



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**EXTRACCIÓN DE POLIMINERALES DE NOPAL
DESHIDRATADO (*Opuntia ficus-indica*),
IRRADIACIÓN E IDENTIFICACIÓN
TERMOLUMINISCENTE**

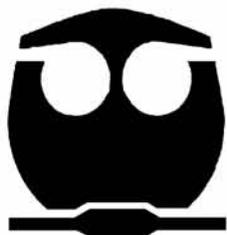
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

QUÍMICA DE ALIMENTOS

P R E S E N T A :

BLANCA KAREN TORRES GÓMEZ



MÉXICO, D.F.

2006



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.

DEDICATORIA

*Gracias a **Dios** he llegado al termino de mi carrera y es momento en que me pongo a reconsiderar todo lo vivido durante este tiempo de esfuerzo, alegrías y problemas. Tiempo en que tuve muchas satisfacciones al ir alcanzando poco a poco las metas que me fui proponiendo ya que no se alcanzan de un momento a otro. Pero es necesario reconocer que no lo hubiera logrado sola y que fue muy valiosa toda la ayuda que recibí de todas las personas que permanecieron conmigo de manera permanente e incondicional a las que les dedico este trabajo.*

*A mi **MADRE** porque a través de su mirada, su sonrisa e incluso en sus momentos de seriedad me brindo siempre su apoyo algunas veces silencioso pero palpable en todo momento.*

*Otras personas a quien dedico éste trabajo en muestra de un gran agradecimiento es a los tíos **Roque** y **Celia** que por medio de su patrocinio y su fe en mi, hicieron posible que alcanzara esta meta. Muchas gracias.*

A todos mis tíos, primos, sobrinos y a mis abuelas por siempre creer en mi y quererme tanto.

*A **Julian Ruiz** por estar siempre a mi lado, por apoyarme, ayudarme, amarme y darme todo lo que deseo y necesito para ser feliz. Te amo.*

*A mis amigos y compañeros, Apolinar Ibáñez, Areli Vázquez, Edwin Becerra, Israel Vargas, Javier Cardona, Daniel Ayala, Gabriel Sarmiento, Ivonne Gómez del Campo, Karla, Beto, Ivan, Luciano y a todos los que faltan del rincón del gato, , porque al trabajar juntos nos brindamos un gran apoyo mutuo que nos ayudo a crecer como profesionales. Especialmente a **Isabel Lira**, por tu amistad y realizar las bases de este trabajo.*

Y a toda la gente que en forma directa e indirecta contribuyeron a que llegara este momento tan importante de mi vida.

En Memoria

De mi padre Juan Antonio Torres †, mi abuelo Pablo Gómez † y mi tío Felipe Gómez “el Diablo” † que siempre los llevaré en mi corazón.

AGRADECIMIENTOS

Al Instituto de Ciencias Nucleares UNAM, por las facilidades otorgadas en el uso de la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica para llevar a cabo toda la parte experimental de esta tesis.

Al Dr. Epifanio Cruz Zaragoza por su gran apoyo, dedicación y consejos para la elaboración de esta tesis.

Al Ing. José Germán Bautista de la empresa "*Productores Unidos de Nopal Fino del Bajío*" por haber proporcionado generosamente la muestra de nopal deshidratado para este estudio de tesis.

A la Dr. Ma. Del Pilar Constanza Bernal por toda la asesoría que me brindo durante mi formación como profesional, a su esposo Armando Ortiz y a la Técnica Leticia por haber hecho la difracción de rayos X para poder analizar los resultados de esta tesis.

A la M. en C. Trinidad Martínez Castillo por la revisión y comentarios de este trabajo.

Luis Cabrera Mosqueda por la revisión y sugerencias para mejorar este trabajo.

Al Físico Francisco García por el apoyo en la irradiación de las muestras de poliminerales en el irradiador Gammabeam 651PT. Así como también por su apoyo sugerencias, comentarios, amabilidad, dar solución a cualquier problema y gracias por su amistad.

ÍNDICE

| | Página |
|---|---------------|
| Lista de figuras | I |
| Lista de tablas | IV |
| RESUMEN | VI |
| OBJETIVOS | VIII |
| CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN | |
| 1.1. GENERALIDADES DEL NOPAL | 1 |
| 1.1.1. Características morfológicas | 2 |
| 1.1.2. Principales variedades | 3 |
| 1.1.3. Composición química | 5 |
| 1.1.4. Usos del nopal | 5 |
| 1.1.5. Producción del nopal | 7 |
| 1.1.5.1. Producción en México | 8 |
| 1.2. CONTENIDO DE SÓLIDOS PRESENTES EN ALIMENTOS | 10 |
| 1.3. CLASIFICACIÓN DE LOS MINERALES | 11 |
| 1.3.1. Biominerales | 14 |
| 1.4. PROCESO DE IRRADIACIÓN EN ALIMENTOS | 15 |
| 1.4.1. Unidades y términos de radiación utilizados | 16 |
| 1.4.2. Fuente de irradiación | 16 |
| 1.4.3. Dosimetría | 19 |
| 1.4.4. Irradiación de alimentos y normatividad | 21 |
| 1.4.5. Efectos de la irradiación en los alimentos | 23 |
| 1.4.6. Detección de alimentos irradiados | 23 |
| 1.5. TERMOLUMINISCENCIA | 27 |

| | | |
|---------------|--|----|
| 1.5.1. | Comportamiento de sólidos cristalinos | 27 |
| 1.5.2. | Fenómeno termoluminiscente y detección TL | 29 |
| 1.5.3. | Detección de alimentos irradiados por termoluminiscencia | 31 |
| 1.6. | CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS POR DRX | 31 |

CAPÍTULO 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

| | | |
|-----------------|--|----|
| 2. | METODOLOGÍA GENERAL | 33 |
| 2.1. | Material, equipos y reactivos | 33 |
| 2.2. | Descripción detallada de la metodología | 33 |
| 2.2.1. | Recepción de la muestra de nopal deshidratado | 34 |
| 2.2.2. | EXTRACCIÓN DEL POLIMINERAL | 34 |
| 2.2.3. | Tratamientos de los residuos | 36 |
| 2.2.4. | Homogeneización del tamaño de partícula de poliminerales | 36 |
| 2.2.5. | Irradiación del polimineral con ^{60}Co | 37 |
| 2.2.6. | Reproducibilidad de la respuesta TL | 38 |
| 2.2.7. | EFFECTOS DEL MEDIO AMBIENTE Y ALMACENAMIENTO EN LA ESTABILIDAD DE LAS SEÑALES TL | 38 |
| 2.2.7.1. | Efecto de la luz UV en los poliminerales irradiados a 10 kGy | 38 |
| 2.2.7.2. | Blanqueo con luz solar a dos diferentes temperaturas | 39 |
| 2.2.7.3. | Análisis de la TL a temperaturas altas (50, 110, 160, 225°C) | 39 |
| 2.2.7.4. | Decaimiento de la señal TL durante el almacenamiento de los poliminerales irradiados | 39 |
| 2.2.8. | Condiciones para las curvas de brillo TL e identificación TL | 40 |

CAPÍTULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

| | |
|--|----|
| 3.1. Caracterización de la fracción mineral del <i>Opuntia ficus-indica</i> (Nopal) deshidratado | 41 |
| 3.2. Extracción, homogeneización y rendimiento de poliminerales de nopal de 10 μm | 50 |
| 3.3. Detección TL del polimineral del Nopal irradiado | 51 |
| 3.3.1. Poliminerales con tamaño de 10 μm | 51 |
| 3.3.2. Poliminerales con tamaño de 74 μm | 55 |
| 3.4. Comparación TL entre tamaños de partícula y límite de detección del nopal irradiado | 61 |
| 3.4.1. Poliminerales extraídos con agua bidestilada | 61 |
| 3.4.2. Poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno | 64 |
| 3.4.3. Poliminerales extraídos con alcohol etílico | 67 |
| 3.5. Características TL de poliminerales de 10, 53, 74, 149, 250, 420 μm y “todos los tamaños” expuestos a 3 kGy | 71 |
| 3.6. Reproducibilidad de la respuesta termoluminiscente de los poliminerales irradiados | 75 |
| 3.7. Efectos del medio ambiente y almacenamiento en la estabilidad de la detección TL del nopal | 78 |
| 3.7.1. Efecto de la luz UV en los poliminerales irradiados a 10 kGy | 78 |
| 3.7.2. Blanqueo con luz solar a dos diferentes temperaturas | 81 |
| 3.7.3. Análisis de la TL a temperaturas altas (50, 110, 160, 225°C) | 84 |
| 3.8. Decaimiento de la señal TL durante el almacenamiento de los poliminerales irradiados | 87 |
| CONCLUSIONES | 92 |
| BIBLIOGRAFÍA | 95 |

Lista de Figuras

| | Página |
|--|--------|
| Figura 1.1. Esquema representativo de la conformación de los feldespatos dependiendo de su composición. La fórmula general del feldespato es $\text{Na}_{1-x}\text{Ca}_x(\text{Si}_{3-x}\text{Al}_{1+x})\text{O}_8$ con $0 < x < 1$. | 12 |
| Figura 1.2. Efecto Compton. | 17 |
| Figura 1.3. Producción de pares. | 18 |
| Figura 1.4. Regiones dominantes de los efectos en colisión entre partículas gamma de energía y átomos con cambio de número Z. | 18 |
| Figura 1.5. Tipos de dosímetros usados para cuantificar la dosis ante la irradiación. | 19 |
| Figura 1.6. Símbolo " <i>Radura</i> " que debe ser impreso en verde en el etiquetado de productos alimenticios procesados por radiación. | 23 |
| Figura 1.7. Diagrama que representa el fenómeno de termoluminiscencia. | 30 |
| Figura 2.1. Esquema del irradiador gammabeam 651PT de ^{60}Co de la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica. | 37 |
| Figura 3.1. Espectro de DRX para minerales extraídos con agua bidestilada. | 43 |
| Figura 3.2. Espectro de DRX para biominerales extraídos con agua bidestilada. | 44 |
| Figura 3.3. Espectro de DRX para minerales extraídos con peróxido de hidrógeno. | 45 |
| Figura 3.4. Espectro de DRX para biominerales extraídos con peróxido de hidrógeno. | 46 |
| Figura 3.5. Espectro de DRX para minerales extraídos con alcohol etílico. | 46 |
| Figura 3.6. Espectro de DRX para biominerales extraídos con alcohol etílico. | 48 |
| Figura 3.7. Curvas de brillo de poliminerales irradiados de 0.5-7 kGy de las extracciones con acetona, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico con un tamaño de partícula de 10 μm . | 52 |

| | |
|--|----|
| Figura 3.8. Curvas de brillo de poliminerales expuestos de 9-20 kGy. | 53 |
| Figura 3.9. Comportamiento de poliminerales de 10 μm del nopal deshidratado expuesto a diferentes dosis. a) agua bidestilada, b) peróxido de hidrógeno, c) alcohol etílico. | 54 |
| Figura 3.10. Curvas de brillo de poliminerales irradiados de 0.1-2 kGy de las extracciones con agua bidestilada, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico con un tamaño de partícula de 74 μm . | 56 |
| Figura 3.11. Curvas de brillo de poliminerales expuestos de 3-20 kGy. | 57 |
| Figura 3.12. Comportamiento de poliminerales de 74 μm de nopal deshidratado expuesto a diferentes dosis. a) agua bidestilada, b) peróxido de hidrógeno, c) alcohol etílico. | 58 |
| Figura 3.13. Comportamiento de las curvas de brillo TL de poliminerales extraídos con agua, peróxido y alcohol etílico. Muestras calcinadas a 450°C y 3 kGy. | 60 |
| Figura 3.14. Comparación de curvas de brillo entre tamaños de partícula de 10 y 74 μm de poliminerales extraídos con agua bidestilada. | 62 |
| Figura 3.15. Comparación de curvas de brillo entre tamaños de partícula de 10 y 74 μm de poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno. | 65 |
| Figura 3.16. Comparación del comportamiento de poliminerales expuestos a diferentes dosis de irradiación y tamaño de partícula. Extracción con peróxido de hidrógeno. | 66 |
| Figura 3.17. Comparación de curvas de brillo entre tamaños de partícula de 10 y 74 μm de poliminerales extraídos con alcohol etílico. | 68 |
| Figura 3.18. Comparación del comportamiento de poliminerales de 10 y 74 μm expuestos a diferentes dosis de irradiación. Extracción con alcohol etílico. | 69 |
| Figura 3.19. Curvas de brillo de poliminerales irradiados a 3 kGy, con diferente tamaño de partícula. | 72 |
| Figura 3.20. Respuesta TL de poliminerales de nopal expuestos a 3 kGy con 10, 53, 74, 149 y 250 μm . | 73 |

| | |
|---|----|
| Figura 3.21. Reproducibilidad de la respuesta TL de poliminerale del nopal de 10 y 74 μm expuestos a 3 kGy. | 76 |
| Figura 3.22. Reproducibilidad de la respuesta TL de poliminerale de 10 y 74 μm y expuestos a 10 kGy. | 77 |
| Figura 3.23. Curvas de brillo del nopal deshidratado e irradiado a 10 kGy y expuesto a la luz UV. Poliminerale extraídos con peróxido de hidrógeno. | 79 |
| Figura 3.24. Comportamiento de poliminerale de nopal deshidratado irradiados a 10 kGy y blanqueado con luz UV. Extracción con peróxido de hidrógeno. | 80 |
| Figura 3.25. Curvas de brillo de poliminerale irradiados a 10 kGy. Expuestos a la luz solar en diferentes tiempos y a diferente temperatura de días. | 82 |
| Figura 3.26. Decaimiento o fading de los poliminerale de nopal deshidratado irradiados a 10 kGy y blanqueados con luz solar (21 y 23°C). Extracción con peróxido de hidrógeno. | 83 |
| Figura 3.27. Comparación de curvas de brillo del poliminerale horneados de 50 a 225°C, previamente irradiados a 10 kGy. | 85 |
| Figura 3.28. Comparación del comportamiento de la señal TL de poliminerale de nopal irradiados a 10 kGy, horneado de 50 a 225°C en ausencia de luz. | 86 |
| Figura 3.29. Comparación de curvas de brillo de poliminerale irradiados a 10 kGy a distintos días. | 88 |
| Figura 3.30. Comparación de curvas de brillo de poliminerale irradiados a 10 kGy después de 20 a 50 días. | 89 |
| Figura 3.31. Comportamiento del decaimiento de la señal TL de poliminerale de nopal deshidratado irradiados a 10 kGy de las tres extracciones. | 90 |

Lista de Tablas

| | Página |
|---|--------|
| Tabla 1.1. Descripción taxonómica del nopal. | 1 |
| Tabla 1.2. Principales variedades del nopal. | 4 |
| Tabla 1.3. Valor Nutricio del nopal (100 g de nopal en BH). | 5 |
| Tabla 1.4. Superficies de nopal por país y tipo de uso (ha). | 7 |
| Tabla 1.5. Avance de siembras y cosechas perennes 2005. Total: Riego + Temporal. | 9 |
| Tabla 1.6. Clasificación general de silicatos. | 11 |
| Tabla 1.7. Principales biominerales compuestos por estructuras inorgánicas y biológicas se presenta a continuación. | 15 |
| Tabla 1.8. Efecto de la irradiación de acuerdo a las dosis absorbidas. | 22 |
| Tabla 1.9. Dosis mínimas y máximas permitidas para verduras frescas y secas. | 22 |
| Tabla 1.10. Métodos para la detección de alimentos irradiados. | 24 |
| Continuación de la Tabla 1.10. | 25 |
| Tabla 1.11. Diferentes tipos de luminiscencia. | 26 |
| Tabla 3.1. Contenido del mineral en Nopal, determinación por DRX. | 42 |
| Tabla 3.2. Análisis proximal y contenido de minerales nutrimentales del nopal deshidratado. | 49 |
| Tabla 3.3. Determinación de muestras irradiadas y límite de detección TL. Poliminerales extraídos con agua bidestilada, tamaños de partícula 10 y 74 μm . | 64 |
| Tabla 3.4. Comparación de resultados de poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno con un tamaño de partícula de 10 μm y 74 μm . | 67 |
| Tabla 3.5. Comparación de resultados de poliminerales extraídos con alcohol etílico con un tamaño de partícula de 10 μm y 74 μm . | 70 |

| | |
|---|----|
| Tabla 3.6. Nivel de saturación con la dosis de las señales TL del <u>Opuntia ficus-indicas</u> . | 71 |
| Tabla 3.7. Comparación de resultados de poliminerales extraídos con distintos reactivos y diferentes tamaños de partícula, expuestos a 3 kGy. | 74 |
| Tabla 3.8. Comparación de la respuesta a la dosis de poliminerales extraídos con los diferentes reactivos para la reproducibilidad, expuestos a 3 y 10 kGy. | 78 |
| Tabla 3.9. Resultados de poliminerales irradiados a 10 kGy expuestos a luz UV. Extracción con peróxido de hidrógeno. | 80 |
| Tabla 3.10. Resultados de respuesta TL, ubicación de los picos y porcentaje de pérdida TL de poliminerales irradiados a 10 kGy, expuestos a luz solar (21 y 23°C). Extracción con peróxido de hidrógeno. | 84 |
| Tabla 3.11. Resultados TL y pérdida de señal de poliminerales del nopal irradiados a 10 kGy horneados a altas temperaturas en ausencia de luz. Extracción con peróxido de hidrógeno. | 87 |
| Tabla 3.12. Resultados TL y pérdida de señal de poliminerales del nopal irradiados a 10 kGy, almacenados durante 50 días en ausencia de luz. | 90 |

RESUMEN

En esta tesis se presenta un estudio sistemático sobre las propiedades de termoluminiscencia (TL) de los poliminerales presentes en el nopal Mexicano deshidratado de tipo comestible (*Opuntia ficus-indica*). Para ello se realizó la extracción de los poliminerales del nopal deshidratado utilizando agua bidestilada, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico. Las muestras utilizadas fueron de un lote comercial de nopal deshidratado. Los poliminerales obtenidos de esas tres extracciones se caracterizaron por medio de difracción de rayos X, obteniéndose que el polimineral está compuesto por una parte inorgánica de minerales de anortoclasa y cuarzo, así también por una parte biomineral compuesta por la whewellitita y weddellitita. Los poliminerales se expusieron a un amplio intervalo de dosis de radiación, 0.1 a 20 kGy, en el irradiador Gammabeam 651PT de cobalto-60 del Instituto de Ciencias Nucleares, UNAM. Se eligieron diferentes tamaños de partícula: 10, 53, 74, 149, 250, 420 μm y "todos los tamaños" éste último como se extraía de las muestras industriales.

