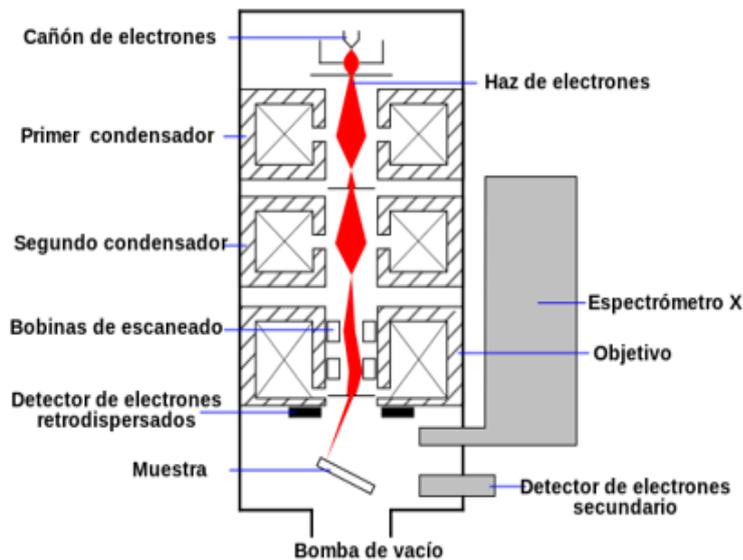


Figura 2.9 Diagrama del microscopio electrónico de barrido con un detector de rayos X-EDS.¹

Es importante mencionar que esta técnica de análisis nos da los valores de los porcentajes en peso que tiene cada elemento en la muestra además de no ser destructivo.

2.4. Preparación de las muestras de azúcar

El azúcar de caña utilizada fue de la marca "Great Value" también se usó azúcar de remolacha marca "azucarera" traída desde España, para ambas se utilizaron las siguientes condiciones del haz de electrones en su modo fijo:

- Energía usada: 1.3 MeV

¹Tomada de https://es.wikipedia.org/wiki/Microscopio_electrónico_de_barrido#/media/File:Esquema_MEB-es.svg el 28/06/2018.

- Corriente: $5 \mu\text{A}$
- Distancia a la mesa de irradiación: 15 cm
- Razón de dosis: 1.95 kGy/min

Y para el modo barrido, las condiciones fueron:

- Energía usada: 1.3 MeV
- Corriente: $2 \mu\text{A}$
- Distancia a la mesa de irradiación: 15 cm
- Razón de dosis: 5.29 kGy/min

Las dosis estudiadas fueron 1, 3, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 y 100 kGy. Se prepararon en bolsas pequeñas de plástico transparentes con medidas de 6 cm por 10 cm y se les colocó un gramo de azúcar a cada una. Luego se les extrajo la mayor cantidad de aire enrollándolas a manera de cilindro mientras se les aplastaba con los dedos, y manteniendo esta posición, se procedió a sellar la bolsa mediante la aplicación de calor.

La muestra se manipuló de forma que el azúcar se concentrara en un cuadrado dentro de la bolsa, para luego ser fijada al centro del eje coordenado sobre la mesa y recibir la dosis de radiación correspondiente. Una vez efectuado esto, la muestra se colocó dentro de una bolsa negra pequeña y se resguardó inmediatamente en un cuarto oscuro, tratando de reducir su exposición a la luz.

2.5. Espectroscopias

2.5.1. Espectroscopia Raman

Los espectros Raman se realizaron en el IF-UNAM utilizando un equipo Micro-Raman de la marca ThermoScientific utilizando un láser de $\lambda = 532 \text{ nm}$ con un

máximo de potencia de 6.6 mW en el rango $(3000-50) \text{ cm}^{-1}$, ver Figura 2.10 . En el procedimiento se utilizó unas pinzas metálicas y un porta objetos para colocar unos cuantos granos de azúcar y tomar el espectro. Se tuvo cuidado en limpiar el porta objetos con alcohol cada vez que se tomara otra muestra con el objetivo de evitar contaminación. Las dosis estudiadas fueron 0,1, 3, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 y 100 kGy tanto para azúcar de caña como de remolacha.



Figura 2.10 Equipo de Micro-Raman.

2.5.2. Espectroscopia de Infrarrojo

Los espectros de infrarrojo se tomaron en el ICN-UNAM utilizando un equipo Perkin Elemer Spectrum 100 con accesorio universal de muestra ATR punta de diamante. Las dosis estudiadas fueron 0, 3, 10, 30, 70 y 100 kGy para azúcar de caña. El equipo usado se muestra en la Figura 2.11.

La técnica de reflexión total atenuada o ATR (Attenuated Total Reflectance) consiste en hacer incidir un haz de radiación infrarroja en un bloque trapezoidal de

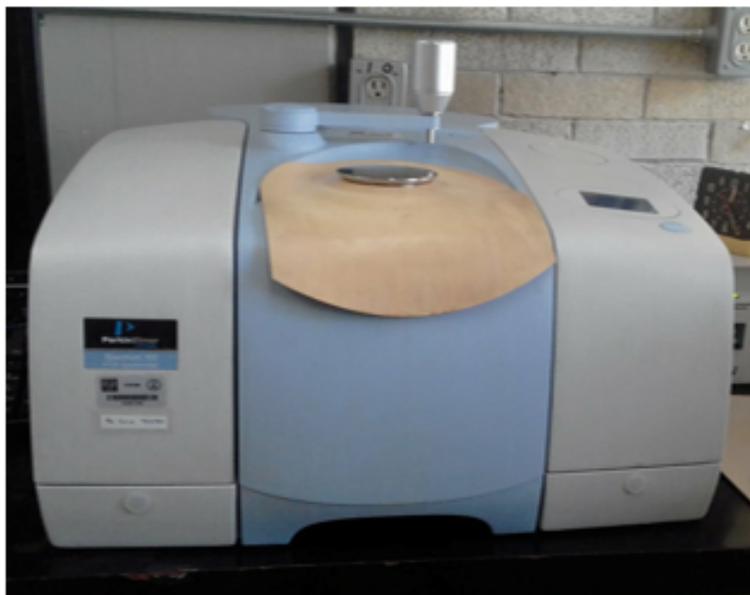


Figura 2.11 Perkin Elmer Spectrum 100.

material transparente al infrarrojo (en este caso diamante) de tal forma que se refleje por la parte interna de éste, es decir, ocurre una reflexión total interna. Cuando se coloca la muestra sobre el prisma, (ver Figura 2.12) parte de la radiación penetra un poco más allá de la superficie de la muestra (10^{-4} - 10^{-3} cm) y es absorbida, atenuando de esta forma la reflexión interna.

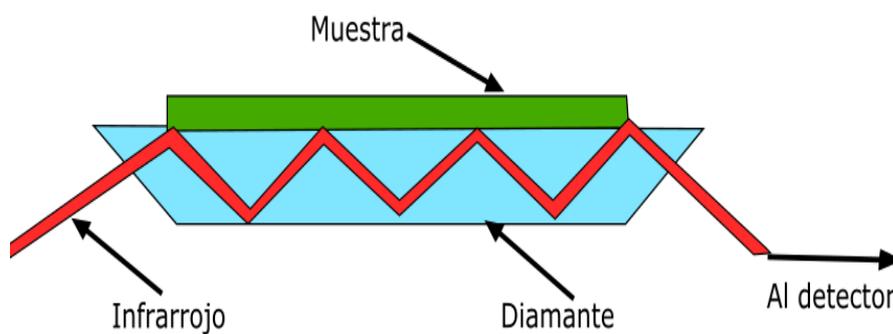


Figura 2.12 Esquema del funcionamiento del ATR.

2.5.3. Espectroscopia de Ultravioleta-Visible

Los espectros de UV-Vis se tomaron en el ICN-UNAM utilizando un equipo Analytikjena modelo SPECORD 200 PLUS (ver Figura 2.13) que cuenta con doble haz, uno para la muestra y otro para la referencia.



Figura 2.13 Espectrofotómetro UV-Vis de doble haz modelo SPECORD 200 PLUS.

Las muestras de azúcar de caña que se analizaron corresponden a las dosis de 0, 3, 10, 30, 70 y 100 kGy. Estas muestras se prepararon en solución acuosa utilizando agua destilada. En el primer conjunto de disoluciones se consideró una concentración del 5 % (gramo/mililitro) y para ello se utilizó 0.25 g de cada muestra para ser disuelta en un matraz de 5 mL. Luego en un segundo conjunto de disoluciones se utilizó 0.12 g de las muestras y se disolvió en un matraz de 5 mL para obtener una concentración de 2.4 %, todas las disoluciones se cubrieron con papel aluminio para protegerlas de la luz.

Un aspecto importante que se tuvo en cuenta para la preparación de la muestra es que al disolver un sólido puede suceder que el volumen de éste cambie, por lo cual al poner las muestras de azúcar primero se llenó hasta tres cuartas partes del matraz y se agitó hasta que no se observaran pequeños cristales o burbujas ya que esto interferiría con la absorbancia. Una vez aforado el matraz, se vertió su contenido en la celda de cuarzo hasta llenarla, lista para tomar su espectro.

Capítulo 3

Resultados y Análisis

3.1. Resultados de dosimetría

A continuación se muestran los valores de la razón de dosis con su respectiva desviación estándar para las películas PTR FWT-60-00 en el modo del haz barrido para el primer experimento, ver tabla 3.1, y los datos obtenidos para el haz barrido y fijo para el segundo experimento están en las tablas 3.2 y 3.3.

Corriente(μ A)	kGy/min
2	2.18
5	7.16
6	8.75
8	11.35
10	21.24

Tabla 3.1 Razón de dosis para el haz barrido en el primer experimento a una distancia de 6 cm.

Para la Tabla 3.1 se observa que tenemos un aumento de la razón de dosis absorbida por las películas PTR manteniendo la distancia fija de 6 cm, esto es consecuencia

del mayor flujo de electrones dado por la corriente. Al existir una mayor corriente se produce más radiación.

Distancia(cm)	6	10	12
Corriente(μ A)	kGy/min	kGy/min	kGy/min
2	1.81 \pm 0.21	1.34 \pm 0.40	1.07 \pm 0.23
5	4.95 \pm 0.36	3.58 \pm 0.50	2.87 \pm 0.26
6	5.95 \pm 0.53	4.76 \pm 2.30	3.6 \pm 0.52
8	8.37 \pm 0.75	6.0 \pm 0.87	5.1 \pm 0.66
10	13.5 \pm 2.2	7.81 \pm 1.2	6.34 \pm 1.1

Tabla 3.2 Razón de dosis para el haz barrido en el segundo experimento.

Distancia(cm)	6	10	12
Corriente(μ A)	kGy/min	kGy/min	kGy/min
2	7.25 \pm 0.37	3.45 \pm 0.29	2.83 \pm 0.24
5	19.7 \pm 0.53	9.07 \pm 0.50	7.42 \pm 0.54
6	25.0 \pm 0.82	11.4 \pm 1.50	8.98 \pm 0.69
8	31.7 \pm 0.61	16.8 \pm 0.65	13.2 \pm 1.7
10	42.0 \pm 0.64	17.74 \pm 0.80	15.7 \pm 0.90

Tabla 3.3 Razón de dosis para el haz fijo en el segundo experimento.

Las razones de dosis obtenidas para haz fijo en el segundo experimento llevan diferentes errores asociados y el máximo error obtenido corresponde al 13 % del valor medido en solo dos casos (d=10 cm con I=6 μ A y d=12 cm con I=8 μ A). En comparación con un estudio anterior se observó que para la distancia de 6cm en haz fijo utilizado en este trabajo, la razón de dosis disminuyó en apenas un 0.7 %.

Lo cual no afecta de manera importante en las irradiaciones para el azúcar ya que esta diferencia ésta dentro del margen del error calculado.

Existen pequeños cambios que se llegan a realizar en el equipo, tales como el ajuste

de equipo barredor, la calibración de la tarjeta de control, el mantenimiento general del acelerador que no produce un cambio sustancial en cuanto a la razón de dosis se refiere. Otro efecto es la degradación del filamento que emite los electrones y que ocurre de forma continua y lenta.

En cuanto a las razones de dosis de haz barrido para el primer experimento se observa que son menores al compararlas con las obtenidas mediante haz fijo, lo cual resulta razonable ya que el sistema barredor se encarga de dispersar los electrones en un área mucho mayor. Las películas que se colocaron solo abarcan una parte de esta área que es la de mayor intensidad según lo observado con la película rectangular de PVC.

La comparación de las razones de dosis obtenidas en el haz barrido para el primer y segundo experimento muestra que en el primero acomodo de sobres se obtiene una mayor razón de dosis, esto debido a que se promedió un total de 3 sobres colocados en la mesa de irradiación. Cabe mencionar que dentro del conjunto de los 3 sobres había diferencias en cuanto a la razón de dosis, esto significa que existen variaciones de la dosis recibida para un área seleccionada. En estudios realizados anteriormente en el laboratorio se ha investigado cómo es que cambia la razón de dosis al aumentar el área de irradiación partiendo desde centro de los ejes coordenados. Para el caso del segundo experimento se cuenta con un sobre en la parte central, al ser un área menor se absorbe menos radiación.

3.2. Resultados del análisis cualitativo por EDS

En la Gráfica 3.1 se aprecia el número de conteos detectados contra la energía en keV que permite identificar los elementos químicos presentes en el azúcar de caña, siendo estas señales únicas para cada elemento químico.

Se observa que la muestra de azúcar contiene los elementos químicos esperados, 51.9 % de oxígeno y 47.7 % de carbono que nos da un 99.6 %. El resto se debe a pequeñas impurezas de cobre y aluminio. Se cree que pueden venir de la contami-

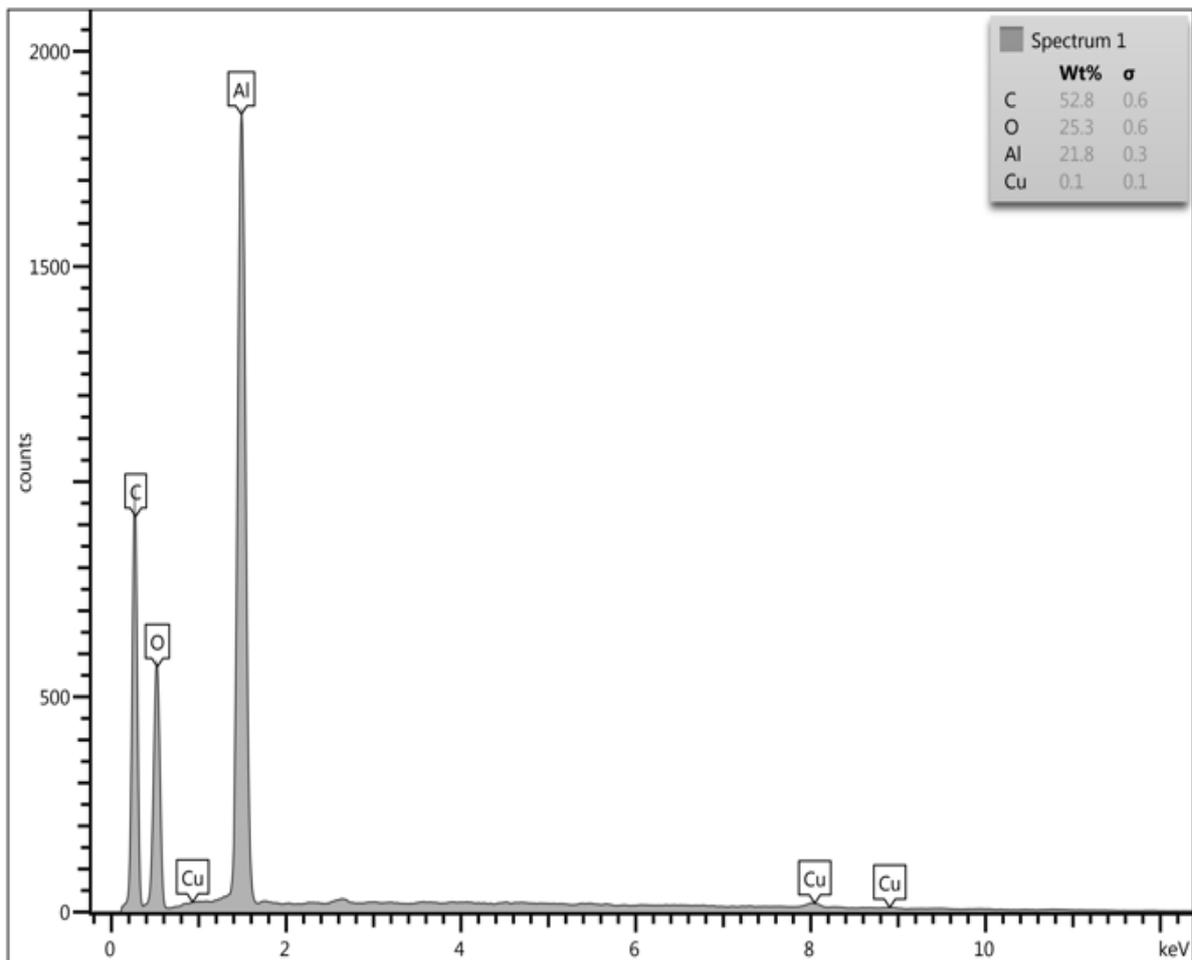


Figura 3.1 Elementos químicos presentes en el azúcar de caña.

nación en los porta muestras de aluminio que se utilizaron para colocar los granos de azúcar.