Al irradiarse el polimineral se buscó un intervalo de dosis para determinar la región lineal de la detección TL, cuál era el tamaño y tipo de reactivo más adecuados para obtener la mejor respuesta termoluminiscente (TL) y reproducibilidad de la respuesta TL, siendo ésta de suma importancia para la detección TL y de control en los procesos por radiación de productos industriales. Dado que en las curvas de brillo detectadas del polimineral total, estaban presentes la contribución de la parte mineral y biomineral, se analizó también la influencia de la fracción biomineral en la TL de la mineral. Se calcinaron las muestras a 450°C y se encontró una contribución muy clara en las curvas de brillo debida a los minerales anortoclasa y cuarzo. Este último muy citado en la literatura sobre estudios de datación arqueológica.

Los tamaños de partícula que mejor respondieron a la radiación para su detección fueron 10 y 74 μm y la mejor extracción de poliminerales fue con peróxido de hidrógeno debido a la uniformidad de las señales TL obtenidas. Se irradiaron los poliminerales a la dosis de 10 kGy, y se sometieron a diferentes efectos ambientales tales como la luz ultravioleta (UV) de una lámpara de mercurio en el laboratorio. El efecto resultante al exponer los poliminerales a la luz UV es que conforme pasa el tiempo de exposición los defectos atrapados en las trampas se van recombinando y entonces las curvas de brillo muestran

ligeros desvanecimientos en la intensidad TL conforme transcurre el tiempo de exposición en la luz UV en el cual se obtiene una pérdida final de 97% de la señal TL. Cuando las muestras son iluminadas con luz solar del día a distintas temperaturas y luminosidad, los defectos o cargas atrapados en las trampas se transfieren a otros niveles de energía de menor a mayor temperatura, dando como resultado un corrimiento y disminución de las curvas de brillo debido al blanqueo óptico de las trampas, en este caso se encontró un efecto severo de la luminosidad en la TL de los poliminerales obteniendo una pérdida de 95% a 21°C y 80% a 23°C al cabo de cuatro horas de iluminación. Para observar el efecto de la temperatura en la señal TL, se realizó un experimento con alta temperatura durante cuatro horas de calentamiento (50, 110, 160 y 225°C), cuyos resultados fueron muy similares a los efectos que causa la luminosidad del sol. El fading en este último caso fue de 30-98% de la pérdida de las señales TL. A esas temperaturas creemos que los defectos atrapados en las trampas se transfieren por excitación térmica a otros niveles de mayor energía, dando como resultado un corrimiento de las curvas de brillo hacia mayores temperaturas y disminución de las intensidades. Para el caso de 50°C, el efecto que produce esta temperatura es muy parecido a lo que ocurre con luz UV ya que los defectos atrapados en las trampas se van vaciando desde los más superficiales hacia trampas de mayor temperatura. El análisis de la TL con temperatura alta se realizó para estudiar la estabilidad o pérdida de la señal TL a diferentes condiciones y se determinaron los límites de detección del alimento irradiado, similar información se buscó con el "fading" de la TL de los poliminerales conforme pasó el tiempo hasta 50 días de almacenamiento de las muestras en el laboratorio lo que implicaría que el nopal deshidratado e irradiado a dosis comerciales puede todavía detectarse claramente al cabo de 50 días con los poliminerales extraídos con alcohol etílico con una pérdida de 83% de la señal TL.

OBJETIVOS

GENERAL

- ✓ Establecer una metodología para la extracción de poliminerales de nopal deshidratado (*Opuntia ficus-indica*). Analizar las características de termoluminiscencia (TL) del polimineral extraídos con tres tipos de reactivos, eligiendo diferentes tamaños de partícula. Exponer las muestras a altas dosis (0.1-20 kGy) para analizar el comportamiento TL con el tamaño de partícula, tipo de extracción, diferentes efectos ambientales (luz UV, luz solar y altas temperaturas) y la variación TL debido al almacenamiento de las muestras así como los límites mínimos de detección del nopal irradiado.

ESPECÍFICOS

- ✓ Establecer una metodología para la extracción con los distintos reactivos (agua bidestilada, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico), de los poliminerales contenidos en el nopal deshidratado comestible. Determinar la composición del polimineral.
- ✓ Conocer los procedimientos para la irradiación de las muestras del nopal comestible en el irradiador Gammabeam 651 PT.
- ✓ Irradiar a diferentes dosis las muestras de poliminerales extraídos. Obtener las curvas de brillo por el fenómeno de luminiscencia térmicamente estimulada, también llamado termoluminiscencia (TL).
- ✓ Obtener la linealidad TL existente en la dosis-respuesta y la reproducibilidad TL utilizando distintos tamaños de partícula.

- ✓ Analizar el comportamiento de la estabilidad de las señales o la pérdida TL (fading) debida a factores reales como la luz solar y el almacenamiento, factores simulados como la luz UV y temperaturas altas que pueden variar las señales TL así como la identificación TL de los alimentos irradiados.

- ✓ Definir un límite mínimo de dosis de los poliminerales irradiados del nopal en polvo con el fin de obtener la mínima detección TL.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

1.1. GENERALIDADES DEL NOPAL

El nopal pertenece a la familia Cactáceas que comúnmente se conocen como cactáceas o cactus. Las cactáceas son plantas que se distribuyen principalmente en las zonas áridas aunque una gran diversidad de especies se encuentra en las zonas tropicales, subtropicales y templadas.

En general, a las cactáceas en México se les conoce desde hace mucho tiempo, fueron tan importantes que se encuentran en representaciones de numerosos códigos prehispánicos, monumentos, pinturas y cerámicas. Entre las culturas antiguas, el nopal se utilizó en celebraciones religiosas, en el tratamiento de enfermedades e influyó en forma determinante en la fundación de poblaciones, en la actualidad se observa a una especie del género *Opuntia* en nuestro escudo nacional.

México cuenta con 63 especies del subgénero *Opuntia (Platyopuntia)*, llamadas comúnmente nopales, que crecen en casi todos los hábitats, pero principalmente en las planicies áridas del centro y norte del país (Bravo, 1978), región donde se concentra la mayor riqueza de especies silvestres y la mayor superficie cultivada de nopal tunero en el mundo (Pimienta y Muñoz, 1995). Una descripción taxonómica del nopal ofrecida por Torrez (Torrez, 1991) se indica que pertenece a la familia de las cactáceas y al género

Tabla 1.1. Descripción taxonómica del nopal.

| REINO | VEGETAL |
|-------------------|------------------------------|
| Subreino | Embryophyta |
| División | Angiosperma |
| Clase | Dicotiledonea |
| Sub-clase o serie | Dialipétala |
| Familia | Cactáceas |
| Género | Opuntia y Nopalea |
| Subgénero | Cilindropontea Playtyopontea |
| Especie | Vulgaris |
| Orden | Cactales |
| Tribu | Opunteoideas |

Fuente: Torrez 1991.

Opuntia y *nopalea* (Tabla 1.1). Dentro de la familia de las cactáceas, el *Opuntia ficus-indica*, es de interés de estudio en esta tesis, y cuya descripción se abunda más adelante.

1.1.1. Características morfológicas

Los nopales son plantas fanerógamas, angiospermas, dicotiledóneas, perennes, con hábitos que van desde ser rastreras hasta arbustivas, con especies y variedades muy espinosas y otras casi sin espinas. El agua puede representar entre el 50% y el 85% del peso total de la planta, este peso disminuye considerablemente en períodos de sequía.

Una descripción morfológica detallada del nopal se describe a continuación (Borrego y Burgos, 1998):

Raíz: La semilla de la planta del nopal se comporta como cualquier otra dicotiledónea, siendo la raíz la radícula del embrión desarrollada. Al crecer la raíz principal penetra verticalmente de 10 a 20 cm o más y actúa como sostén de la planta junto con las raíces secundarias.

Tallo: Al desarrollarse el talluelo del embrión se forma primero la penca, que crece hasta alcanzar el tamaño de una raqueta pequeña. Sobre los bordes de esta penca nacen uno o varios renuevos que crecerán hasta adquirir la forma y el tamaño de la penca madre y se forma entre ambas una articulación o coyuntura. Con el tiempo las pencas inferiores adquieren un aspecto leñoso, engruesan y acaban por formar un tronco cilíndrico entre 10 y 15 años de edad.

Las espinas representan ramas modificadas, por adaptación de la planta a las condiciones atmosféricas en ocasiones son escasas y pequeñas con coloración amarilla. Existen espinas gruesas y largas, rectas o curvadas, situadas en distintos ángulos con respecto a la superficie de la penca. Ambas clases protegen a la planta de la acción directa de los rayos solares y atenúan los cambios bruscos de temperatura entre el día y la noche (Bravo, 1978).

Flor: Las yemas florales nacen en las areolas del borde superior de las pencas. Comienzan por ser unas carnosidades rudimentarias, con ahuetes y espinillas de sus propias areolas, cada areola de la penca produce solamente una yema floral, por lo que las flores resultan ser solitarias. Las flores sésiles o sentadas. Su cáliz está integrado de numerosos sépalos y

la corola de varios pétalos ovoides soldados a la base. Las flores contienen mucos estambres insertos sobre la superficie del receptáculo y sus filamentos son casi siempre libres y enteramente oblongos; las anteras producen gran cantidad de polen que maduran antes que los óvulos.

Fruto: Es una baya unicolor, polisperma, carnosa, de forma ovoide, esférica. Sus dimensiones pueden variar según la especie desde 4 a 12 cm o más de longitud con un diámetro de 4 a 8 cm. Las coloraciones van desde amarillo, anaranjadas, rojas o púrpura. La parte comestible del fruto, contiene abundante pulpa carnosa y presenta semillas de color variable.

1.1.2. Principales variedades

El género *Opuntia* está formado por los subgéneros *Opuntia cylandropuntia* y *Opuntia playtypuntia*, las cuales se distinguen por las formas de los tallos, el primero en forma cilíndrica y el segundo en forma aplanada.

Al subgénero *playtopuntia* pertenecen los nopales verdaderos cuyos frutos son las tunas de nopal dulce y el Xoconoxtle cuando el sabor es ácido.

Las variedades del nopal verdura que se usan para la producción son: *Opuntia ficus-indica* u *Opuntia ondulara*. Existen variedades de nopal mejoradas dos de ellas son:

- La variedad Copena V1 desarrollada en el Colegio de Postgraduados de la Universidad Autónoma de Chapingo, en los años setenta. Copena V1 tiene como características principales carecer de espinas, presenta un color verde intenso, ser suculenta, de buen sabor y con poca acidez; ésta especie se cultiva en los estados de Hidalgo, México, Guanajuato y Baja California.
- La variedad Copena F1 fue seleccionada como variedad forrajera, sin embargo, por producir una gran cantidad de nopalito sin espina, presentar poco mucílago y un color agradable, ha sido cultivada como nopalito en el estado de México, en Tlaxcala, en Puebla y en Baja California.

Las variedades de nopal utilizadas para el cultivo del nopal verdura destacan: Criolla tipo Italiana, Criolla, Tlacopal y variedades mejoradas. En la tabla 1.2 se mencionan las características así como los estados productores de algunas de las principales variedades del nopal (Pérez, 2001).

Tabla 1.2. Principales variedades del nopal.

| Variedad de nopal | CARACTERÍSTICAS | ESTADO DE DISTRIBUCIÓN |
|---|---|--|
| Nopal Cardón (<i>Opuntia streptacanthare</i> Lemaire) | Corpulento arborescente de 5 m de altura con tronco de más 65 cm de diámetro, ramoso con artículos obovados u orviculares de 25 30 cm de largo y de color verde oscuro, areolas pequeñas y muy cercanas entre sí, espinas numerosas y grandes flores amarillas hasta anaranjadas, fruto muy suculento y con menos semillas de las demás especies. | Zona árida del altiplano: Hidalgo, Querétaro, Guanajuato, San Luis Potosí, Aguascalientes, Zacatecas y hasta el valle de México. |
| Nopal Camueso (<i>Opuntia robusta</i> var. <i>Larreyi</i>) | 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 semiglobulosos de 10 cm de color púrpura cuando está maduro con pocas semillas. | Hidalgo, Querétaro y Zacatecas. |
| Nopal Duraznillo (<i>Opuntia leucotricha</i> De candolle) | La altura varia de 3 a 5 m con una gran copa, sus pencas son de forma ablonga u orbicular, pubescentes con areolas muy juntas, sus flores son muy grandes 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 la madurez. Mide de 4 a 6 cm de largo. | En la altiplanicie; San Luis Potosí, Zacatecas y Durango. Donde alcanza su máxima densidad. Existe también en Guanajuato, Querétaro e Hidalgo. |
| Nopal manso (<i>Opuntia megacantha</i> Salm-Dyck) | Altura de 4 o más metros, erecto y arbóreo, 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 de fruta alcanza grandes volúmenes, siendo una de las más apreciadas. | San Luis Potosí, Aguascalientes, Guanajuato y Zacatecas |
| Nopal de Castilla (<i>Opuntia ficus-indica</i> [Linné] miller) | Planta 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 ligeramente obovados de 30 a 60 cm de largo, color verde opaco, espinas casi ausentes, flores de 6 a 8 cm de largo, fruto ovalado. | En el altiplano mexicano, Estado de México y Puebla. |
| Milpa Alta | Es la variedad más importante en el ámbito nacional por la superficie cultivada y el volumen de su producción que concurre al mercado. Erecto 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. | Milpa Alta, Distrito Federal y Morelos |
| Nopal cuijo (<i>Opuntia lindheimeri</i> Englemann) | No se utiliza como consumo directo, ni como forraje, debido a que es reducido de tamaño, se consume el fruto aunque es pequeño de color rojo purpúreo y sabor dulce. | Durango, Zacatecas, Aguascalientes, Chihuahua, Coahuila, Tamaulipas y Nuevo León. |
| Nopal crinado (<i>Opuntia pilifera</i> Weber) | Planta arborescente, alcanza hasta 5 m de altura, con tronco bien definido, grueso y leñoso. Fruto rojo, de 4 a 5 cm de largo, jugoso. Es utilizado para el consumo directo, así como sus partes vegetativas en alimentación del ganado. | Puebla y Oaxaca. |
| Nopal tapón (<i>Opuntia duranguensis</i> Britton y Rose) | Es postrado y de ramas espaciadas, Altura de 1 a 1.5 m, sus artículos son gruesos, de 30 a 45 cm de largo por 28 a 40 cm de ancho, de color ceniza, areolas no muy juntas y de forma orbicular, provista de 3 a 4 cm, de color carmín con pulpa rojiza y sabor agradable. | Región central de México |

1.1.3. Composición química

El nopal contiene un alto porcentaje de humedad e hidratos de carbono que permiten la formación del mucílago y de los componentes inorgánicos existentes (P, Ca, Fe) son útiles en la alimentación y hoy en día tiene gran comercio e importancia económica. Las proporciones de la composición en el nopal se muestran en la Tabla 1.3.