Por otro lado, la técnica EDS nos permite tomar la imagen de un cristal de azúcar mostrada en la Figura 3.2, en donde las zonas grises representan una mayor incidencia de carga negativa por los electrones que inciden sobre el cristal. Claramente se puede apreciar una forma de poliedro irregular.

En estudios más profundos con difracción de neutrones se ha obtenido que la estructura cristalina del azúcar es monoclinica [28].

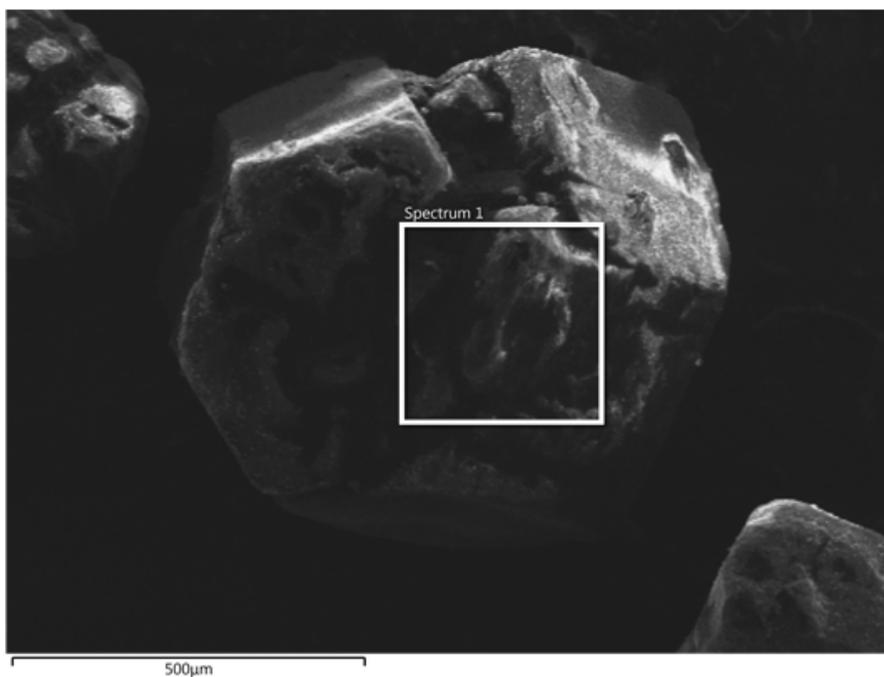


Figura 3.2 Imagen de un cristal de azúcar tomada mediante la técnica EDS.

3.3. Resultados de espectroscopia Raman

En el Gráfico 3.3 se observa la comparación entre los espectros Raman para el azúcar de caña y remolacha. Se encontró que tienen los mismos grupos funcionales y que no hay diferencia significativa.

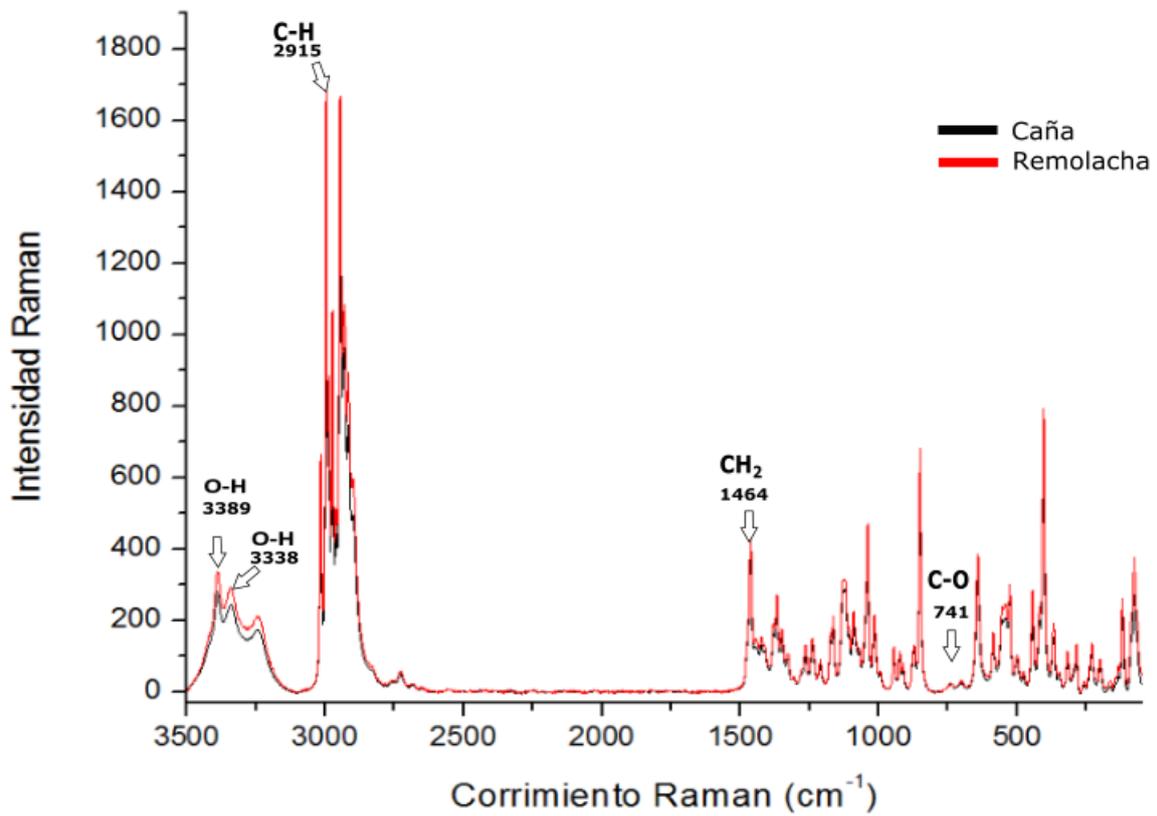


Figura 3.3 Espectros Raman de azúcar de caña y remolacha.

A continuación se muestran los espectros de las muestras de caña de azúcar a diferentes dosis de radiación con respecto al testigo y también se comentan las diferencias encontradas al comparar las señales detectadas por el software del equipo al variar la dosis, ver Tabla 3.1.

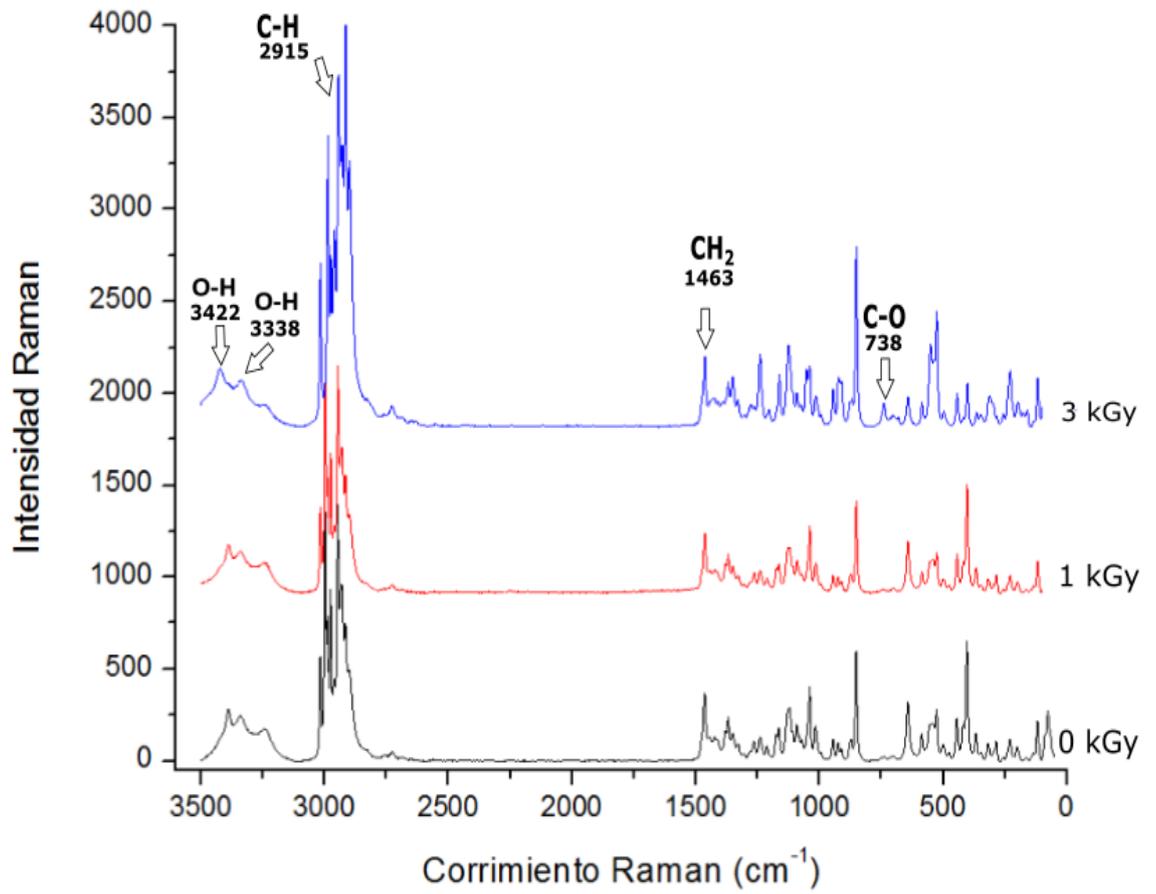


Figura 3.4 Espectros Raman con dosis 0, 1 y 3 kGy.