Tabla 1.3. Valor Nutricio del nopal (100 g de nopal en BH).

| COMPONENTE | CONTENIDO |
|-------------------------------|------------------|
| Energía (kcal) | 27-37 |
| Humedad (%) | 90.5 |
| Proteínas (g) | 1.1-1.7 |
| Extracto Etéreo (g) | 0.4 |
| Hidratos de Carbono(g) | 5.6-8.8 |
| Cenizas | 0.9 |
| Calcio (mg) | 93-110 |
| Fósforo (mg) | 20 |
| Hierro (mg) | 0.5 |
| Vitamina A (µg eq) | 41.50 |
| Tiamina (mg) | 0.04 |
| Riboflavina (mg) | 0.04 |
| Niacina (mg) | 0.2 |
| Ácido ascórbico (mg) | 19 |

FUENTE: Hernández M., Chávez A., y Bourges H. 1980. INNSZ.

1.1.4. Usos del nopal

El nopal al ser industrializado 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 (flores, canastas, bases para lámparas adornos de centros de mesas, servilleteros entre otros). Se elaboran en algunas zonas de Hidalgo y Querétaro.
- b) Cosméticos: Con base en ciertos atributos del nopal y aprovechamiento una marcada tendencia de la sociedad moderna a mantener características de juventud

y de retomar lo natural, han surgido algunas empresas que fabrican jabones, cremas humectantes, shampoo, acondicionador, y otros cosméticos incluyendo el nopal dentro de sus formulaciones. Estos productos, por ser supuestamente de origen natural, buscan su aceptación en el mercado, que resulta altamente competitivo.

- c) Medicinales: Han surgido diversas empresas que a nivel industrial han desarrollado productos a base de nopal, con fines medicinales o complementos alimenticios. A juicio de algunos médicos especialistas en el ramo, el efecto de muchos productos no es tan potente, en virtud de que los métodos de su elaboración no son los más adecuados y tienden a destruir 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 principio activo requerido que su influencia disminuye. No está 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 mucílagos, celulosa, colorantes, aceite comestible de la semilla y azúcares que se emplean para la producción de proteína unicelular, alcohol y aguardiente.
- e) Productos de la industrialización tradicional: El más importante de estos productos es el queso de tuna, el cual se elaboran con la tuna cardona (*Opuntia 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 adornadas con nueces. Así como también la tortilla de nopal.
- f) Productos de la industria alimentaria tecnificada: Actualmente existen empresas que procesan nopalitos principalmente con fines de exportación, mientras que la demanda nacional lo prefiere fresco. Los principales productos que se obtienen de los nopalitos son los nopalitos en salmuera y en escabeche, salsa de nopal y nopales confitados, siendo los más importantes nopalitos en salmuera.
- g) Pinturas: El mucílago del nopal que 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 (Nava, 2002).

1.1.5. Producción del nopal

Los nopales son importantes a nivel mundial debido al uso y/o explotación industrial que ha dado, éstos crecen en condiciones de temperaturas extremas, usualmente en zonas desérticas en el mundo. México, entre otros países (Tabla 1.4), tiene un lugar importante principalmente en la producción de verdura, fruto y de nopaleras silvestres.

Tabla 1.4. Superficies de nopal por país y tipo de uso (ha).

| PAÍS | VERDURA (NOPALITO) | FRUTA (TUNA) | COLORANTE (COCHINILLA) | FORRAJE (PENCAS) | NOPALERAS CULTIVADAS | NOPALERAS SILVESTRES |
|--|-----------------------|-----------------|---------------------------|---------------------|-------------------------|-------------------------|
| México | 10,500 | 67,000 | 10 | 150,000 | 227,510 | 3,000,000 |
| EE.UU. | 200 | 250 | --- | 10,000 | 10,450 | 500,000 |
| Colombia | --- | 500 | --- | --- | 500 | --- |
| Brasil | --- | --- | --- | 500,000 | 500,000 | --- |
| Perú | --- | --- | 70,000 | --- | 70,000 | --- |
| Bolivia | --- | --- | 1,000 | --- | 1,000 | --- |
| Chile | --- | 1,000 | 500 | 2,000 | 3,500 | --- |
| Argentina | --- | 1,000 | 50 | 10,000 | 11,050 | --- |
| Italia | --- | 2,500 | --- | --- | 2,500 | --- |
| Israel | --- | 300 | --- | --- | 300 | --- |
| España (Islas Canarias) | --- | --- | 300 | --- | 300 | --- |
| Norte de África: Marruecos, Argelia, Libia, Túnez, Egipto | --- | 20,000 | --- | 250,000 | 270,000 | --- |
| Sudáfrica | --- | 4,500 | 100 | 350,000 | 354,600 | --- |
| Otros países: Namibia, Mozambique | --- | --- | --- | 100,000 | 100,000 | --- |
| TOTAL | 10,700 | 97,050 | 71,960 | 1,372,000 | 1,551,710 | 3,500,000 |

Fuente: X Congreso Nacional y VIII Congreso Internacional del Nopal y Otras cactáceas de Valor Económico, Chapingo, 2004.

A nivel mundial, la superficie mayor la ocupa el nopal para forraje, enseguida el fruto del nopal (tuna), seguido de la producción de la grana cochinilla y por último se ubica la verdura (nopalito).

1.1.5.1. Producción en México

El nopal en México es un cultivo importante y no solo se utiliza el nopal como verdura, sino que éste se cosecha para otros usos como son: Tuna, forraje, cría de la grana cochinilla y el silvestre siendo este último el de mayor superficie sembrada seguido por el de forraje, tunero y verdura.

El nopalito (verdura) con 10,500 ha y 577,075 toneladas, ocupa dentro de las hortalizas el 14° lugar por superficie y el 7° en producción, después del tomate rojo, papa, chile verde, cebolla, sandía y tomate verde, esto fue hasta agosto del 2004.

El nopal para forraje permite que el ganado no se muera en los años secos del norte de México, además de ser la mejor manera de incrementar la capacidad de carga, plantando nopal en los agostaderos, lo cual es una plantación segura, porque el nopal si se planta y se paran las lluvias 2 o 3 meses, cuando llueve brota; en cambio si se planta mezquite, güizache, guaje, guajillo u otro arbusto forrajero y se detienen las lluvias 2 o 3 semanas, podemos perder todas las plántulas.

El Servicio de información y Estadística Agroalimentaria y Pesquera (SIAP) en su avance de siembras y cosechas para el 2005 en el apartado del grupo perennes 2005 presenta la situación hasta el 30 de septiembre del 2005 de la producción de nopalitos, cuyos datos se muestran en la Tabla 1.5.

Tabla 1.5. Avance de siembras y cosechas perennes 2005. Total: Riego + Temporal.

| DELEGACIÓN | SUPERFICIE (ha) | | | PRODUCCIÓN (ton) | | RENDIMIENTO (ton/ha) | |
|--------------------------------------|-----------------|-------------|--------------|------------------|----------------|----------------------|---------------|
| | SEMBRADA | SINIESTRADA | COSECHADA | ESTIMADA | OBTENIDA | ESTIMADO | OBTENIDO |
| AGUASCALIENTES | 245 | 0 | 0 | 9,495 | 0 | 38,756 | |
| BAJA CALIFORNIA | 384 | 0 | 196 | 13,359 | 2,579 | 34.834 | 13.158 |
| BAJA CALIFORNIA SUR | 62 | 0 | 15 | 267 | 116 | 4.289 | 8.000 |
| CAMPECHE | | | | | | | |
| CHIAPAS | | | | | | | |
| CHIHUAHUA | 36 | 0 | 0 | 38 | 0 | 1.059 | |
| COAHUILA | | | | | | | |
| COLIMA | 9 | 0 | 9 | 143 | 63 | 16.765 | 7.412 |
| DISTRITO FEDERAL | 4,336 | 0 | 4,336 | 317,999 | 207,954 | 733.339 | 47.960 |
| DURANGO | 8 | 0 | 8 | 400 | 400 | 50.000 | 50.000 |
| GUANAJUATO | 177 | 0 | 170 | 3,671 | 2,505 | 20.750 | 14.744 |
| GUERRERO | 16 | 0 | 9 | 345 | 124 | 22.258 | 14.624 |
| HIDALGO | 42 | 0 | 5 | 3,564 | 62 | 84.857 | 12.300 |
| JALISCO | 474 | 1 | 470 | 6,655 | 6,421 | 14.070 | 13.662 |
| MÉXICO | 647 | 0 | 605 | 118,647 | 82,001 | 183.451 | 135.594 |
| MICHOACÁN | 286 | 1 | 172 | 7,541 | 4,589 | 26.460 | 26.680 |
| MORELOS | 2,518 | 0 | 2,373 | 290,930 | 272,539 | 115.540 | 114.840 |
| NAYARIT | 67 | 0 | 67 | 539 | 512 | 8.007 | 7.606 |
| NUEVO LEÓN | | | | | | | |
| OAXACA | 32 | | 32 | 960 | 880 | 30.000 | 27.500 |
| PUEBLA | 100 | 0 | 42 | 7,230 | 2,871 | 72.300 | 68.357 |
| QUERETARO | 25 | 0 | 25 | 393 | 240 | 15.736 | 9.586 |
| QUINTANA ROO | 4 | 0 | 4 | 96 | 61 | 24.000 | 15.250 |
| REGIÓN LAGUNERA | 35 | 0 | 0 | 290 | 0 | 8.271 | |
| SAN LUIS POTOSÍ | 388 | 0 | 388 | 1,162 | 924 | 2.995 | 2.382 |
| SINALOA | 8 | 0 | 1 | 116 | 3 | 14.438 | 2.500 |
| SONORA | 50 | 0 | 37 | 433 | 228 | 8.660 | 6.162 |
| TABASCO | | | | | | | |
| TAMAULIPAS | 584 | 0 | 464 | 3,819 | 2,870 | 6.534 | 6.179 |
| TLAXCALA | 1 | 0 | 1 | 8 | 4 | 15.000 | 7.000 |
| VERACRUZ | 26 | 0 | 0 | 264 | 0 | 10.154 | |
| YUCATÁN | 5 | 0 | 1 | 250 | 10 | 50.000 | 10.000 |
| ZACATECAS | 366 | 0 | 139 | 7,380 | 1,609 | 20.151 | 11.558 |
| TOTAL | 10,929 | 2 | 9,568 | 795,991 | 589,563 | 72.844 | 61.619 |
| COMARCA LAG. DGO. COMARCA LAG. COAH. | 35 | 0 | 0 | 290 | 0 | 8.271 | |

FUENTE: Servicio de información y estadística agroalimentaria y pesquera (SIAP), con información de las delegaciones de la SAGARPA en los estados.

En México el estado con mayor producción es el Distrito Federal, seguido por el Estado de Morelos, de ahí la gran relevancia de que este vegetal ya que es ampliamente consumido aunque existan zonas que no la produzcan como los estados de Campeche, Chiapas, Coahuila, Nuevo León, y Tabasco, en esos estados el consumo de nopal es amplio.

1.2. CONTENIDO DE SÓLIDOS PRESENTES EN ALIMENTOS

Dado que en las plantas como el nopal, integran ciertos minerales de manera natural durante su crecimiento éstos son de diferentes tipos de acuerdo con el tipo de suelo en donde crecen. Definiremos a los minerales como todo aquel sólido homogéneo con una composición química definida (aunque no necesariamente fija), que tiene una estructura cristalina determinada, estable para unas condiciones termodinámicas definidas, y además formado normalmente por un proceso inorgánico. (Calderón, 2000).

Entonces ya que existen sólidos de manera natural en los alimentos, a los cuales se les denomina minerales, éstos son portadores de información relativa a procesos de tratamiento y de conservación que han sufrido los mismos. Aunque la cantidad de los minerales encontrados y extraídos en los alimentos es muy escaso. Al conjunto de minerales encontrados en los alimentos lo denominaremos poliminerales.

Los poliminerales son muy importantes porque son los portadores de información en dosimetría, luminiscencia y distintas espectroscopias y nos permite identificar alimentos irradiados. Gracias a la propiedad de luminiscencia que pueden presentar al ser irradiados, esto es debido a la formación de daños o defectos en la red cristalina del polimineral y la energía que incide en las muestras puede ser almacenada por largos periodos de tiempo. Así, los poliminerales en distintas muestras son de gran interés y en numerosos trabajos de investigación se han logrado las identificaciones de los tipos de minerales presentes así como su concentración, en hierbas y especias se han presentado minerales comunes tales como el cuarzo, calcita, feldespatos cálcicos (plagioclasa), feldespatos (potásicos y sódicos), arcilla y yeso. Sin embargo, dada la naturaleza del origen y composición de los alimentos, los minerales en ellos pueden variar en composición y abundancia relativas dependiendo de tipo de suelo y el propio metabolismo de las plantas o vegetales.

1.3. CLASIFICACIÓN DE LOS MINERALES

Los minerales se clasifican de acuerdo a criterios químicos-estructurales ya que se establecen distintas clases en función del anión o aniones predominantes en una estructura (Calderón, 2000).

a) Silicatos. Están representados por la combinación del silicio con átomos de oxígeno para formar unidades de tetraedros de SiO_2 solos o combinados entre sí. Los silicatos vienen siendo clasificados de acuerdo al tipo o unidad estructural que forman las unidades tetraédricas de $(\text{SiO}_4)^{4-}$. La Tabla 1.6 muestra de manera resumida la clasificación. Es el grupo de minerales más abundante en la corteza terrestre.

Tabla 1.6. Clasificación general de silicatos.

| Tipo de unidad presente | Clasificación | Mineral representativo |
|--|----------------|---|
| Tetraedros aislados | Nesosilicatos | Olivino |
| Tetraedros dobles | Sorosilicatos | Epidota |
| Tetraedros en ciclos (3, 4 o 6) | Ciclosilicatos | Berilo, turmalinas |
| Cadenas simples | Ionosilicatos | Piroxenos |
| Cadenas dobles | | Anfíboles |
| Planos de tetraedros | Filosilicatos | Micas |
| Tetraedros tridimensionales | Tectosilicatos | Cuarzo Plagioclasas (feldespatos Ca-Na) Feldespatos potásicos |

I. **Los feldespatos:** Son los silicatos más abundantes en la corteza terrestre, de la que constituyen casi el 60%. En su gran mayoría se encuentran en rocas eruptivas, algunas en rocas metamórficas y solamente en una pequeña parte en areniscas y conglomerados. Están formados siempre por tetraedros de dos tipos $[\text{SiO}_4]^{4-}$ y $[\text{AlO}_4]^{5-}$, unidos unos con otros por medio de todos sus oxígenos activos en forma de andamiajes tridimensionales indefinidos (Díaz, 1976).

Para una mejor comprensión del conjunto de los minerales que se incluyen bajo el nombre de los feldespatos, se expone el siguiente diagrama sinóptico, en el que entra en juego los cuatro tipos de compuestos ortosa, albita y anortita (Figura 1.1).

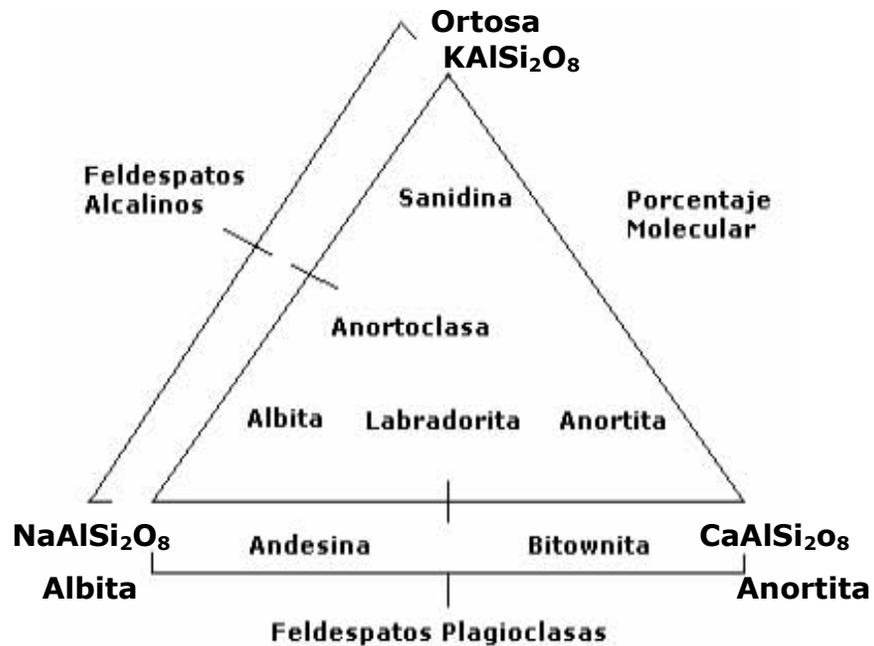


Figura 1.1. Esquema representativo de la conformación de los feldespatos dependiendo de su composición. La fórmula general del feldespato es $Na_{1-x}Ca_x(Si_{3-x}Al_{1+x})O_8$ con $0 < x < 1$.

- II. **Anortoclasa ($(Na, K)AlSi_3O_8$):** Este mineral, perteneciente a la serie de los feldespatos alcalinos, se da en forma de cristales prismáticos o tabulares cortos, comúnmente con maclas. Se encuentran ejemplares masivos, lamelares, granulares o criptocristalinos. Es amarillenta, incolora, rojiza, blanca, gris o verdosa. Tiene una raya blanca y es de transparente a translúcida con un brillo vítreo. *Formación:* Principalmente se forma en rocas volcánicas ígneas. *Identificación:* Es insoluble en ácidos (Pellant, 1993).
- III. **Cuarzo (SiO_2):** El cuarzo es de los minerales más comunes, se da en forma de prismas hexagonales terminados con formas romboédricas o piramidales. A menudo las caras de cuarzo están estiradas y los cristales están maclados y distorsionados. También se encuentran con hábitos masivo, granular, concrecional, estalactítico y criptocristalino. La coloración es asombrosamente variada de modo que el cuarzo puede ser blanco, gris, rojo púrpura rosa, amarillo, verde, pardo y negro así como incoloro. También es de origen de una gran variedad de gemas semipreciosas. El cuarzo es un mineral de transparente a translúcido, y tiene brillo vítreo en las superficies

frescas. *Formación*: En rocas ígneas, metamórficas y sedimentarias y se puede encontrar en filones minerales con menas metálicas. Para *Identificación*: Es insoluble, excepto con el ácido fluorhídrico (Pellant, 1993).

- b) Elementos nativos.** Representan un conjunto de elementos metálicos y no metálicos que pueden presentarse en la naturaleza como tales. Su estructura está formada solamente por una clase de átomos. Por ejemplo, el oro (Au), la plata (Ag).
- c) Sulfuros.** Son todas aquellas combinaciones de aniones del azufre(S), arsénico (As), antimonio (Sb) y telurio (Te), con varios cationes (Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mo, Ag, Cd, Sn, Pt, Au, Hg, Pb, Bi). Por ejemplo, galena (PbS); pirita (FeS₂).
- d) Haluros.** Están formados por la combinación de cloro (Cl), flúor (F) y yodo (I), con varios cationes, con enlace típicamente iónico. Por ejemplo, halita (NaCl); fluorita (CaF₂).
- e) Óxidos.** Minerales formados por la combinación del oxígeno con varios cationes. Ejemplo; periclase (MgO); corindón (Al₂O₃).
- f) Hidróxidos.** Grupo hidroxilo (OH) combinados con varios cationes. Ejemplo: gibosita (Al(OH)₃).
- g) Carbonatos y nitratos.** Los carbonatos comprenden un total de 69 minerales, en los cuales los grupos moleculares aniónicos CO₃²⁻ están mantenidos juntos por medio de cationes intermedios. Los correspondientes nitratos son químicamente y estructuralmente muy parecidos a los carbonatos. Ejemplo: calcita (CaCO₃); mangesita (MgCO₃).
- h) Boratos.** Grupo aniónicos BO_x combinados con varios cationes. Ejemplo: bórax Na₂B₄O₇(OH)₄ 10H₂O.
- i) Sulfatos.** Grupos aniónicos SO_x combinados con varios cationes. Ejemplo: anhidrita (CaSO₄).
- j) Cromatos, tungstenatos y molibdatos.** Grupos aniónicos CrO_x, WO_x, MoO_x, combinados con varios cationes. Ejemplo: schelita (CaWO₄).
- k) Fosfatos, arseniados y vanadatos.** Representan un grupo de 240 especies minerales, pero de presencia limitada. Están caracterizados por la presencia de grupos aniónicos PO_x (fosfatos), ASO_x (arseniados) y VO_x (vanadatos) combinados con varios cationes. Ejemplo: monacita (CePO₄); apatita [Ca₅(PO₄)₃ (F, Cl, OH)].

1.3.1. Biominerales

La formación de los biominerales ocurre en la biosfera y en mayor cantidad en los océanos, donde la química revela importantes componentes en sedimentos y rocas marinas. Ejemplos de biominerales son los huesos y dientes, cáscara de huevos de aves y conchas de diferentes moluscos. Las propiedades mecánicas que alcanzan estas estructuras son notables debidas principalmente a sus arreglos moleculares.

El interés creciente de los biominerales se remonta a los años 30 con la aparición de la difracción de rayos X como herramienta de estudio aunque a partir de 1895 existen antecedentes acerca de ellos. El desarrollo de la microscopía como una especialidad influyó notablemente en el análisis e identificación de una gran cantidad de tipos de minerales biológicos. En este sentido los microscopios de transmisión electrónica han sido de gran utilidad ya que los minerales a analizar en general son de tamaños no despreciables. En cuanto a la estructura se sabe que alrededor de un 80% de los biominerales son cristalinos y un 20% son amorfos. Por otra parte el calcio constituye cerca del 50% de todo el biomineral conocido. Un 25% se atribuye a fosfatos. Además el grupo hidroxilo está presente en un 60%.

La distribución de biominerales entre los 5 reinos muestra que 37 son formados por animales, 10 por protistas, 24 por bacterias y algas verde azuladas, 11 por plantas vasculares y 10 por hongos.

En general, los procesos de mineralización son controlados por organismos que tienden a tener macromoléculas asociadas. Estas últimas son responsables de importantes funciones como es la formación de tejidos y su contribución a las propiedades biomecánicas del producto generado. La información en los libros de bioquímica referida a formación de tejidos mineralizados se restringe a carbonato y fosfato. Sin embargo, en detalle se conoce solo de algunas estructuras, entre ellas los esqueletos de equinodermos y las conchas de algunos moluscos.

Los biominerales que muchas veces son cristales, pero no como los cristales que los químicos y geólogos estudian ya que estos poseen estructuras simétricas y ángulos precisos definidos para las fases cristalinas. La biomineralización cambia este esquema por estructuras que dependen de formas funcionales de biología. Muchas veces las estructuras se asemejan a minerales amorfos.

Tabla 1.7. Principales biominerales compuestos por estructuras inorgánicas y biológicas se presenta a continuación.

| BIOMINERAL | | Ocurrencia | Ejemplos | |
|------------|---------------------|--|------------------|---|
| Metal | Sal | | Nombre | Fórmula |
| Calcio | Carbonatos | Muchas especies | Calcita | CaCO ₃ |
| | Oxalatos | Especialmente en plantas | whewellita | CaC ₂ O ₄ H ₂ O |
| | Fosfatos | Muchas especies | weddellita | CaC ₂ O ₄ 2H ₂ O |
| | Sulfatos | Raramente | Apatita | Ca ₅ (OH)(PO ₄) ₃ |
| Estroncio | Sulfato | Especialmente en <u>acantaria</u> | Celestita | SrSO ₄ |
| Bario | Sulfato | Especies unicelulares y algunas plantas | Baritas | BaSO ₄ |
| Hierro | Óxidos y Hidróxidos | Muchas especies | Magnetita | Fe ₃ O ₄ |
| | | | Óxidos de Hierro | FeO(OH) |
| Silicio | Óxidos y Hidróxidos | Muchas especies unicelulares y algunas plantas | Silica | SiO ₂ |
| Aluminio | Óxidos | Raramente (algunos árboles) | --- | --- |

Algunos de los biominerales se muestran en la Tabla 1.7. En la cual se presenta la parte inorgánica (metálica), así como la parte orgánica (sal), y en donde están presentes estos biominerales y algunos ejemplos encontrados.

En el caso particular, la whewellita y la weddellita son oxalatos cálcicos, en la estructura de estos compuestos, los iones calcio poseen un índice de coordinación de ocho la estructura cristalina de la weddellita (oxalato cálcico dihidratado) contiene dos moléculas de agua de cristalización, mientras la whewellita contiene una molécula de agua (oxalato cálcico monohidratado), además en este se encuentra también agua zeolítica en proporciones de hasta 0.5 moles por átomo gramo de calcio. Los oxalatos (whewellita y weddellita) son los componentes más frecuentes en los cálculos urinarios su incidencia va progresivamente aumentando en los países occidentales probablemente debido principalmente al tipo de la dieta y líquidos que se ingieren (Soto, 2003).

1.4. PROCESO DE IRRADIACIÓN EN ALIMENTOS

La radiación es una emisión de energía de tipo electromagnética y puede provenir de la excitación del núcleo de los átomos o bien de las capas exteriores del átomo. Esta radiación puede propagarse en el medio haciendo una interacción con la materia en general. Dado que cada tipo de radiación como los rayos X, rayos gamma, partículas alfas o betas, dada su alta energía y pequeñas longitudes de onda de propagación son capaces

de liberar electrones o ionizar, y éstos a su vez y dependiendo del medio de interacción se formarán iones o radicales libres (Draganič and Draganič, 1971) que pueden agregarse y formar nuevos compuestos, principalmente en un medio acuoso. En este estado de radical libre, los átomos son muy reactivos y se combinan con otros radicales libres u otras sustancias. Así la radiación ionizante es muy eficiente para inducir cambios en la materia, en particular los microorganismos en alimentos pueden ser eliminados y a su vez los minerales pueden absorber parte de la energía que posee la radiación.

1.4.1. Unidades y términos de radiación utilizados

En la materia, la **dosis absorbida** de cualquier radiación es la cantidad de energía que la radiación ionizante imparte al alimento. El Sistema Internacional de Unidades ha definido y aceptado el término gray (Gy), que se refiere a la dosis absorbida. Un gray se define en términos de energía como la dosis de un joule por kilogramo ($1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/Kg}$) en el material que absorbe la energía impartida. Anteriormente se utilizaba el rad que es la cantidad de radiación de 100 ergios de energía absorbida por gramo de material irradiado ($1 \text{ rad} = 100 \text{ erg/g}$). La relación entre rad y gray es (Martin and Harbison, 1979):

$$1 \text{ Gy} = 100 \text{ rad}$$

La razón de dosis absorbida (D) es el cambio de la dosis absorbida o la rapidez de dosis, por unidad de tiempo, es decir $D = dD/dt$ en unidades de Gy/s.

1.4.2. Fuente de irradiación

Para la irradiación de alimentos se emplean comúnmente dos tipos de radiación ionizante: La radiación gamma, proveniente del ^{60}Co y los electrones. En el caso de los electrones los aceleradores que se emplean deben ser de energías menores a 10 MeV, mientras que con rayos X la energía de estos no debe pasar de 5 MeV. Cuando se emplean fotones o radiación gamma proveniente del ^{60}Co , estos fotones tiene energías de 1.332 y 1.173 MeV que son útiles para la irradiación de alimentos en la industria. Se entiende por radiación ionizante todas aquellos fotones o partículas que están cargadas positiva o negativamente

que son de alta energía capaces de ionizar a los átomos y moléculas con los que interactúan.

Los fotones interactúan con la materia causando al menos tres fenómenos principales: 1) Efecto fotoeléctrico, 2) Efecto Compton y 3) Producción de pares. En el primer efecto, consiste en la emisión de fotoelectrones de un material bajo radiación. Durante el proceso la totalidad de energía $h\nu$ del fotón incidente es cedida a un electrón de las capas internas de un átomo, haciendo que este salga con cierta velocidad. La energía de los fotones es $h\nu$ y cuanto mayor es la frecuencia mayor es la energía, ya que la frecuencia es un parámetro importante para definir la energía de los electrones (Stollberg, *et al*, 1991). Entonces el fotón incidente debe tener una mayor energía que la del enlace electrón-núcleo, ya que solo de esa forma el electrón puede desligarse del potencial coulombiano que lo une al núcleo.

El efecto fotoeléctrico predomina en la interacción para fotones de energía relativamente baja (menores de 0.1 – 0.08 MeV) (Draganič and Draganič, 1971), así como también con materiales de número atómico Z alto, esto es por la existencia de una cantidad mayor de electrones en éstos átomos.

En el caso del efecto Compton se puede representar en la Figura. 1.2, donde un choque entre un fotón incidente y el electrón (que se considera inicialmente en reposo), El fotón dispersa fuera de su dirección original formando un ángulo θ con respecto a su dirección original, éste cede parte de su energía al electrón, el cual adquiere un momentum y se pone en movimiento. Se puede considerar que la energía que gana el electrón es la que pierde el fotón.

Una disminución en la frecuencia significa que el contenido de energía de las ondas emergentes eran menor que la energía de los rayos incidentes.

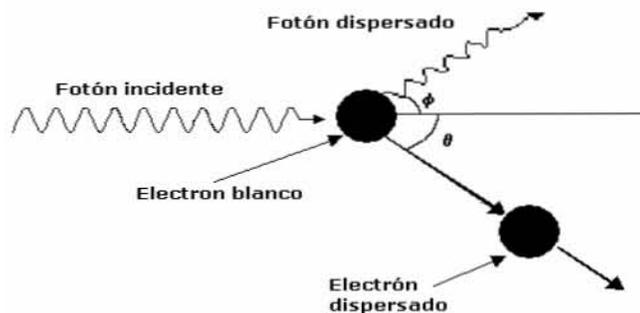


Figura 1.2. Efecto Compton.

Observando las interacciones entre fotones y electrones Arthur Holly Compton en 1922 encontró que los fotones se comportan como partículas, excepto en lo que respecta a la ausencia de masa en reposo (Murphy, et al, 1981).

El efecto Compton se produce desde 0.1 hasta 10 MeV para los fotones gamma por átomos referidos al agua.

La producción de pares es simplemente donde un fotón se convierte en dos partículas un electrón y un positrón mediante la aniquilación del fotón, Figura 1.3, que se curvan en direcciones contrarias.

Para que en este efecto se conserven la energía y el momentum, esto debe ocurrir en las cercanías del núcleo atómico. Se produce de 5 a 100 MeV en medio acuoso.

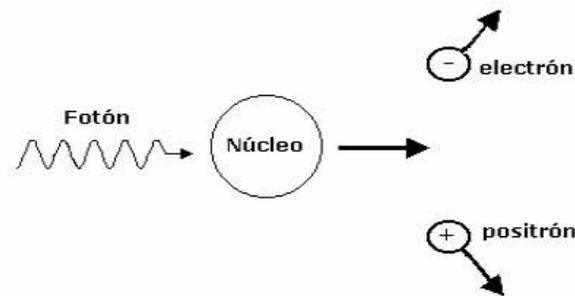


Figura 1.3. Producción de pares.

En la Figura 1.4 se pueden observar las regiones donde predominan los efectos mencionados anteriormente (Lehmann, 1977).

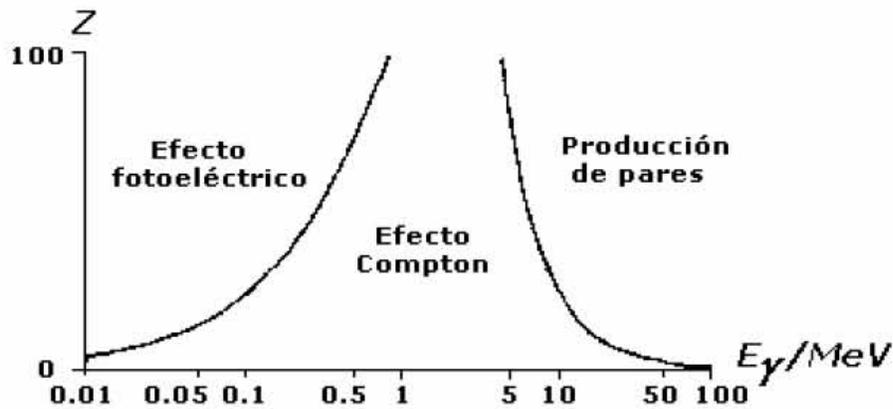


Figura 1.4. Regiones dominantes de los efectos en colisión entre partículas gamma de energía y átomos con cambio de número Z.

1.4.3. Dosimetría

Para cuantificar la dosis ante la radiación, se requiere realizar una dosimetría. La más recomendable para los alimentos, es emplear un medio detector de la dosis, lo que se conoce como dosímetro. Existen diferentes tipos de dosímetros que se basan en cambio físicos o químicos debido al paso de la radiación a través de él (Figura 1.5). Es muy común que se utilice la dosimetría química para la determinación de las dosis de interés.