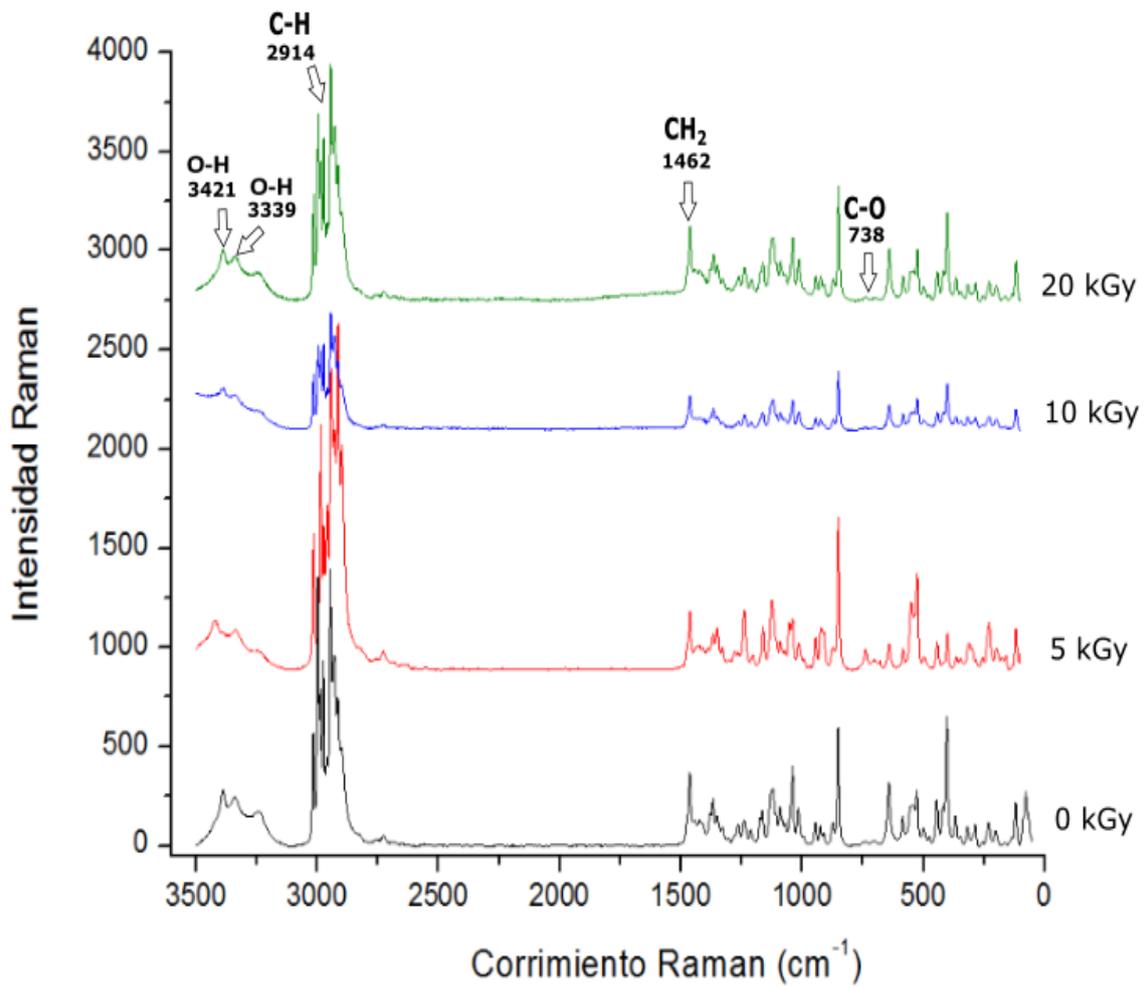


Figura 3.5 Espectros Raman con dosis 0, 5, 10 y 20 kGy.

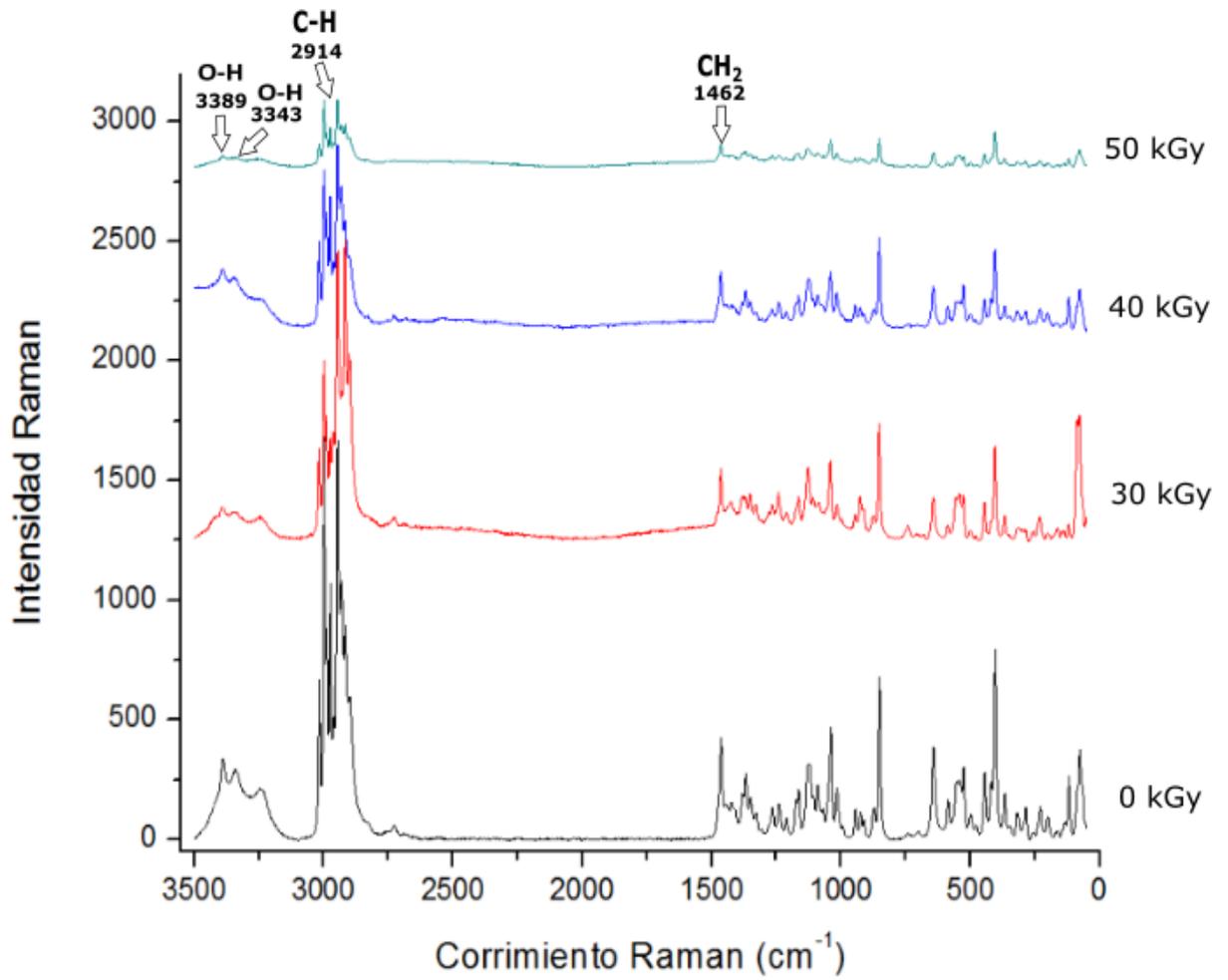


Figura 3.6 Espectros Raman con dosis 0, 30, 40 y 50 kGy.