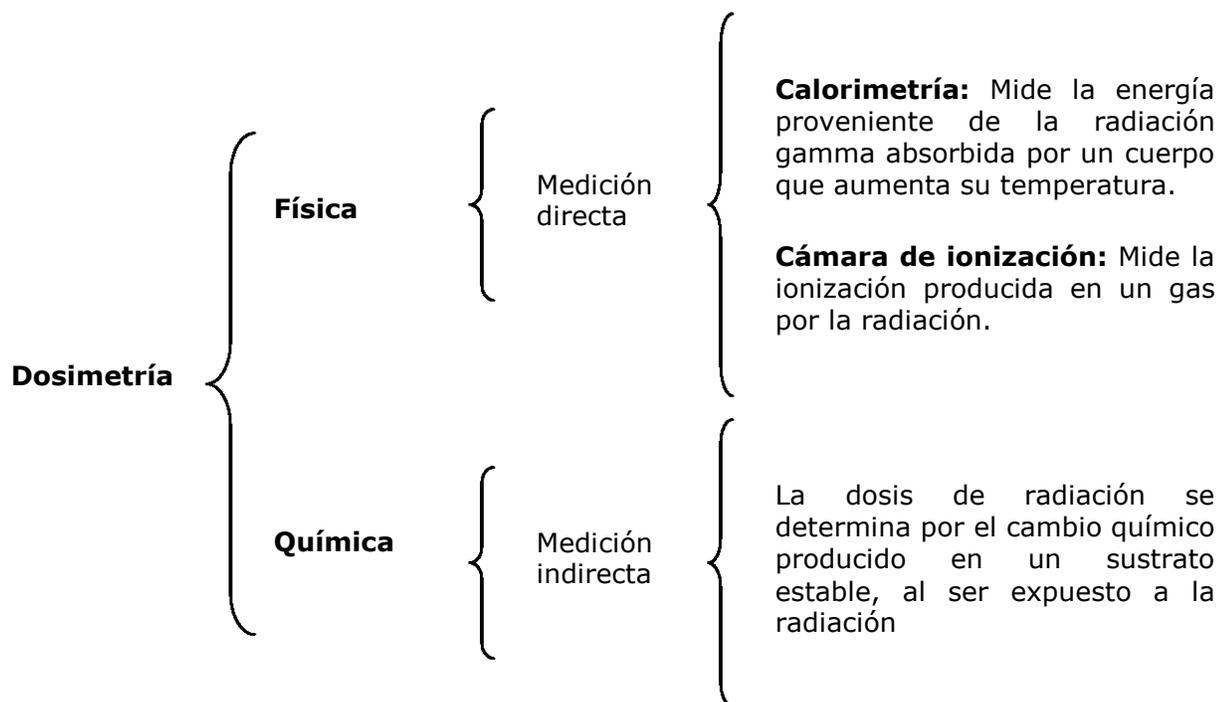


Figura 1.5. Tipos de dosímetros usados para cuantificar la dosis ante la irradiación.

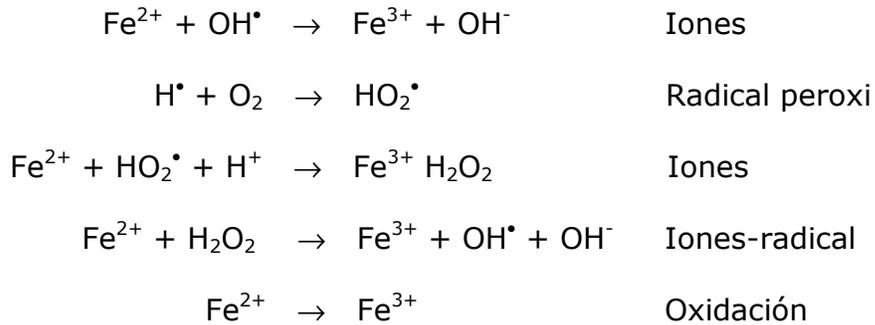
La dosimetría química se basa en la determinación de la dosis por medio de los cambios químicos producidos por la radiación en un sustrato estable, un dosímetro. Debe de cuantificar la energía absorbida en forma proporcional, a la dosis de radiación. Para el cálculo de la dosis se requiere conocer el rendimiento químico de la radiación en la solución. Usualmente el llamado rendimiento químico $G(P)$ se define como el número de moléculas de una especie transformadas o producidas por la radiación al interactuar con la solución por cada 100 eV de energía absorbida (Draganič and Draganič, 1971).

Un dosímetro químico usual es la solución de Fricke que él propuso este dosímetro químico para rayos X en 1929. La reacción fundamental en este dosímetro es la oxidación de una

solución ácida de sulfato ferroso (iones ferrosos (Fe^{2+})) a una sal férrica (iones férricos (Fe^{3+})) a bajo pH en la presencia de oxígeno.

La preparación de la solución del dosímetro es como sigue: 0.4M de H_2SO_4 y 2×10^{-3} M de Fe^{2+} , agregando 1×10^{-3} M de NaCl para eliminar los efectos de cualquier impureza orgánica en la solución con agua tridestilada.

El mecanismo de reacción es el siguiente:



y el rendimiento radioquímico para los iones oxidados es (Attix y Roesch, 1966):

$$G(\text{Fe}^{3+}) = G_{\text{OH}^\bullet} + 3 G_{\text{H}^\bullet} + 2 G_{\text{H}_2\text{O}_2}$$

El valor $G(\text{Fe}^{3+})$ se obtiene a partir de los valores G de formación del OH, H y H_2O_2 . El valor del rendimiento $G(\text{P})$ puede variar dependiendo de las condiciones ambientales (temperatura y presencia de oxígeno) de la solución de Fricke, en el caso de la solución en presencia de oxígeno (tubos de ensaye abiertos) y a 25°C el valor de $G(\text{Fe}^{3+})$ es 1.62×10^{-6} mol/J (McLaughlin et al, 1989; ASTM 1984). La dosis puede determinarse usando el valor G mediante la siguiente relación:

$$D_D = \frac{0.965 \times 10^7 (DO_i - DO_f) \text{ Gy}}{\epsilon \rho G(\text{Fe}^{3+})}$$

Donde : **DO_i** es la densidad óptica inicialmente al dosímetro.

DO_f es la densidad óptica final del dosímetro.

ϵ es el coeficiente de extinción molar para iones férricos a la longitud de onda máxima de absorción.

D es la trayectoria óptica del haz de luz analizador.

ρ es la densidad del dosímetro.

Para medir la formación de iones férricos es por medio del análisis espectrofotométrico, comparando la absorbancia de la solución dosimétrica irradiada y la no irradiada (DO_i DO_f), en la longitud de onda en la que los iones férrico tienen un máximo de absorbancia (304 nm). El intervalo del dosímetro es de 20-400 Gy, en este intervalo el cambio químico es proporcional a la dosis absorbida (FAO/IAEA Report 114, 1970; ASTM 1984; McLaughlin et al, 1989).

1.4.4. Irradiación de alimentos y normatividad

La irradiación de alimentos consiste básicamente en la exposición de éstos a la radiación ionizante proveniente de una fuente de radiación en un tiempo determinado a la dosis permitida para tal efecto; constituye una alternativa para reducir las cargas bacterianas y eliminar microorganismos patógenos que ponen en peligro la salud del hombre o bien que llevan al deterioro de los mismos (NOM-033-SSA1-1993). Aunque esta norma ha sido cancelada en 2004, se está analizando para una nueva publicación de la misma pero en el ámbito de fitosanidad de la SAGARPA.

En resumen, la irradiación de alimentos es un método eficaz de conservación que ofrece dos cualidades básicas: alargar la vida media del producto y aumentar la calidad higiénica sanitaria del mismo.

La irradiación tiene ventajas sobre otros métodos de conservación pues los alimentos y materias primas se conservan por más tiempo en condiciones de almacenamiento adecuadas esto es debido a que los microorganismos presentes en los alimentos o materias primas son inactivados con la radiación, se controla el proceso de maduración al inhibir brotes en frutos y vegetales Tabla 1.8, no se producen residuos tóxicos en los alimentos, conservan su valor nutrimental, conservan su calidad sensorial y hay pocos o ningún cambio fisicoquímico (Calderón, 2002).

Tabla 1.8. Efecto de la irradiación de acuerdo a las dosis absorbidas.

| NOMBRE | EFEECTO | DOSIS REQUERIDA (kGy) |
|------------------------|--|------------------------------|
| Radapertización | Esterilización. | 25-55 |
| Radurización | Pasteurización. | 2-8 |
| Radacidación | Reducción de la población microbiana o reducción de patógenos. | 0.4-10 |
| | Inhibición de la germinación de brotes y tubérculos. | 0.04-0.10 |
| | Desinfección. | 1-3 |
| | Destrucción de virus. | 20 |
| | Inactivación de la actividad enzimática. | 60 |

En México se ha adoptando el proceso por radiación paulatinamente desde 1984, aunque las investigaciones en alimentos se iniciaron desde 1967 con el primer irradiador autoblandado Gammacell-200 en el Laboratorio Nuclear (Instituto de Ciencias Nucleares) de la UNAM. Las dosis permitidas en el proceso de irradiación de alimentos en México corresponde a 0.05 kGy como dosis mínima, mientras que la dosis máxima permitida es de 10 kGy, de acuerdo a la norma ya mencionada así como en el Codex Alimentarius (CODEX STAN 106-1983). En general, para los alimentos deshidratados como especias, condimentos, o vegetales, el intervalo de dosis recomendado se muestra en la Tabla 1.9.

Tabla 1.9. Dosis mínimas y máximas permitidas para verduras frescas y secas.

| PRODUCTO | FINALIDAD DE LA IRRADIACIÓN | DOSIS (kGy) | |
|--|--|--------------------|---------------|
| | | MÍNIMA | MÁXIMA |
| *Verduras secas | a) Controlar la infestación por insectos. b) Reducir la carga microbiana. c) Reducir el número de microorganismos patógenos. | | Hasta 10 kGy |
| **Hierbas secas, condimentos, hierbas de infusión | Para asegurar la calidad sanitaria por reducción de microorganismos patógenos. | 5.0 | 10.0 |
| | Control por infestación de insectos. | 0.15 | 1.0 |
| **Frutos frescos y vegetales | Retraso en el proceso de maduración. | 0.01 | 1.0 |
| | Prolongar el proceso de vida de anaquel. | 0.05 | 2.5 |
| | Para tratamiento cuarentenario | 0.15 | 1.0 |

FUENTES: *OMS, 1977 y 1981, **NOM-033 SSA1-1993. Irradiación de alimentos.

1.4.5. Efectos de la irradiación en los alimentos

Cuando el alimento sometido a irradiación es rico en agua y está en contacto con el aire, se puede formar peróxidos de hidrógeno, que a su vez tiene una acción bactericida. Sin embargo, los radicales que se forman en los alimentos bajo la radiación son de naturaleza similar a los que se forman con la cocción de ellos. Esta razón y otros resultados de un proyecto largo en los años 70´s permitió la conclusión final en noviembre de 1980, con el informe del Comité de Expertos de la AIEA/FAO/OMS que involucraba a 24 países en el megaproyecto de irradiación de los alimentos, concluir *"que la irradiación de cualquier tipo de alimento hasta una dosis máxima de 10 kGy no presenta riesgo para la salud humana y no presenta problemas nutricionales y/o microbiológicos"* (OMS, 1981), por lo que recomendaron su uso masivo a los países. Hoy día el método de esterilización por radiación ionizante continúa aceptándose ampliamente entre países incluyendo a la Comunidad Europea, donde se ha estandarizado las prácticas de esterilización usando la radiación en alimentos deshidratados y recientemente en algunos países se inicia en frutas frescas (Calderón, 2000).

1.4.6. Detección de alimentos irradiados

Los métodos de detección para identificar los alimentos irradiados de los que no lo están son muy importantes, así como también métodos que nos permitan cuantificar la dosis de



Figura 1.6. Símbolo "Radura" que debe ser impreso en verde en el etiquetado de productos alimenticios procesados por radiación.

radiación recibida por el alimento, aunque por la etiqueta identificativa del símbolo “Radura” (Figura 1.6) ayuda a identificar a los alimentos que han sido expuestos a la radiación. Sin embargo aún no está siendo etiquetada comúnmente en México.

Un método de detección debe cumplir ciertos requisitos, como ser específico para la irradiación, es decir, susceptible de detectar los cambios inducidos en los alimentos al ser tratados con radiación ionizante. Además los cambios deben de lograrse medir y detectar durante la vida útil del alimento, el método debe permitir cuantificar la dosis absorbida por el alimento, también determinar bajo que condiciones el alimento fue irradiado, tipo de radiación, razón de dosis y temperatura y lograr aplicarse a una gran variedad de productos alimenticios (Gastélum, 2001).

Existen diferentes métodos como la quimioluminiscencia, medición de viscosidad, resonancia de spín electrónico (ESR), termoluminiscencia (TL), cambios químicos medidos en proteínas, DNA, lípidos y enzimas. No hay un método único que pueda ser utilizado para todos los tipos de alimentos. Los métodos para la detección de alimentos irradiados se agrupan de acuerdo a características comunes y tipo de alimentos en al Tabla 1.10 se puede observar la clasificación.

Tabla.1.10. Métodos para la detección de alimentos irradiados.

| MÉTODO DE DETECCIÓN | FUNDAMENTO | EJEMPLOS |
|---|--|---|
| MÉTODOS DEL ADN | La medida de algún parámetro fisicoquímico o biológico que se produce en el ADN en consecuencia de la irradiación. Por el efecto deseado en el alimento. Como puede ser: A) Desactivación de microorganismos nocivos o poco deseables. B) Desinfección de insectos. C) Inhibición de crecimiento o brote de tubérculos. D) Retraso de la maduración de frutos. | 1 Cambios básicos (ensayos inmunológicos) 2 Cambios de naturaleza del ADN. 3 Detección de subproductos del ADN. |
| MÉTODOS BIOLÓGICOS Y MICROBIOLÓGICOS | Obtención de ciertos efectos biológicos que van desde la esterilización hasta la reducción de poblaciones bacterianas o incluso destrucción de ciertos organismos patógenos, y es precisamente de ésta variación el criterio que se toma en consideración a la hora de proponer el método de detección. | 1 Medidas de epifluorescencia. 2. Método del test ELISA. 3 Métodos histoquímicos. 4 Resistencia a la la oxidación. 5 Radiosensibilidad en bacterias. 6 Bacterias resistentes a la radiación y radiosensibles |

Continuación de la Tabla 1.10.

| MÉTODO DE DETECCIÓN | FUNDAMENTO | EJEMPLOS |
|-------------------------|---|---|
| MÉTODOS QUÍMICOS | <p>Todos estos métodos tienen en común la búsqueda de "trazadores químicos", específicos y únicos, compuestos característicos desarrollados en los alimentos cuando se les somete al proceso de radiación gamma y que no son detectados en productos alimenticios no sometidos a éste proceso.</p> | <p>1 Análisis de hidrocarburos volátiles. 2 Determinación de o-tiroxina. 3 Determinación de ciclobutanonas. 4 Determinación de carbohidratos. 5 Espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear. (RMN). 6 Electroforesis de proteínas 7 Determinación de grupos sulfhidrilos</p> |
| MÉTODOS FÍSICOS | <p>Los métodos físicos se han dividido en dos categorías en función de que los alimentos tratados estén o no hidratados, ya que esto condiciona los métodos y las técnicas que se utilizan. Para sólidos: Los métodos miden la emisión de luz provocada por el material. Para hidratados: Mide la cantidad de radicales libres.</p> | <p>PARA SÓLIDOS: 1 Resonancia de espín electrónico (EPR). 2 Luminiscencia. PARA HIDRATADOS: 1 medidas de viscosidad 2 Detección de alimentos irradiados por calorimetría diferencial (DSC). 3 Medidas de conductividad (y/o impedancia) en corriente alterna (c.a.). 4 Análisis por difracción de rayos X.</p> |

Fuente: Calderón, 2000.

Generalmente cuando la radiación incide (rayo X, electrones, rayos gamma, ultravioleta, etc.), en un material parte de la energía es absorbida y parte es re-emitida con una longitud de onda mayor que la incidente, este fenómeno es la luminiscencia. Esta, en general es descrita con la adición de un prefijo, con el término luminiscencia. El prefijo generalmente indica que el material recibe cierto tipo de energía (Tabla 1.11).

Tabla 1.11. Diferentes tipos de luminiscencia.

| EFEECTO LUMINISCENTE | MEDIO DE EXCITACIÓN |
|---|---|
| Fotoluminiscencia o luminiscencia estimulada ópticamente | Fotones ópticos (ultravioleta, visible e infrarrojo.) |
| Cátodoluminiscencia | Electrones acelerados (rayos catódicos) |
| Radioluminiscencia | Radiaciones nucleares (alfa, beta, gamma) o similares (rayos X) |
| Quimioluminiscencia | Energía química |
| Triboluminiscencia | Energía mecánica (Frotamiento o molido) |
| Sonoluminiscencia | Ondas de sonido |
| Ionoluminiscencia | Energía de iones acelerados |
| Bioluminiscencia | Energía de origen biológico |
| *Electroluminiscencia | Campo eléctrico |
| *Fluorescencia (emisión rápida.) *Fosforescencia (emisión retardada.) *Termoluminiscencia (emisión acelerada térmicamente.) | varios |

Fuente: Chen y Mackeever, 1997; Furetta y Weng, 1998.

La termoluminiscencia (TL), la fluorescencia y la fosforescencia son formas particulares de la luminiscencia, las cuales no se encuentran relacionadas con el medio de excitación (el cual puede variar para las tres formas), pero si para la escala de tiempo sobre el cual la emisión luminiscente puede situarse. Así para la luminiscencia hay dos formas de excitación: fluorescencia y la fosforescencia. En la primera, el tiempo de recombinación es $\leq 10^{-8}$ segundos, mientras que el segundo tiene un periodo de recombinaciones $\geq 10^{-8}$ segundos, en el cual se divide en dos periodos de tiempo, el tiempo corto $\leq 10^{-8}$ segundos y el periodo largo de recombinaciones $\geq 10^{-4}$ segundos, en el cual aparece el fenómeno de la termoluminiscencia en donde el periodo de recombinaciones es de minutos hasta 4.6×10^9 años (McKeever, 1985).

En éste trabajo empleamos el fenómeno de fosforescencia, en particular la termoluminiscencia como un método físico que involucra la excitación térmica como una estimulación para la emisión de las señales termoluminiscentes en las muestras.

1.5. TERMOLUMINISCENCIA

Utilizando el fenómeno de luminiscencia en general, los minerales que pueden contener los alimentos pueden analizarse mediante la emisión de luz provocada cuando los materiales son expuestos a la radiación ionizante, ya sea en el suelo o bien durante su esterilización. Luego entonces una forma de detección y análisis de los alimentos irradiados es mediante el fenómeno de luminiscencia estimulada térmicamente o también llamada Termoluminiscencia (TL).

1.5.1. Comportamiento de sólidos cristalinos

Es de gran importancia explicar el comportamiento de los sólidos cristalinos ya que estos se involucran con el fenómeno de la termoluminiscencia pues los poliminerales son sólidos presentes, en particular en el nopal, como el feldespatos (anortoclasa) y cuarzo entre otros y biominerales cristalinos como la whewellitita y la weddellitita.

Un sólido cristalino ideal está formado por un arreglo ordenado de átomos. Esta red cristalina puede generarse repitiendo indefinidamente en todas direcciones un arreglo elemental llamado celda unitaria. De esta forma, se obtiene una estructura periódica que permanece invariante frente a traslaciones (Furetta and Weng, 1998). La estructura cristalina específica que ha de tomar el sólido, depende de varios factores, siendo uno de ellos el tipo de fuerza que mantiene a los átomos unidos. Precisamente el tipo de fuerza lo que clasifica a los sólidos cristalinos en metálicos, covalentes e iónicos, dependiendo del enlace que da la fuerza de unión. Los *cristales metálicos* se dan cuando los átomos que los forman tienen electrones muy poco amarrados y con poca energía se liberan de su ión. Estos electrones viajan casi libres por todo el cristal.

En los *cristales covalentes* los electrones se comparten entre dos iones. La nube electrónica se dispone de tal manera que los iones positivos son atraídos hacia los sitios donde aquella se localiza principalmente. Estos sitios no son cual quiera, por lo que el enlace covalente se da sólo en ciertas direcciones, ejemplos típicos son los cristales formados por germanio, silicio y carbono.

A diferencia de los cristales covalentes, en los que los electrones se comparten, en los *cristales iónicos* uno de los átomos participantes cede electrones al otro elemento el cual los captura. Las fuerzas de enlace interatómicas son del tipo Coulombiana. Cuando un átomo con un electrón fuera de una capa cerrada se encuentra con otro que requiere de uno para completar la capa, uno lo cede y el otro lo acepta. Se forman así dos iones, uno positivo porque cedió un electrón y el otro negativo porque ganó un electrón adicional. Por lo tanto, la atracción Coulombiana los mantiene unidos. Esta descripción se aplica a la unión de átomos alcalinos con átomos halógenos. De hecho los cristales iónicos por excelencia son los de halogenuros alcalinos, como lo es el cloruro de sodio NaCl.

Los defectos que se presentan en un cristal pueden clasificarse en *defectos puntuales* los cuales son alteraciones del cristal en algún sitio, estos consisten en la ausencia o presencia extra de iones, se pueden clasificar en *defectos intrínsecos* y en *defectos extrínsecos*.

Defectos intrínsecos Básicamente hay dos tipos, ya sea que exista un átomo o ión extra, es decir, donde no debía de haber, conocido como un defecto intersticial o defecto Frenkel, o bien que falte uno de los átomos o iones dentro del cristal es conocido como vacancia o defecto Schottky. En los poliminerales extraídos en los alimentos presentan iones o impurezas en sus estructuras y estos se ven reflejados en su emisión TL para la detección de alimentos irradiados. En los sólidos se supone que las impurezas se localizan en una zona llamada *banda prohibida o gap* en ésta zona es donde se lleva a cabo las recombinaciones entre huecos-electrones y también defectos intersticiales con vacancias (impureza-vacancia). Esta banda se localiza entre la *banda de conducción* donde se sitúan los electrones de las capas externas, los cuales son más susceptibles de arrancarse ya que están menos atraídos al núcleo y la *banda de valencia* en la cual se encuentran los electrones más cercanos al núcleo por lo que se requiere de una alta energía para poder arrancarlos o ionizar al átomo.

Defectos extrínsecos o impurezas son aquellos constituidos por átomos o iones distintos a los que forman el cristal y se conocen en general como impurezas, pueden ser naturales o inducidas en el laboratorio. La impureza es conocida como *sustitucional* cuando ocupa el lugar de un átomo o ión, mientras que si ésta ocupa un sitio donde normalmente

no hay nada, es decir, entre átomos o iones, se conoce como impureza *intersticial* (Furetta and Weng, 1998).

Usualmente un cristal es un aislante en donde los defectos e impurezas crean subniveles de energía dentro de la banda de energía prohibida del material, donde pueden estar tanto electrones como huecos.

1.5.2. Fenómeno termoluminiscente y detección TL

La termoluminiscencia es un fenómeno que consiste en la emisión de la luz cuando se calienta un material previamente irradiado. Aunque existen diversas explicaciones para este proceso, que involucra sofisticados experimentos y elaborados modelos de movimientos y atrapamientos de cargas dentro del material, en otras palabras puede explicarse en términos de huecos o vacantes donde se atrapan los electrones, que al excitarse con calor adquieren la suficiente energía cinética para desatraparse y a través de procesos de relajación pueden lograr recombinarse generando la emisión de fotones luminosos en el material.

Cuando un material es expuesto a la radiación, ocurren procesos que son complejos de entender (McKeever, 1985), sin embargo pueden ejemplificarse mediante modelos simples en los que se consideran recombinaciones entre los defectos generados por la radiación y los que están presentes en el polimineral. Un modelo simple del proceso se muestra en la Figura 1.7. Los procesos más simples que ocurren al interaccionar la radiación con los poliminerales, puede explicarse como sigue:

1. **Ionización:** La radiación proporciona energía provocando que un electrón se mueva de su banda de valencia a la banda de conducción dejando un espacio al cual se le puede llamar hueco este puede permanecer en la banda de valencia mientras que el electrón se desplaza libremente en la banda de conducción. Después de un tiempo el electrón regresa a la banda de valencia para ocupar el lugar del hueco, llamando a esto recombinación, al llevarse a cabo se observa una emisión un fotón. Hay dos posibles formas por medio de las cuales un fotón puede ser emitido:

a) Atrapamiento de electrones: Se realiza cuando un electrón en lugar de regresar a la banda de valencia cae en una trampa el electrón puede liberarse de la trampa si se le aplica la suficiente energía térmica o calor. La recombinación del electrón y el hueco atrapado puede tener como consecuencia la emisión de un fotón, lo cual se conoce como luminiscencia estimulada térmicamente o termoluminiscencia (TL).

b) Atrapamiento de huecos: El hueco puede también atraparse en un defecto cercano a la banda de valencia y de manera similar al caso anterior, la estimulación térmica produce que el hueco se recombine con un electrón atrapado, dando una emisión un fotón.

Aplicando este fenómeno a los poliminerales del nopal irradiado detectaremos la emisión de luz la cual esperamos sea proporcional a la radiación expuesta.

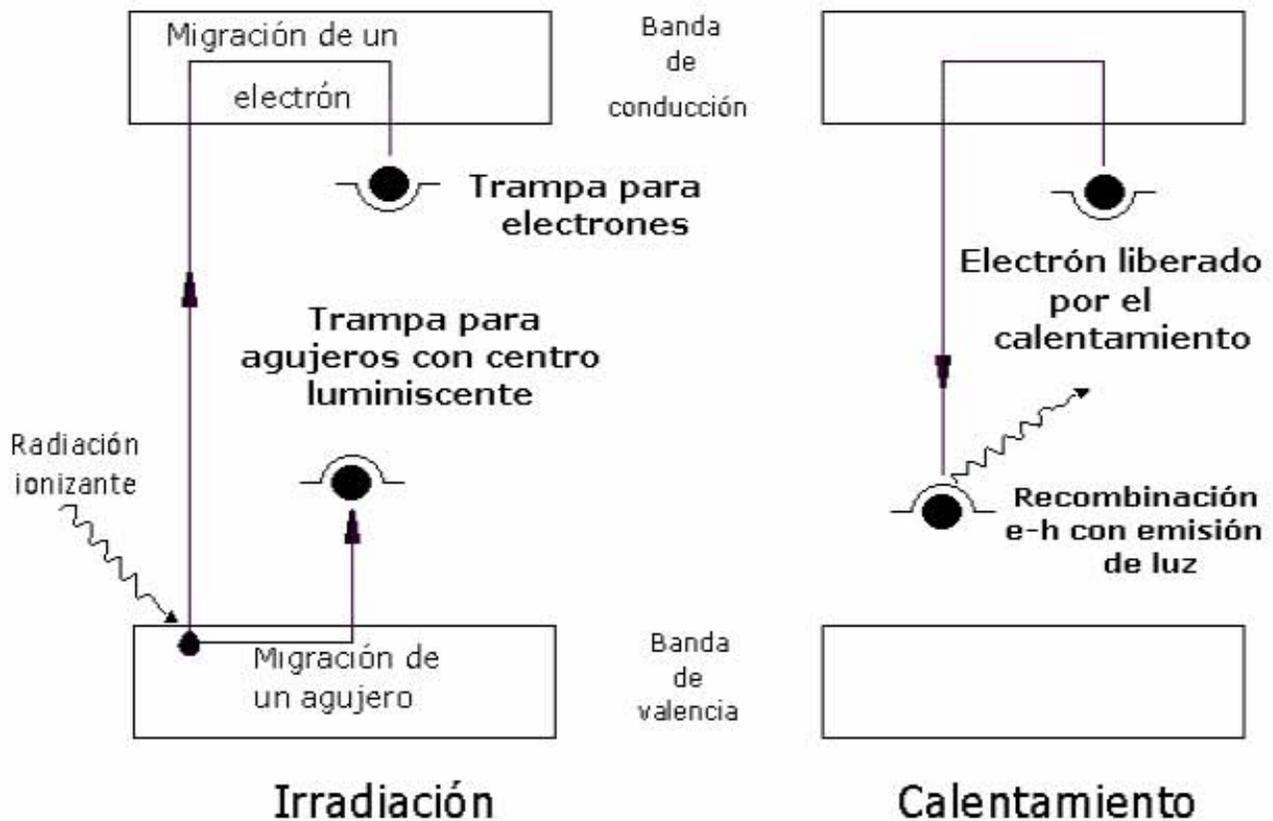


Figura 1.7. Diagrama que representa el fenómeno de termoluminiscencia.

1.5.3. Detección de alimentos irradiados por termoluminiscencia

La señal termoluminiscente puede identificar alimentos irradiados de aquellos que no lo están (Calderón et al 1995; Delincée, 1998). Esto es por la formación de una curva de brillo o la respuesta de la termoluminiscencia estimulada térmicamente que no es más que la intensidad de luminiscencia como función de la temperatura. Esta curva da la información de todas las recombinaciones que ocurren en el sólido.

Cuando un alimento irradiado se compara con otro alimento que no ha sido expuesto a irradiación, la respuesta termoluminiscente de los poliminerales es mayor para los alimentos irradiados aún cuando haya transcurrido largo tiempo desde el momento de irradiación. Este periodo de tiempo es también de interés en este trabajo.

1.6. Caracterización de muestras por DRX

La difracción de rayos X, desde su descubrimiento en 1912 por Laue, ha proporcionado importante información a la ciencia y a la industria. Por ejemplo, mucho de lo que se conoce acerca de la disposición y el espaciamiento de los átomos en materiales cristalinos se ha deducido directamente de la difracción, dichos estudios han conducido a una comprensión mucho más clara de las propiedades físicas de los metales, los polímeros y otros sólidos. Actualmente, el trabajo de difracción de rayos X es de mucha importancia para la identificación de las estructuras de productos naturales tan complejos como esteroides, vitaminas y antibióticos.

Este método proporciona un medio cómodo y práctico para la identificación cualitativa de compuestos cristalinos. Esta aplicación se basa en el hecho de que el patrón de difracción de rayos X es único para cada sustancia cristalina. Entonces se puede hallar una coincidencia exacta entre el patrón de una muestra desconocida y una de referencia, lo que puede suponerse su identidad química. Así como también se pueden emplear a veces datos de una difracción para la medición cuantitativa de un compuesto cristalino en una mezcla. El método puede proporcionar datos difíciles o imposibles de obtener por otros medios (Skoog, 1990). Como se verá en la sección de resultados, se realizó DRX a los poliminerales extraídos del nopal en estudio.

CAPÍTULO 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para llevar al cabo el estudio de este trabajo, en principio fue necesario obtener una metodología para la extracción de la fracción mineral que denominamos polimineral, que a su vez fueron examinados en su composición por difracción de rayos X. Obtenidos los poliminerales, estos fueron expuestos a la radiación ionizante gamma a dosis distintas (0.5-20 kGy), con el fin de detectar las muestras irradiadas mediante el análisis de las señales termoluminiscentes (TL) generadas por la radiación.

El nopal deshidratado tiene una gran importancia comercial donde el proceso de manipulación frecuentemente se ve sometido a distintos factores del medio ambiente que pueden alterar una detección del nopal procesado por radiación para fines de sanitización principalmente. Para ello se analizó la influencia del medio ambiente en las muestras del polimineral. Los factores considerados fueron la exposición a la luz solar (21 y 23°C), luz ultravioleta (UV), almacenamiento en obscuridad a temperatura ambiente (16-18°C), y adicionalmente a distintas temperaturas de horneado (50, 110, 160 y 225°C). Todo ello dirigido a examinar la pérdida de la señal TL y su estabilidad en el tiempo de almacenamiento transcurrido. Las mediciones TL también sirvieron para analizar la estructura de las curvas de brillo conforme a la variación de la dosis y los factores ya mencionados.

2. METODOLOGÍA GENERAL

2.1. Material, equipos y reactivos

Se utilizó el siguiente material, equipo y reactivos en el laboratorio para la extracción, homogeneización del tamaño de partícula e irradiación de los poliminerales del nopal.

- Vasos de precipitados de 150, 250 y 1000 mL
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Probeta de 100, 250 y 1000 mL
- Agitador de vidrio
- Agitadores magnéticos
- Cajas Petri de vidrio
- Pipetas Pasteur
- Espátula
- Pizeta
- Viales con tapa esmerilada
- Torre para destilación fraccionada
- Condensador de vidrio
- Matraz de bola de 600 mL
- Canastilla de calentamiento
- Mortero de ágata
- Charola de plástico
- Criba de No. 200 Tamaño de poro 74 μm
- Discos de aluminio de 5 mm de diámetro y 1.5 mm de altura
- Balanza digital Ohaus
- Parrillas de agitación marcas Osyma y Thermolyne
- Mufla Thermolyne furnace 47900 y Sybron 1500
- Sonicador Branson 3210R-MT (117 Volts, 120 Wats)
- Irradiador Gammabeam 651 PT de alberca profunda con ^{60}Co
- Lámpara de luz ultravioleta (UV) de vapor de mercurio, potencia de radiación 218 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$. Modelo OS-9286, 120 VAC/60 Hz, Marca Pasco Scientific
- Lector Termoluminiscente HARSHAW modelo TLD 3500
- Acetona Reactivo Baker
- Peróxido de hidrógeno al 30% Reactivo Baker
- Alcohol etílico Reactivo Baker
- Agua bidestilada

2.2. Descripción detallada de la metodología

Esta sección se refiere al proceso de obtención de las muestras de nopal deshidratado, así como la manera de extracción del polimineral del nopal. También se detalla el proceso de irradiación y la detección TL de las muestras del polimineral irradiado.

2.2.1. Recepción de la muestra de nopal deshidratado

En el laboratorio las muestras provinieron de la industria directamente que comercializa este producto: Productores Unidos de Nopal Fino del Bajío.

Proceso Industrial

1. Recepción de la materia prima. El nopal (*Opuntia ficus indica*) proveniente del campo de cultivo.
2. Inspección de calidad. Tamaño y color de cladodios.
3. Sanitización, Lavado del nopal con yodo y agua clorada.
4. Lavado. El nopal es lavado con agua pura para quitar los residuos de yodo y cloro.
5. Selección y corte. Una vez lavada la materia prima se procede a una nueva selección del cladodio y se corta en tiras.
6. Proceso de deshidratación. Está basado en la extracción del agua con aire caliente inducido a 7 hornos de banda continua.
7. Molienda. Homogeneización de lotes por tamaño de partícula.
8. Empaque y embalaje para distribución y comercialización.