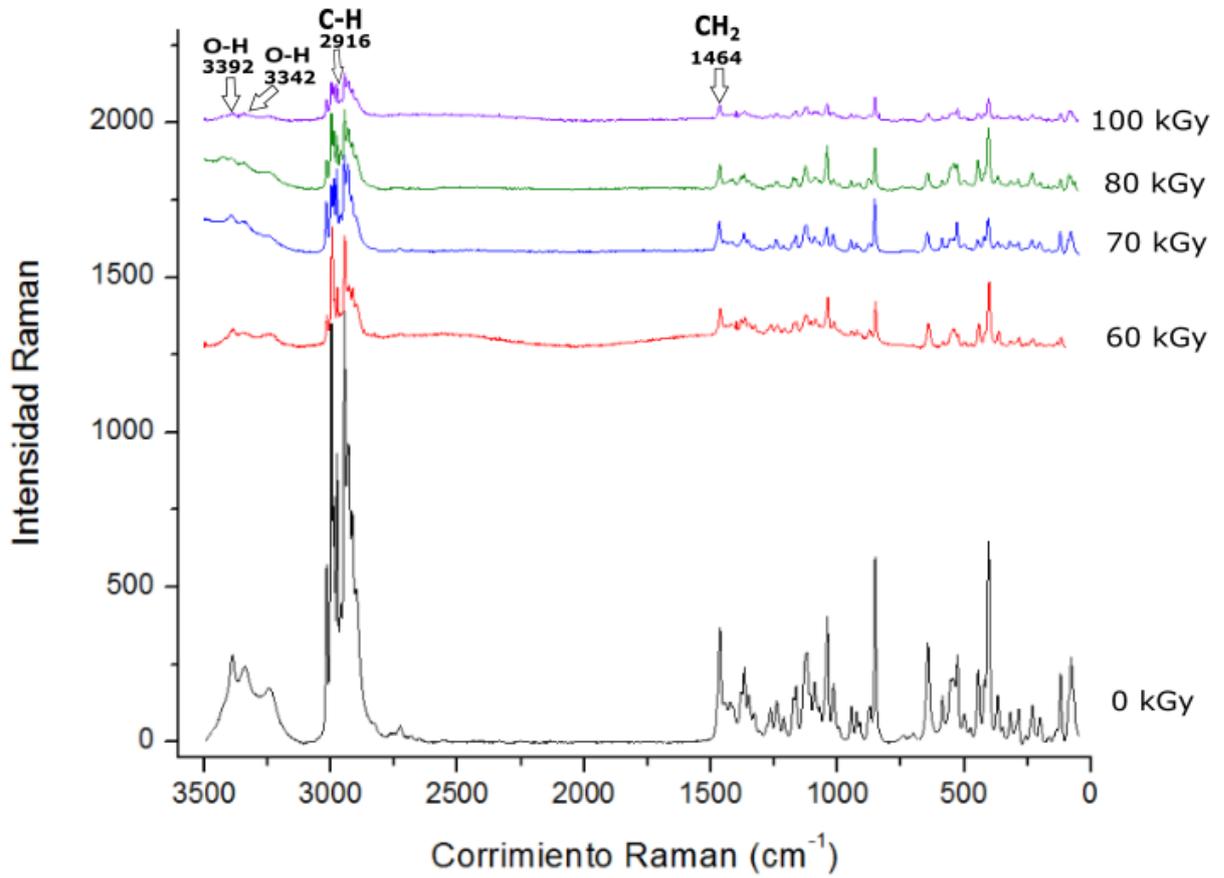


Figura 3.7 Espectros Raman con dosis 0, 60, 70, 80 y 100 kGy.

Rango de razón dosis kGy/min	Aparición de bandas(cm^{-1})	Desaparición de bandas(cm^{-1})
0-1		2335
1-3	2834, 3150, 3419, 3482	
3-5		3482, 3243, 2834
5-10	2868, 3245	
10-20		3245, 2868
20-30	3441, 3388, 3275, 3239	737, 703
30-40	2656, 2527, 2301, 736	3441
40-50		2656, 2547, 2527, 2301, 736
50-60	2565	3301, 2868, 3014
60-70		3252, 2565, 2830
70-80	3426, 744	2728
80-100	3255, 3299, 2827	3426, 744

Tabla 3.4 Diferencias encontradas al cambiar de dosis

Los espectros Raman muestran cambios sutiles que a simple vista no son perceptibles pero que con ayuda del software del equipo se hacen notar. Estos pequeños cambios caen dentro del rango de las vibraciones ya identificadas en los Gráficos 3.2-3.6, por lo cual no es posible concluir que hubo un cambio en la estructura química del azúcar irradiada ya que no aparece ningún grupo funcional nuevo. Se cree que la falta de cambios concretos observados se debe a que la sensibilidad del equipo Raman es mejor para la dispersión inelástica de la luz, como se mencionó en los fundamentos teóricos. Lo cual significa que los cambios en la estructura molecular del azúcar irradiada no produce una cantidad detectable de dispersión inelástica ya sea de tipo Stokes ó anti-Stokes. A pesar de ser una técnica complementaria en muchos casos al espectro de infrarrojo en este caso no hubo ninguna aportación adicional. En caso de existir se espera que los cambios en la estructura sean causados por la radiación con electrones y no por la radiación utilizada en la espectrometría Raman.

3.4. Resultados de espectroscopia de Infrarrojo

Los espectros de infrarrojo muestran que la aparición del grupo funcional carbonilo en el número de onda 1738 cm^{-1} a partir de una dosis igual de 10 kGy.

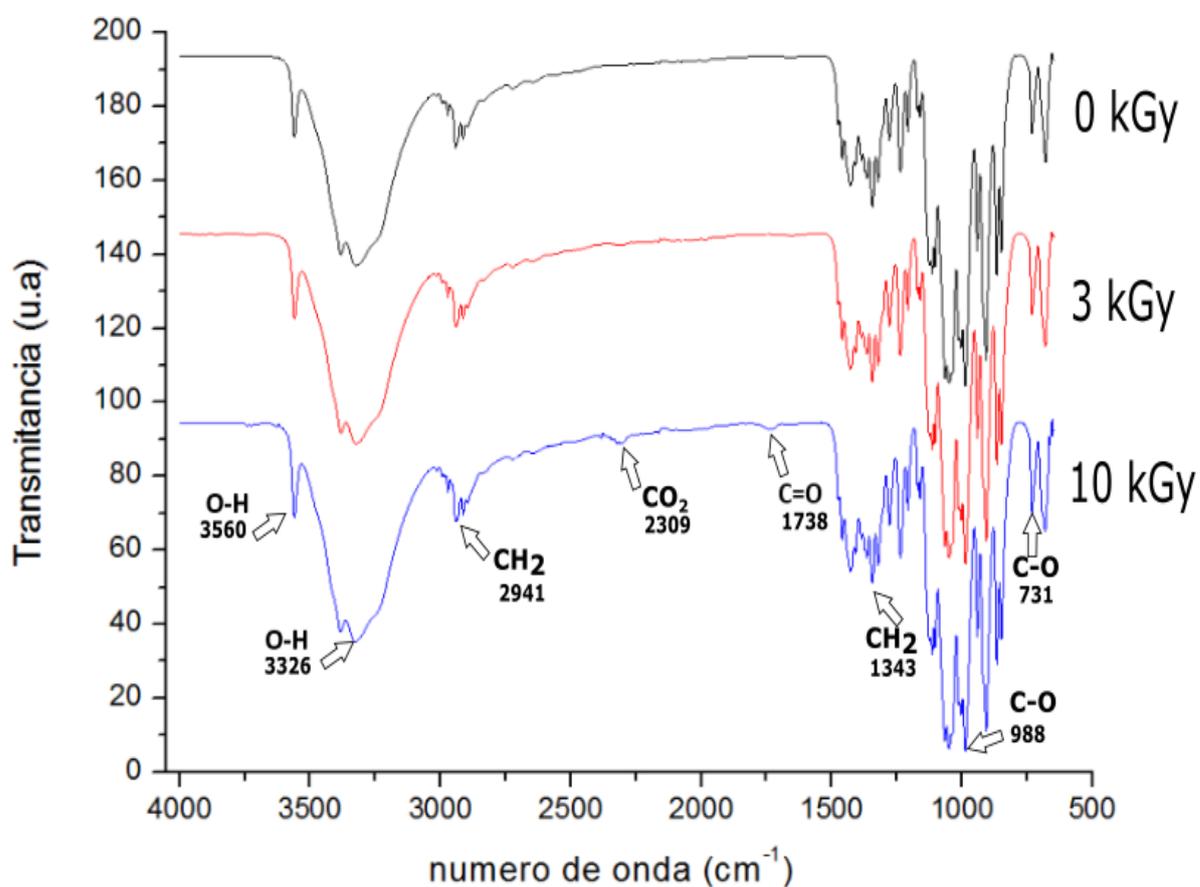


Figura 3.8 Espectro de infrarrojo con dosis 0, 3 y 10 kGy.