2.2.2. EXTRACCIÓN DEL POLIMINERAL

Inicialmente al nopal deshidratado se le hidrató con acetona para evitar la formación del gel debida al mucílago del nopal. Para 25 g de muestra se le agregó 150 mL de acetona (reactivo Baker), en un vaso de precipitados de 250 mL, se agitó constantemente durante 30 minutos. La agitación con acetona ayudó a remover pigmentos de la muestra en agitación. Enseguida se procede como sigue:

a) Extracción con agua bidestilada

Después de la agitación con acetona se decantó una parte de la materia orgánica y en el fondo del vaso quedaron materia orgánica y gránulos cristalinos de todos los tamaños incluyendo gruesos. Se utiliza una pipeta Pasteur para tomar una parte de los gránulos

que queda en el fondo del vaso. A estos se le agregó agua bidestilada y se retiró la materia orgánica, la cual se juntó en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Los gránulos que quedan son gruesos de color blanco y algunos de color café, los cuales se lavaron con agua bidestilada y se dejaron secar con acetona en una caja Petri a temperatura ambiente.

b) Extracción con peróxido de hidrógeno

Después a la materia orgánica restante de la extracción anterior se le retira el exceso de agua y se le agrega 250 mL de H_2O_2 al 30% (reactivo Baker), en un matraz Erlenmeyer de 500 mL dejándolo en agitación continua durante 24 horas o hasta que tenga un valor de pH de 2. Este valor permite romper el mucílago que se había formado al rehidratar el polvo del nopal. Se decanta separando el sedimento y una parte de la materia orgánica.

El sedimento de poliminerales estaban compuestos por gránulos finos de color blanco, los cuales se lavaron con H_2O bidestilada quitando los restos de la materia orgánica. Una vez limpios los poliminerales se dejaron secar con acetona en una caja Petri a temperatura ambiente.

A la materia orgánica restante se lavó con H_2O bidestilada para quitarle el exceso de peróxido de hidrógeno y se dejó secar a temperatura ambiente.

c) Extracción con alcohol etílico

Una vez seca la materia orgánica anterior se procedió a molerla en un mortero de ágata para disminuir su tamaño hasta que se obtuvo un polvo. Este se pesó y fue colocado en una solución de 70% de Alcohol etílico (reactivo Baker), y 30% de H_2O bidestilada, en un vaso de precipitados de 1000 mL. Se agitó constantemente durante 24 horas. Pasado este tiempo se decantó con cuidado y se separó el sedimento que quedaba en el fondo del vaso. Este sedimento estaba compuesto por gránulos muy finos de color blanco, los poliminerales se lavaron con H_2O bidestilada quitando los restos de materia orgánica. Una vez limpio el polimineral se dejó secar con acetona a temperatura ambiente. Esta mezcla se utilizó debido a que ha presentado buenos resultados para la separación de poliminerales de especias deshidratadas.

2.2.3. Tratamientos de los residuos

En un matraz de bola de 600 mL se colocaron 500 mL de residuos de acetona o de alcohol etílico y se realiza la destilación fraccionada para obtener a la acetona o al alcohol etílico. Para los residuos de peróxido de hidrógeno se procede a neutralizarlos con hidróxido de sodio y se desechan en la tarja.

2.2.4. Homogeneización del tamaño de partícula de poliminerales

Se utilizaron los siguientes pasos para la preparación de las muestras de poliminerales con los diferentes tamaños de partícula; 10, 53, 74, 149, 250, 420 μm , y sin homogeneizar (todos los tamaños de partícula), para cada una de las extracciones.

Los poliminerales obtenidos de las tres extracciones se molieron por separado en un mortero de ágata hasta obtener un polvo muy fino que pasó por una criba de No. 200 con un tamaño poro de 74 μm . Este tamaño se utilizó para obtener el tamaño de partícula 10 μm , para lograrlo se realizó la metodología propuesta por D. W. Zimmerman (Zimmerman, 1971).

Se colocaron 3 g del polvo de poliminerales en un vaso de precipitados de 50 mL adicionándole 25 mL de acetona resbalándolo por la pared del vaso para evitar que el polvo se suspendiera. Después se colocó al vaso en un baño de agua en el equipo sonicador Branson durante 10 minutos, pasando este tiempo se decanta la turbidez a otro vaso. Se dejó reposar 2 minutos a la emulsión de acetona-poliminerales, los cuales tenían un tamaño de partícula menor a una micra. A esta emulsión se sumergió en el baño ultrasónico por 5 minutos se decantó la emulsión obteniendo un tamaño de partícula de 1 a 10 μm . Se dejó evaporar a temperatura ambiente la acetona hasta que los poliminerales estuvieran secos.

2.2.5. Irradiación del polimineral con ^{60}Co

Se utilizó 6 mg de polimineral con una gota de acetona en un disco de aluminio que se introdujo en una caja portamuestra y siempre se mantuvieron las mismas condiciones del experimento. Así se tuvo un proceso de irradiación reproducible a la misma distancia y altura respecto de las fuentes. Todo esto se realizó igualmente para los diferentes tamaños de partícula de los poliminerales de las tres extracciones del nopal. Las muestras de poliminerales se expusieron a la radiación gamma en el irradiador Gammabeam 651PT del Instituto de Ciencias Nucleares, UNAM (Figura 2.1).

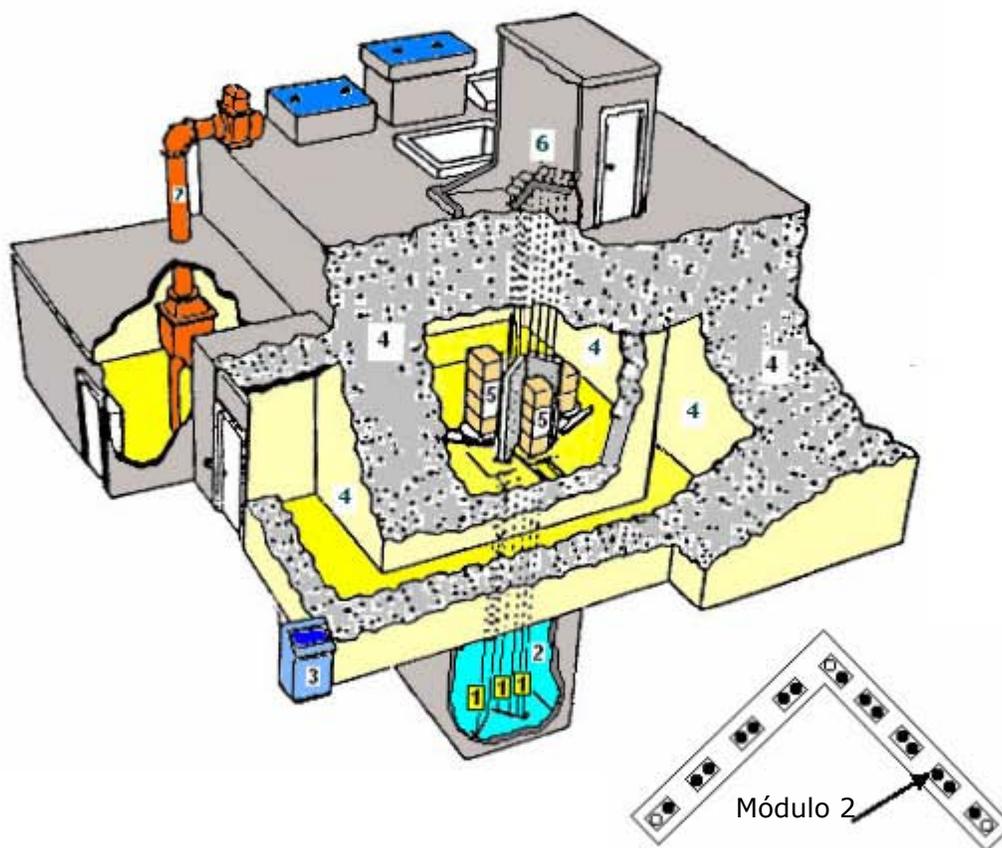


Figura 2.1. Esquema del irradiador gammabeam 651PT de ^{60}Co de la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica.

- 1.- Fuentes de cobalto-60.
- 2.- Piscina profunda para blindaje de la radiación.
- 3.- Consola de Control de todo el sistema del irradiador y de las fuentes.
- 4.- Laberinto de acceso con muros concreto y piso falso de seguridad.
- 5.- Ubicación de la cámara de irradiación y sitios de los productos y muestras a irradiarse.
- 6.- Control del sistema neumático del movimiento de las fuentes radiactivas.
- 7.-Compresor, extractor de aire y desionización del agua.

Las dosis de exposición de las muestras fueron de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 7, 9, 10, 12, 14, 15, 17, 19 y 20 kGy en la posición 2 del módulo 2. El tiempo de irradiación ante las fuentes de ^{60}Co para obtener estas dosis, había sido determinado previamente mediante la dosimetría con la solución de Fricke que se realiza normalmente en la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica del ICN UNAM. La metodología se describe brevemente en el apartado de antecedentes.

2.2.6 Reproducibilidad de la respuesta TL

Se pesaron 0.12 g de muestra de polimineral de las tres extracciones con un tamaño de partícula 10 y 74 μm , el cual fue irradiado a 3 y 10 kGy, para los dos tamaños de partícula. Posteriormente se colocaron 6 mg de polimineral en los discos de aluminio. Se fueron registrando las lecturas de cada muestra del polimineral por duplicado cuya señal TL se expone en la sección de los resultados y se realizan los cálculos estadísticos.

2.2.7. EFECTOS DEL MEDIO AMBIENTE Y ALMACENAMIENTO EN LA ESTABILIDAD DE LAS SEÑALES TL

Los poliminerales una vez irradiados fueron sometidos a diferentes factores para la detección de la pérdida de la señal Termoluminiscente, con el fin de analizar la estabilidad de las señales TL.

2.2.7.1. Efecto de la luz UV en los poliminerales irradiados a 10 kGy

Se pesaron 0.12 g de muestra de polimineral extraído con peróxido de hidrógeno con un tamaño de partícula menor a 10 μm , el cual fue irradiado a 10 kGy. Posteriormente se colocaron 6 mg de polimineral en los discos de aluminio. Se expusieron a diferentes tiempos; 0, 1, 2, 3, 5, 10, 22, 30, 60, 120 180 y 140 minutos, los discos uno a uno en la

misma posición ante la lámpara de luz ultravioleta (UV) de vapor de mercurio (250-600 nm), cuya potencia es de $218 \mu\text{W}/\text{cm}^2$.

2.2.7.2. Blanqueo con luz solar a dos diferentes temperaturas

Se tomaron 0.12 g de muestra de polimineral extraído con peróxido de hidrógeno con un tamaño de partícula menor a $10 \mu\text{m}$, el cual fue irradiado a 10 kGy. Enseguida se tomaron 6 mg de polimineral en cada uno de los discos de aluminio, los cuales se expusieron directamente a la luz solar del día. El experimento se realizó en dos días, cada día con diferente temperatura ambiente (21 y 23°C). Las muestras fueron expuestas por intervalos distintos de tiempos, 1, 5, 10, 30, 60 y 120, 180 y 240 minutos con las respectivas referencias que no fueron expuestas a la luz solar. Los datos se muestran en la sección de resultados.

2.2.7.3. Análisis de la TL a temperaturas altas (50, 110, 160, 225°C)

Se pesaron 0.07 g de muestra de polimineral extraído con peróxido de hidrógeno, con un tamaño de partícula menor a $10 \mu\text{m}$, los cuales fueron irradiados a 10 kGy. Enseguida de esto se pesan 6 mg de muestra en los discos que fueron horneados en la mufla a diferentes tiempos 0, 0.5, 1, 5, 10, 30, 60, 120, 180 y 240 minutos para cada una de las temperaturas (50 , 110 , 160 y 225°C). Este experimento se realizó en ausencia de luz.

2.2.7.4. Decaimiento de la señal TL durante el almacenamiento de los poliminerales irradiados

Se tomaron 0.15 g de cada muestra de polimineral obtenidas de las tres extracciones con un tamaño de partícula de $10 \mu\text{m}$, y se irradiaron a 10 kGy. Se colocaron 6 mg de polimineral en los discos y se alojaron en una caja para resguardarlos de la luz para evitar interferencia del medio ambiente. En el transcurso de los días (0, 3, 6, 10, 13, 17, 20, 28

y 50 días), se fueron registrando las lecturas de cada muestra por duplicado cuya disminución de la señal TL se expone en la sección de los resultados.

2.2.8. Condiciones para las curvas de brillo TL e identificación TL

Las muestras de poliminerales irradiadas con ^{60}Co se leyeron en un equipo de termoluminiscencia HARSHAW modelo TLD 3500, el cual va elevando la temperatura de la muestra por medio de una resistencia en un medio inerte por el desplazamiento de oxígeno debido a la inyección de nitrógeno, evitando la combustión de la muestra principalmente de trazas de materia orgánica, ya que podrían contribuir en emisiones indeseables.

Cuando se va elevando la temperatura del equipo, en la muestra se provocan recombinaciones de defectos en los poliminerales que a su vez generan fotones luminosos. Esta emisión luminosa es debida a la excitación por calor en la muestra. Estas señales luminosas son detectadas por el tubo fotomultiplicador en el equipo que convierte la señal en corriente eléctrica, y los datos del barrido de la temperatura están en función de la intensidad TL luminosa, esas señales son también llamadas curvas de brillo. Las señales fueron integradas desde temperatura ambiente (21°C) hasta 400°C , lo mismo cuando las muestras fueron sometidas a distintas temperaturas de horneado. La velocidad de calentamiento de las muestras fue de $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$ y el equipo siempre estuvo conectado al flujo de nitrógeno para conservar la atmósfera inerte. Los datos obtenidos se graficaron con el programa Origin 7.0 para analizar las curvas de brillo de los poliminerales del nopal deshidratado. El cociente de las señales TL obtenidas en función de las señales de referencia para las distintas dosis permitió identificar a las muestras que fueron irradiadas.

CAPÍTULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

En esta sección se lleva al cabo el análisis y discusión de los resultados obtenidos con la finalidad de lograr las características TL de los poliminerales extraídos del Nopal deshidratado comercial en forma de polvo. El estudio de esta tesis se realizó principalmente con tamaños de partículas de 10 y 74 μm del polimineral, pues en estudios recientes con distintos tamaños para orégano y chile guajillo (Teuffer Zúñiga, 2005; Cruz-Zaragoza *et al*, 2006) se encontraron buenos resultados para los tamaños aquí considerados. Se analizaron las siguientes propiedades TL del Nopal: comportamiento de las curvas de brillo a distintas dosis, la estabilidad de las señales TL en condiciones de almacenamiento, el efecto del blanqueo óptico en las señales TL provocado por la luz solar, y las pérdidas de las señales TL ante la luz UV. Así también la evolución del decaimiento de las señales TL del polimineral ante altas temperaturas para simular condiciones adversas del medio ambiente que pueden afectar al nopal deshidratado procesado por radiación.

3.1. Caracterización de la fracción mineral del Opuntia ficus-indica (Nopal) deshidratado

Para caracterizar la fracción mineral del Nopal deshidratado, se utilizó difracción de rayos X (DRX). Los resultados indican dos tipos de minerales: los llamados biominerales compuesto en este caso por la whewellita $\text{CaC}_2\text{O}_4 \bullet \text{H}_2\text{O}$ y una parte menor de weddellita $\text{CaC}_2\text{O}_4 \bullet 2\text{H}_2\text{O}$; y el otro tipo de minerales que son sólidos policristalinos identificados mayoritariamente como anortoclasa que pertenece a los feldespatos y en menor proporción se encontró el cuarzo. Los porcentajes varían muy poco dependiendo de los reactivos utilizados en las extracciones. Los resultados se indican en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Contenido del mineral en Nopal, determinación por DRX.

| Mineral (%) | | Reactivo utilizado para la extracción | | |
|-------------|---|---------------------------------------|-----------------------|-----------------|
| | | Agua bidestilada | Peróxido de hidrógeno | Alcohol etílico |
| Mineral | Anortoclasa (Na_{0.75}K_{0.25}AlSi₃O₈) | 76.8 | 76.1 | 78.4 |
| | Cuarzo (SiO₂) | 23.2 | 23.9 | 21.6 |
| Biomíneral | Whewellita (CaC₂O₄(H₂O)) | 98.9 | 97.2 | 93.8 |
| | Weddellita (CaC₂O₄(H₂O)_{2.375}) | 1.1 | 2.8 | 6.2 |

Para el caso de la extracción con agua bidestilada se observó una mayor proporción 98.9% de whewellita y 1.1% de weddellita. Otra parte del espectro de la DRX corresponde en proporción mayor a la anortoclasa (76.8%) y menor al cuarzo (23.2%). Proporciones similares se obtuvieron para las extracciones con peróxido de hidrógeno y alcohol etílico. Los espectros de difracción se muestran en las figuras 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5 y 3.6.