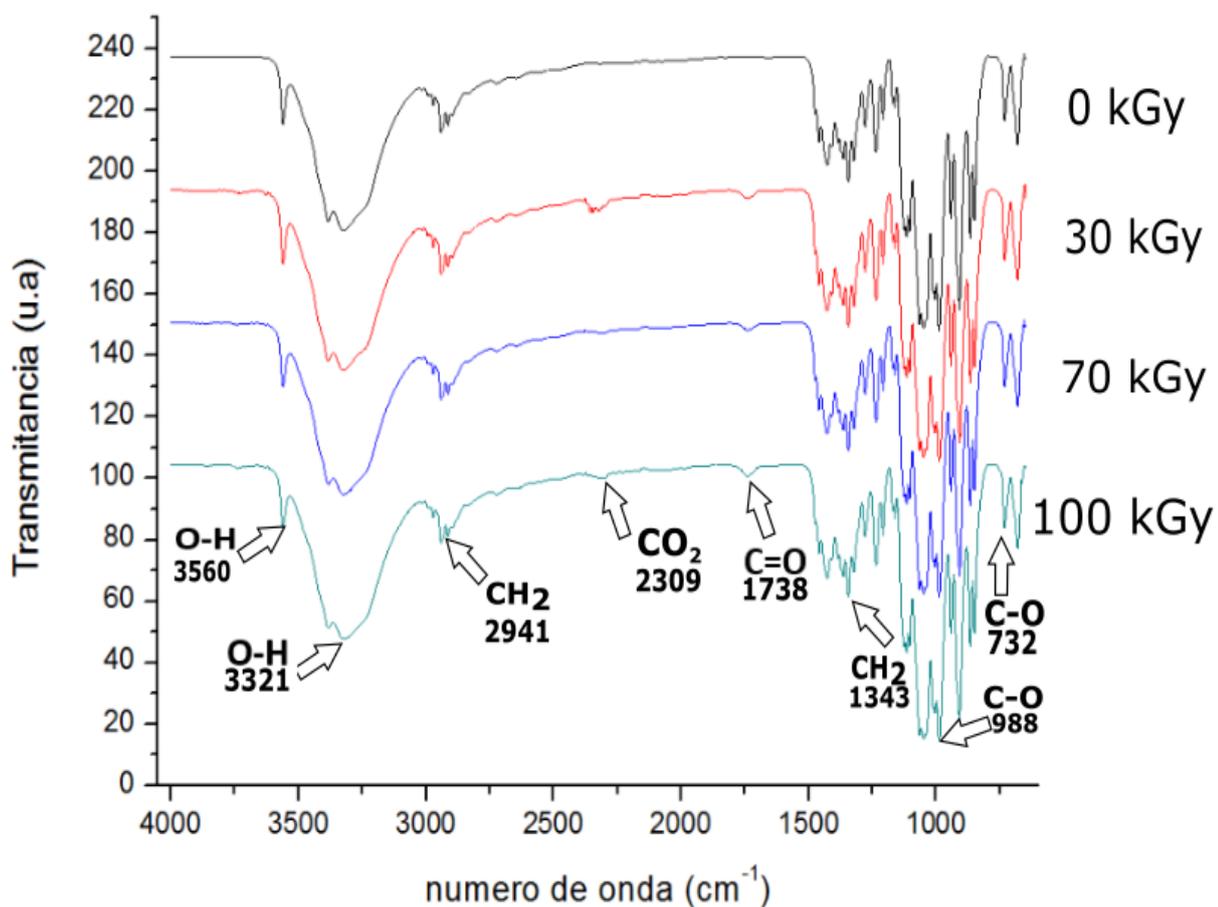


Figura 3.9 Espectro de infrarrojo con dosis 0, 30, 70 y 100 kGy.

Los espectros anteriores (Figuras 3.8 y 3.9) muestran la aparición del gas dióxido de carbono, el cual resulta como producto de la respiración humana dado que había dos personas mientras se tomaba el espectro. Esta sería la causa más probable.

En el capítulo 1 se mostró la estructura molecular de la sacarosa, donde se observa que cuenta con varios grupos hidroxilo (OH) los cuales presentan una vibración tipo estiramiento (en inglés Stretching) y están dentro del rango 3100-3600 cm^{-1}

característico de este grupo funcional. La vibración del grupo CH_2 en 2941 cm^{-1} es del tipo estiramiento simétrico (en inglés Symmetrical Stretching), la otra en 1343 cm^{-1} corresponde a una vibración del tipo balanceo (en inglés Rocking). La señal para el enlace C-O en 988 cm^{-1} corresponde a una vibración de tipo estiramiento y la otra en 732 cm^{-1} resulta de una contribución tanto del tipo estiramiento como de la torsión en una de las estructuras cíclicas de la molécula[12].

La señal de mayor importancia que se aprecia en los gráficos es la que corresponde al doble enlace de carbono con oxígeno, ya que esto no está presente para dosis bajas como 3 kGy. Se cree que esta señal tiene relación con la dosis de radiación recibida ya que en otros trabajos [4][5][6] se han realizado estudios con mayor profundidad en estado sólido y con técnicas computacionales que permiten sugerir la formación de cuatro radicales estables. Estos radicales contienen en su estructura molecular un grupo carbonilo, ver Figura 3.10.

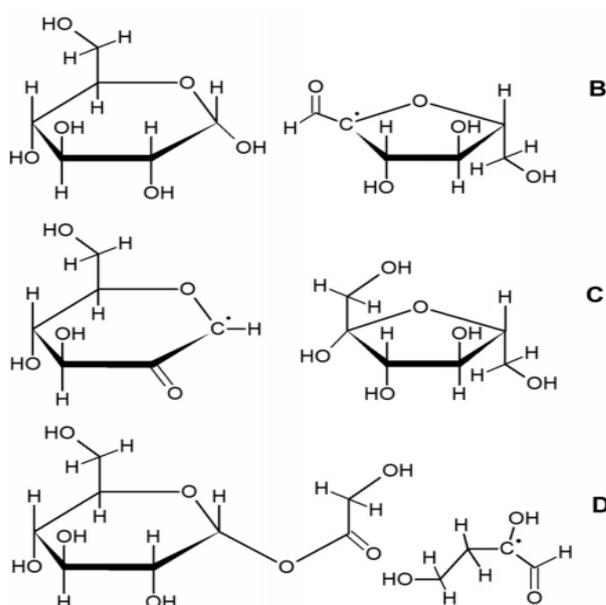


Figura 3.10 Radicales estables formados al irradiar la molécula de sacarosa.

3.5. Resultados de espectroscopía Ultravioleta

Originalmente se consideró una concentración al 5 % (gramo/mililitro) para realizar la espectroscopía de UV, con lo cual se obtuvo el Gráfico 3.10 . Se puede notar que el pico de absorción en la dosis de 100 kGy no está bien definido. Esta observación y la comunicación con el Doctor Ángel Marcos motivo a reducir la concentración de la disolución a 2.4 % (gramo/mililitro) para disminuir la absorbancia a un valor no mayor a 1.3 y así tenerlos bien definidos, con lo cual se tiene una mejor aproximación a la ley de Lamber Beer.

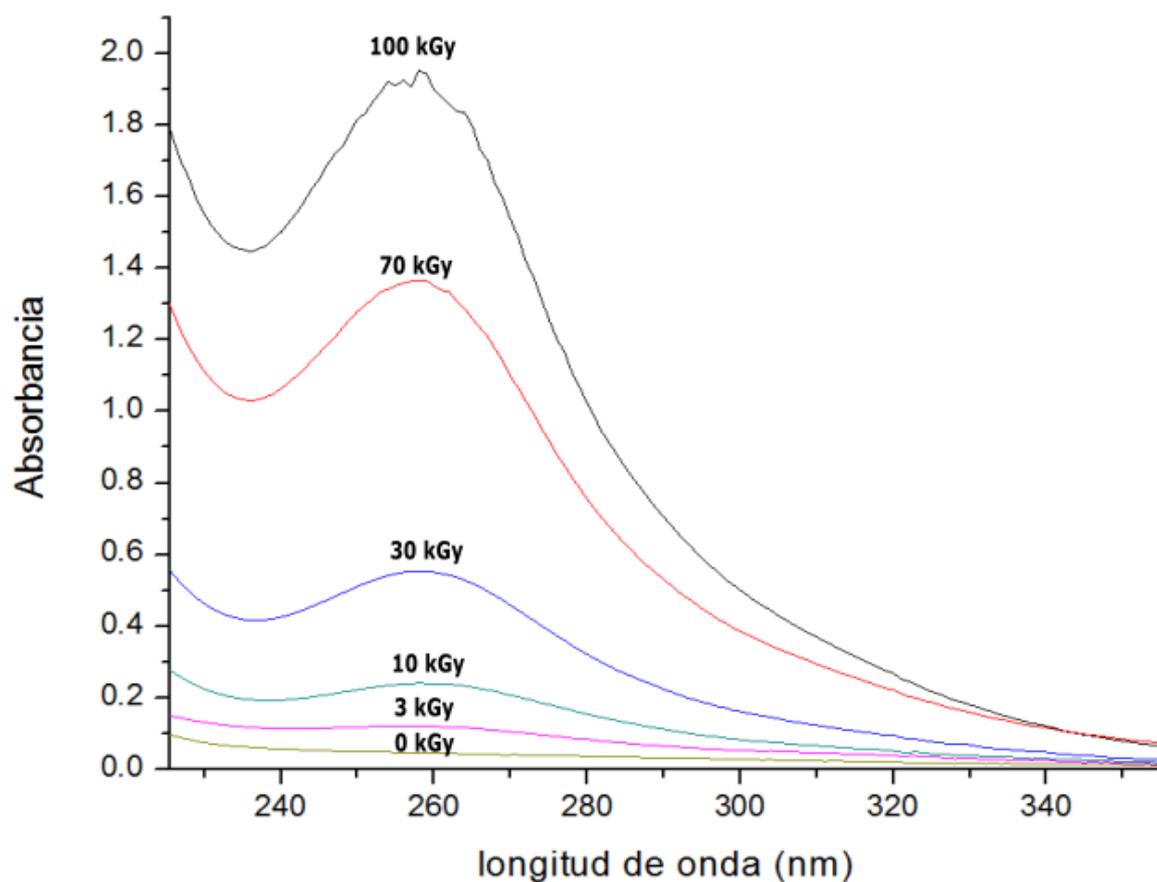


Figura 3.11 Espectros Ultravioleta para la concentración de 5 %.

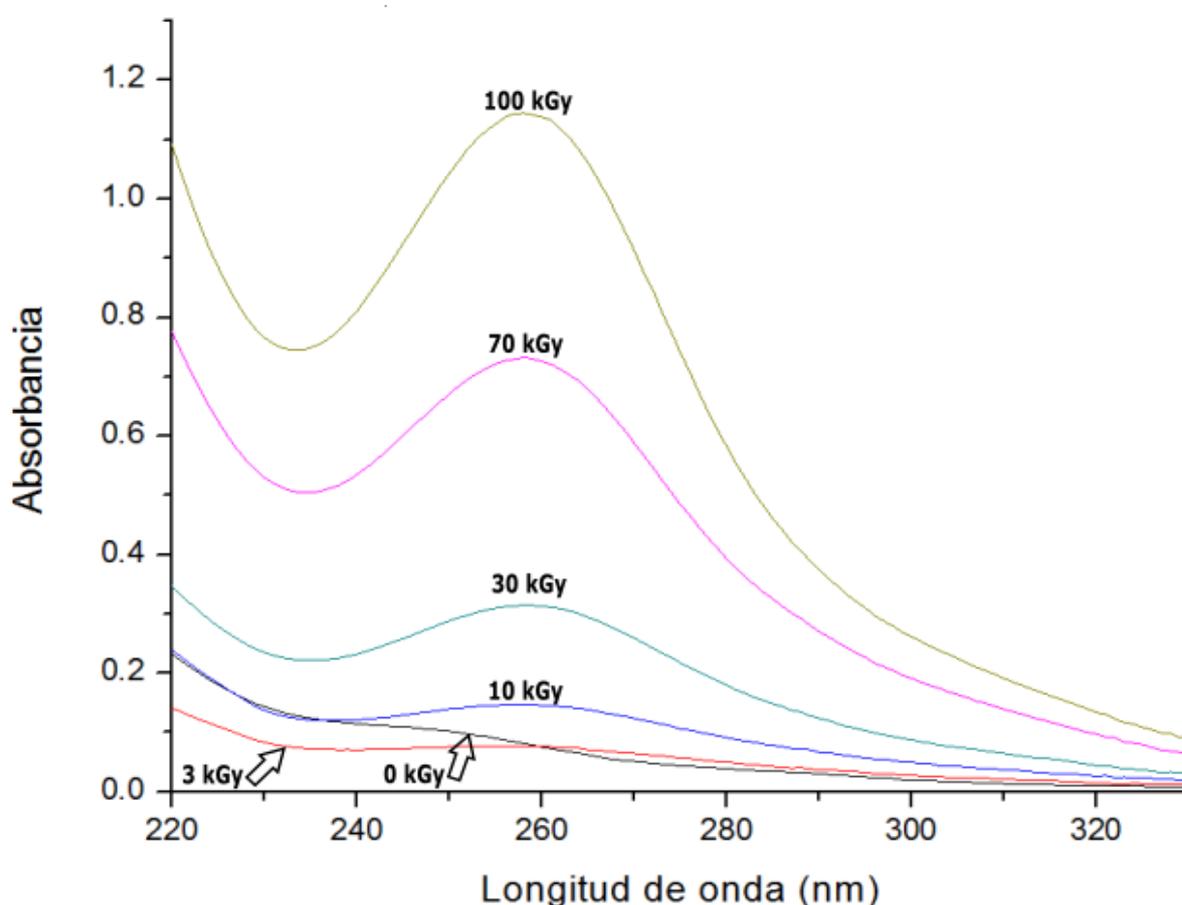


Figura 3.12 Espectros Ultravioleta para la concentración de 2.4 %.

Como se puede apreciar en los Gráficos 3.11 y 3.12 para la dosis de 100 kGy al 5 % no hay una certeza de la absorbancia mientras que en la de 2.4 % si está bien definida. Esto motivo a que se realizara un nuevo conjunto de disoluciones a menor concentración.

En el Gráfico 3.12, se observa un incremento de la absorbancia para $\lambda = 258$ nm conforme aumenta la dosis, excepto en el caso de 3 kGy ya que llega incluso a ser menor que 0 kGy. Se cree que esto tiene que ver con la concentración utilizada y el modo de preparación, ya que en otros trabajos [3][8][2] se ha encontrado un aumento lineal de la absorbancia respecto a la dosis recibida para $\lambda = 267$ nm.

En el Gráfico 3.13 se utilizaron los datos para la concentración de 2.4 % que mejor

aproxima la ley de Lambert Beer y muestra la relación encontrada al graficar la absorbancia máxima en cada caso contra la dosis recibida. El comportamiento es lineal, y mediante mínimos cuadrados se obtiene la ecuación que describe el gráfico $A = 0.0106D + 0.0395$, donde A es absorbancia y D es la dosis con un coeficiente de correlación igual a 0.99.

Este estudio sirvió para corroborar el comportamiento lineal mencionado en la literatura y sugiere que el azúcar de caña puede ser un buen dosímetro.

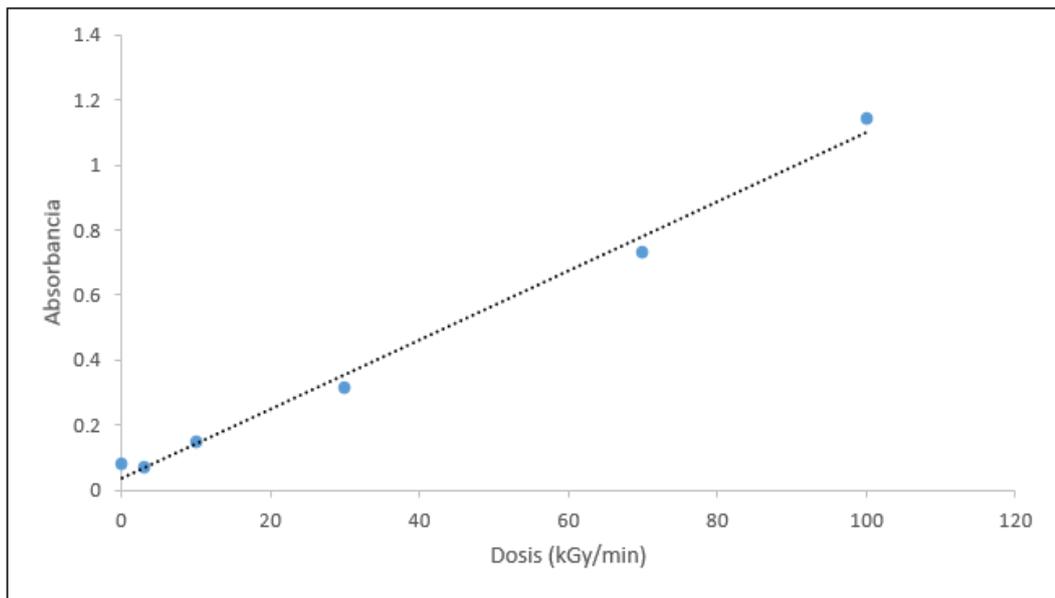


Figura 3.13 Comportamiento lineal de la absorbancia vs dosis.

Capítulo 4

Conclusiones

- La dosimetría del haz de electrones en su modo fijo mostró que la desviación estándar obtenida al hacer variaciones tanto de la corriente usada como de la distancia a la mesa de irradiación no sobrepasa el 13 % y que este solo se obtiene en un 12 % del total de casos. En cuanto al haz barrido se observan diferencias en la razón de dosis para los dos experimentos realizados, mostrando que dentro de un área existen variaciones. También se observó que la razón de dosis es menor al comparar el modo fijo con el barrido a una distancia de 6 cm. Esta información es útil cuando se requiere irradiar un área mucho mayor a la de las películas PTR.

Las dosis obtenidas para el modo fijo resultaron menores en un 0.7 % comparadas con un estudio previo. Entre las causas probables se mencionaron el desgaste del filamento de Tungusteno, el mantenimiento y calibración de los circuitos electrónicos que controlan el manejo del haz.

- El estudio de EDS mostró que el azúcar comercial tiene los elementos químicos esperados C, H y O. Además, es un material barato y accesible. En la imagen capturada con el microscopio se pudo apreciar su forma de poliedro irregular consecuencia de su estructura cristalina.
- La primera comparación de los testigos en los espectros Raman mostró que se tienen los mismos grupos funcionales en las muestras de azúcar de caña

y remolacha, por lo cual se escogió trabajar únicamente con azúcar de caña. En la muestra de azúcar de caña se notó la ausencia del grupo carbonilo para Raman y una clara aparición en el infrarrojo. Esto se debe a que el tipo de vibración característica de este grupo funcional no tiene contribuciones importantes de otras vibraciones en el infrarrojo, por lo cual su señal se debe mayoritariamente al grupo C=O. La técnica cualitativa ATR de Infrarrojo resultó ser mejor para observar los cambios estructurales en los granos de azúcar irradiados.

Los resultados en los espectros Raman no fueron concluyentes en cuanto a mostrar cambios en la estructura molecular del azúcar irradiada al variar la razón de dosis, esto a pesar de que se consideró un amplio rango, de 0 a 100 kGy. Se cree que entre las causas más probables están la sensibilidad del equipo, el proceso físico de dispersión y la anisotropía del cristal de azúcar.

- El espectro de Ultravioleta que se obtuvo para la concentración al 2.4 % resultó favorable en cuanto al incremento lineal de la absorbancia respecto a la razón de dosis. De donde se infiere que las insaturaciones formadas al disolver los granos de azúcar irradiados mantienen la proporción lineal de absorbancia con respecto a la razón de dosis.

Bibliografía

- [1] T Calderón, E Adem, JL Boldú, et al. Esr and optical absorption studies of gamma-and electron-irradiated sugar crystals. *Applied Radiation and Isotopes*, 52(5):1229–1234, 2000.
- [2] ND Yordanov, V Gancheva, and E Georgieva. Epr and uv spectroscopic study of table sugar as a high-dose dosimeter. *Radiation Physics and Chemistry*, 65(3):269–276, 2002.
- [3] ND Yordanov and Y Karakirova. Epr of gamma irradiated solid sucrose and uv spectra of its solution. an attempt for calibration of solid state/epr dosimetry. *Radiation measurements*, 42(3):347–351, 2007.
- [4] Hendrik De Cooman, Joke Keysabyl, Jevgenij Kusakovskij, Andy Van Yperen-De Deyne, Michel Waroquier, Freddy Callens, and Henk Vrielinck. Dominant stable radicals in irradiated sucrose: g tensors and contribution to the powder electron paramagnetic resonance spectrum. *The Journal of Physical Chemistry B*, 117(24):7169–7178, 2013.
- [5] Jevgenij Kusakovskij, Ignacio Caretti, Sabine Van Doorslaer, Freddy Callens, and Henk Vrielinck. Fourth stable radical species in x-irradiated solid-state sucrose. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 18(16):10983–10991, 2016.
- [6] Jevgenij Kusakovskij, Hendrik De Cooman, Einar Sagstuen, Freddy Callens, and Henk Vrielinck. On the identity of the last known stable radical in x-irradiated sucrose. *Chemical Physics Letters*, 674:6–10, 2017.

- [7] Hendrik De Cooman, Ewald Pauwels, Henk Vrielinck, Anna Dimitrova, N Yordanov, E Sagstuen, Michel Waroquier, and Freddy Callens. Radiation-induced defects in sucrose single crystals, revisited: A combined electron magnetic resonance and density functional theory study. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 69(5):1372–1383, 2008.
- [8] Nicola D Yordanov and Elka Georgieva. Epr and uv spectral study of gamma-irradiated white and burned sugar, fructose and glucose. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 60(6):1307–1314, 2004.
- [9] Toshiyuki Nakajima. Sugar as an emergency populace dosimeter for radiation accidents. *Health physics*, 55(6):951–955, 1988.
- [10] ND Yordanov and Y Karakirova. Sugar/uv spectrophotometric system for high-energy dosimetry (0.055–160 kgy). *Radiation measurements*, 42(1):121–122, 2007.
- [11] ZM Da Costa, WM Pontuschka, and LL Campos. A comparative study based on dosimetric properties of different sugars. *Applied radiation and isotopes*, 62(2):331–336, 2005.
- [12] Alicia Beatriz Brizuela, Laura Cecilia Bichara, Elida Romano, Alisia Yurquina, Silvano Locatelli, and Silvia Antonia Brandán. A complete characterization of the vibrational spectra of sucrose. *Carbohydrate research*, 361:212–218, 2012.
- [13] Jorge Rickards Campbell. La física de las radiaciones en materia. *Universidad Nacional Autónoma de México, México, DF*, pages 11–1–13–3, 2001.
- [14] Burgos Buenfil Ana Elena. *Tesis de Licenciatura: Uso de películas de tinte radiocromico como dosímetros secundarios*. Facultad de Ciencias, UNAM, México, 1982.

- [15] Claus Grupen and Mark Rodgers. Radioactivity and radiation what they are, what they do, and how to harness them. *Springer*, 2016.
- [16] James E Turner. *Atoms, radiation, and radiation protection*. John Wiley & Sons, 2008.
- [17] Anders Lund and Masaru Shiotani. *EPR of Free Radicals in Solids II: Trends in Methods and Applications*, volume 25. Springer Science & Business Media, 2012.
- [18] WW Bradshaw, DG Cadena Jr, GW Crawford, and HAW Spetzler. The use of alanine as a solid dosimeter. *Radiation research*, 17(1):11–21, 1962.
- [19] J. Zuñiga Requena Rodriguez. *Epectroscopia*. Pearson Educacion, 2004.
- [20] Chandrasekhara Venkata Raman and Kariamanikkam Srinivasa Krishnan. A new type of secondary radiation. *Nature*, 121(3048):501, 1928.
- [21] Dionisio Bermejo. *Introducción a la espectroscopía Raman, por Dionisio Bermejo*. OEA. Washington. US, 1988.
- [22] Agnieszka Nawrocka and Joanna Lamorska. *Determination of food quality by using spectroscopic methods*. InTech, 2013.
- [23] John McMurry. *Organic Chemistry*. Brooks Cole, 2012.
- [24] Leslie D Field, Sev Sternhell, and John R Kalman. *Organic structures from spectra*. John Wiley & Sons, 2012.
- [25] Anders Lund, Masaru Shiotani, and Shigetaka Shimada. *Principles and applications of ESR spectroscopy*. Springer Science & Business Media, 2011.
- [26] Thomas Engel. *Quantum chemistry and spectroscopy*. Pearson Higher Ed, 2012.

- [27] AE Buenfil and ME Brandan. Respuesta de dosímetros ptr a la irradiación con electrones y rayos gama. *Revista Mexicana de Física*, 34(1988):608–613.
- [28] George M Brown and Henri A Levy. Sucrose: Precise determination of crystal and molecular structure by neutron diffraction. *Science*, 141(3584):921–923, 1963.