En los espectros de difracción se muestran las ubicaciones de mayor proporción de las intensidades para el caso de la extracción con agua bidestilada, seguida del peróxido de hidrógeno y del alcohol etílico. Es probable que el aumento de contenido de agua residual, dependiendo del reactivo utilizado en las extracciones, en los poliminerales secados influya apreciablemente para el aumento de las intensidades en los espectros de difracción. Debido a eso la extracción con agua bidestilada sería la más recomendable para el análisis TL en la detección del nopal deshidratado e irradiado, que más adelante se explicarán los resultados correspondientes. Mientras que en la extracción con alcohol etílico se obtuvo una mayor proporción de la anortoclasa (78.4%) y de cuarzo (21.6%), lo que hace suponer que la solución utilizada (alcohol etílico/agua) puede extraer una cantidad mayor del mineral como la anortoclasa comparándola con las extracciones de agua bidestilada y peróxido de hidrógeno. Por lo que se refiere al cuarzo al utilizar éstos últimos dos reactivos se obtuvo una mayor proporción.

Figura 3.1. Espectro de DRX para minerales extraídos con agua bidestilada.

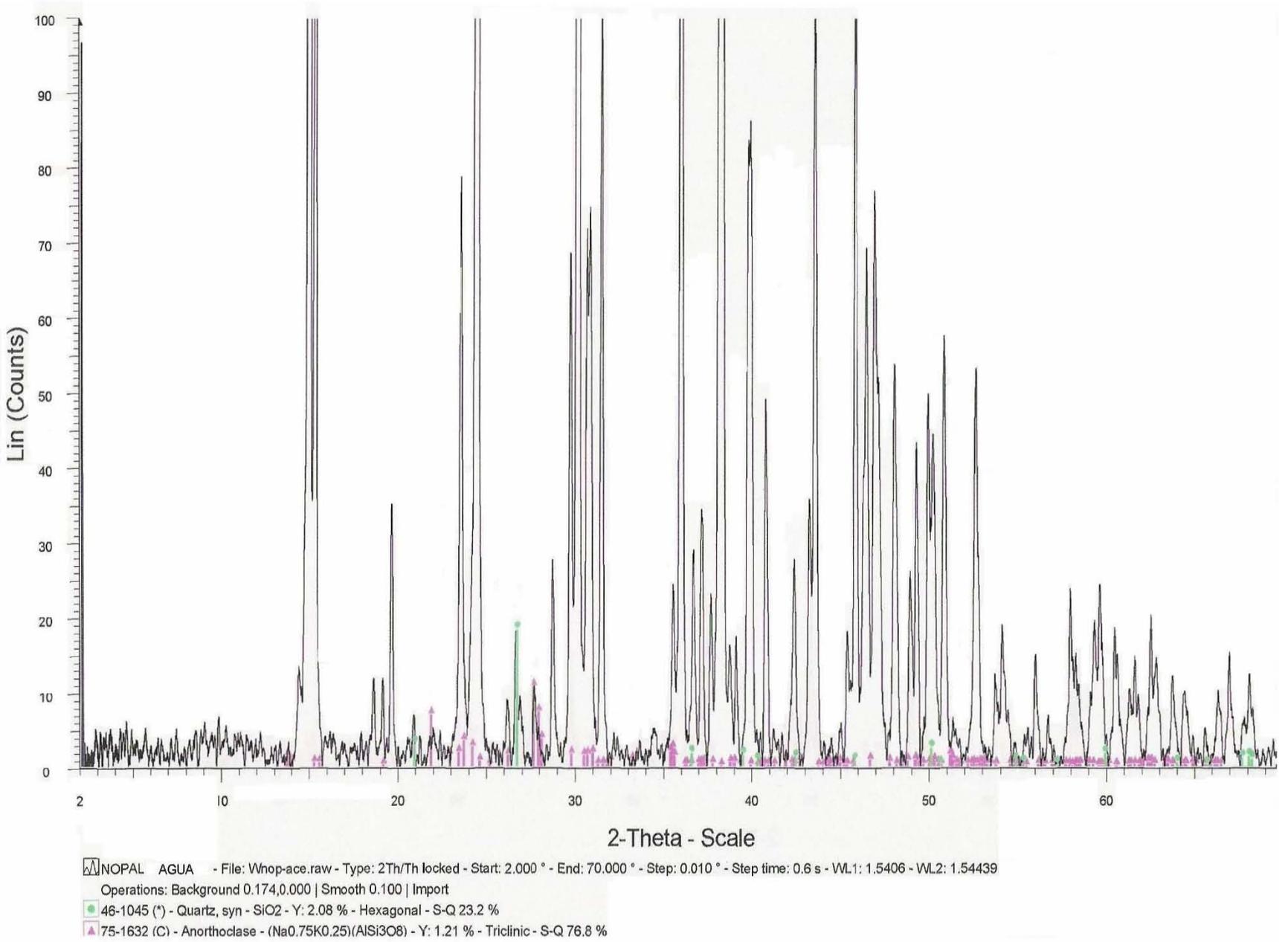


Figura 3.2. Espectro de DRX para biominerales extraídos con agua bidestilada.

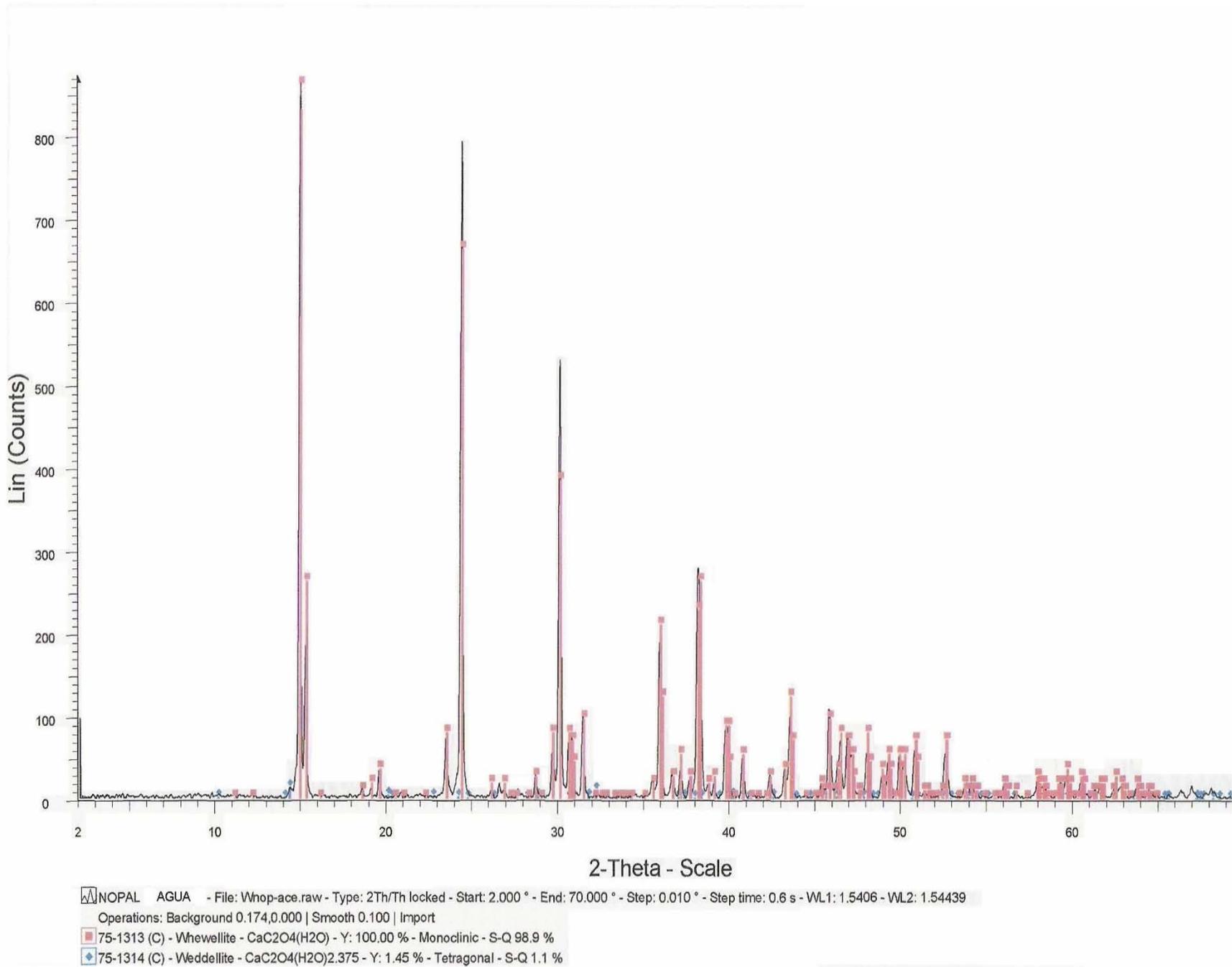


Figura 3.3. Espectro de DRX para minerales extraídos con peróxido de hidrógeno.

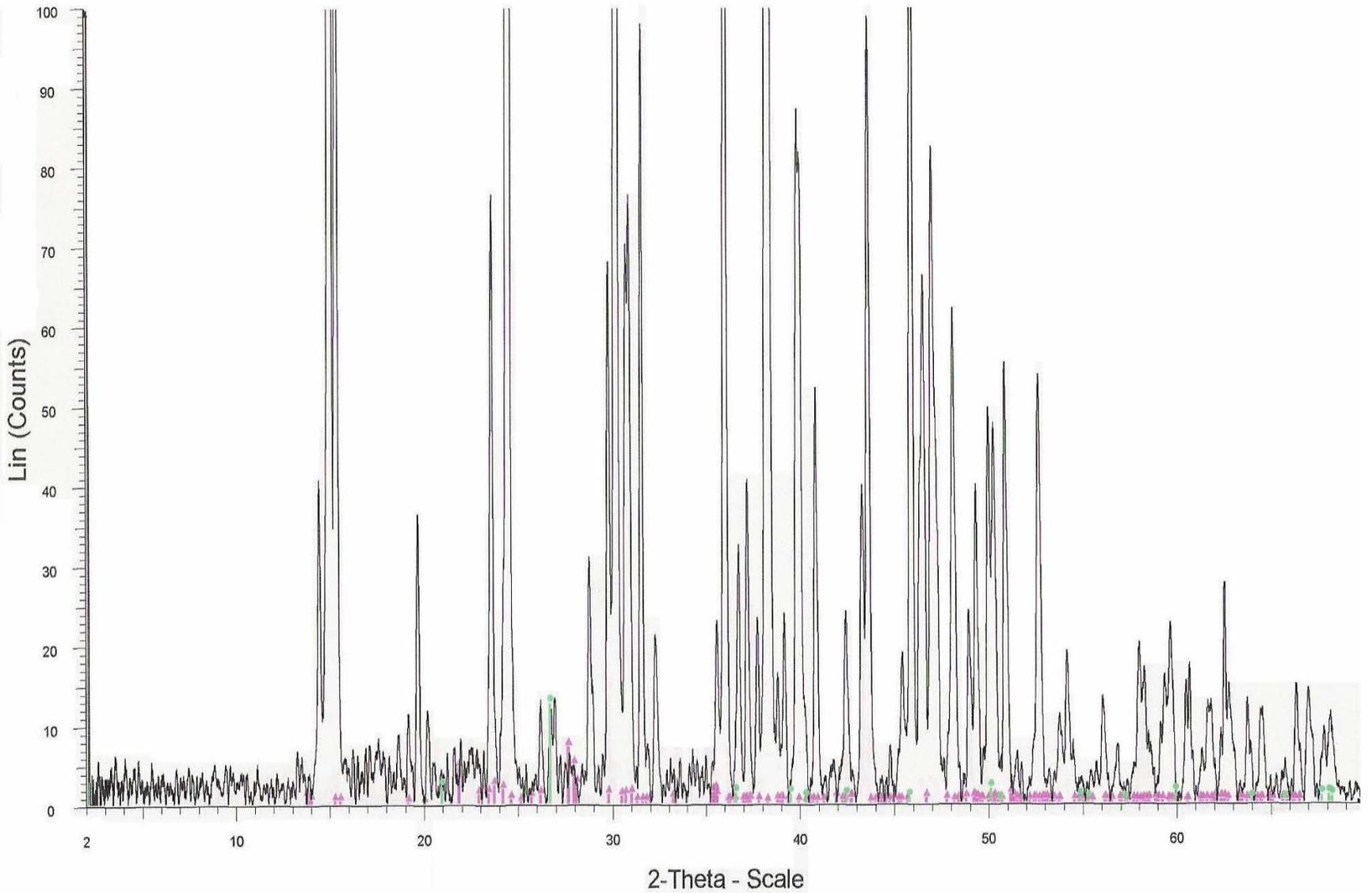


Figura 3.4. Espectro de DRX para biominerales extraídos con peróxido de hidrógeno.

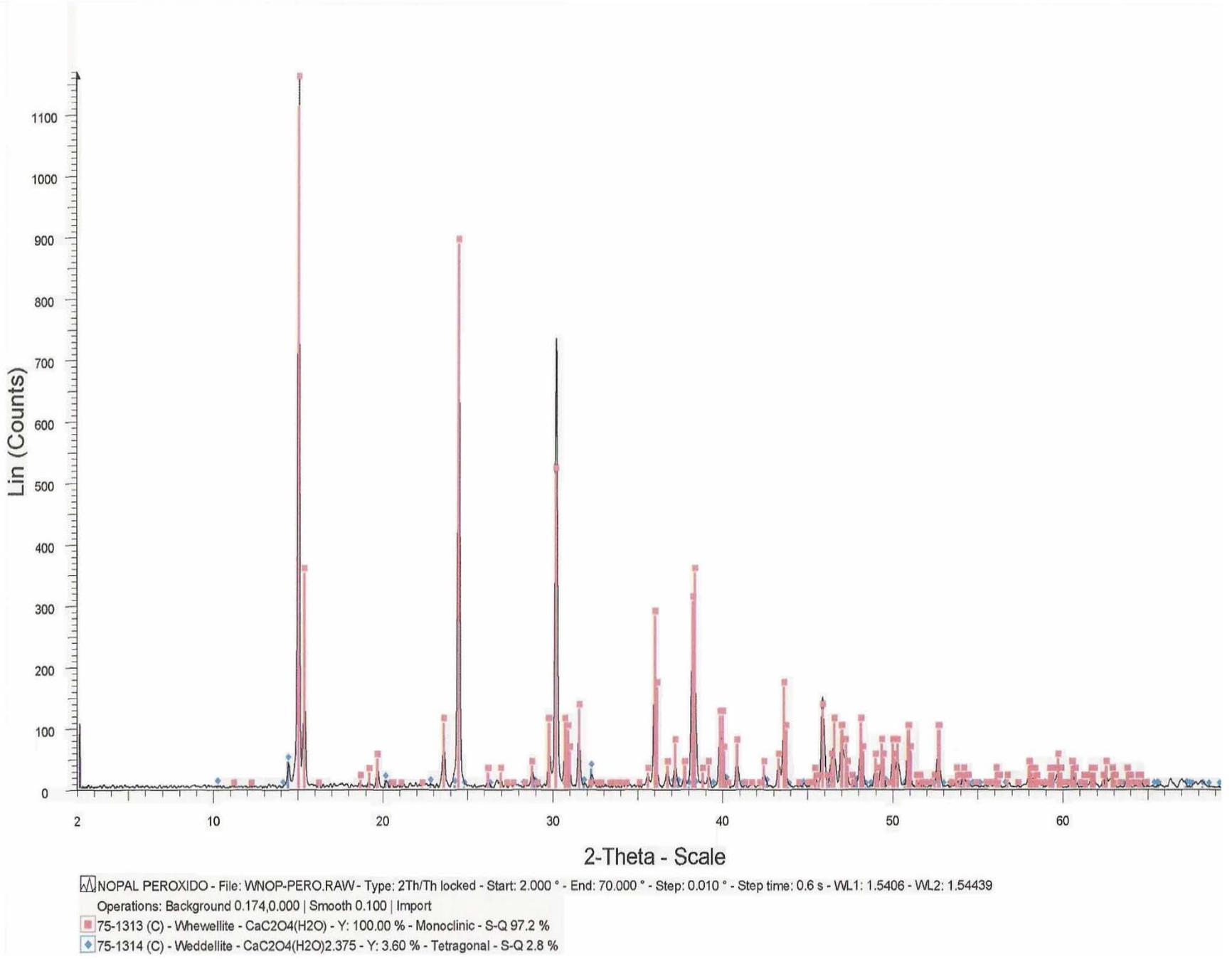


Figura 3.5. Espectro de DRX para minerales extraídos con alcohol etílico.

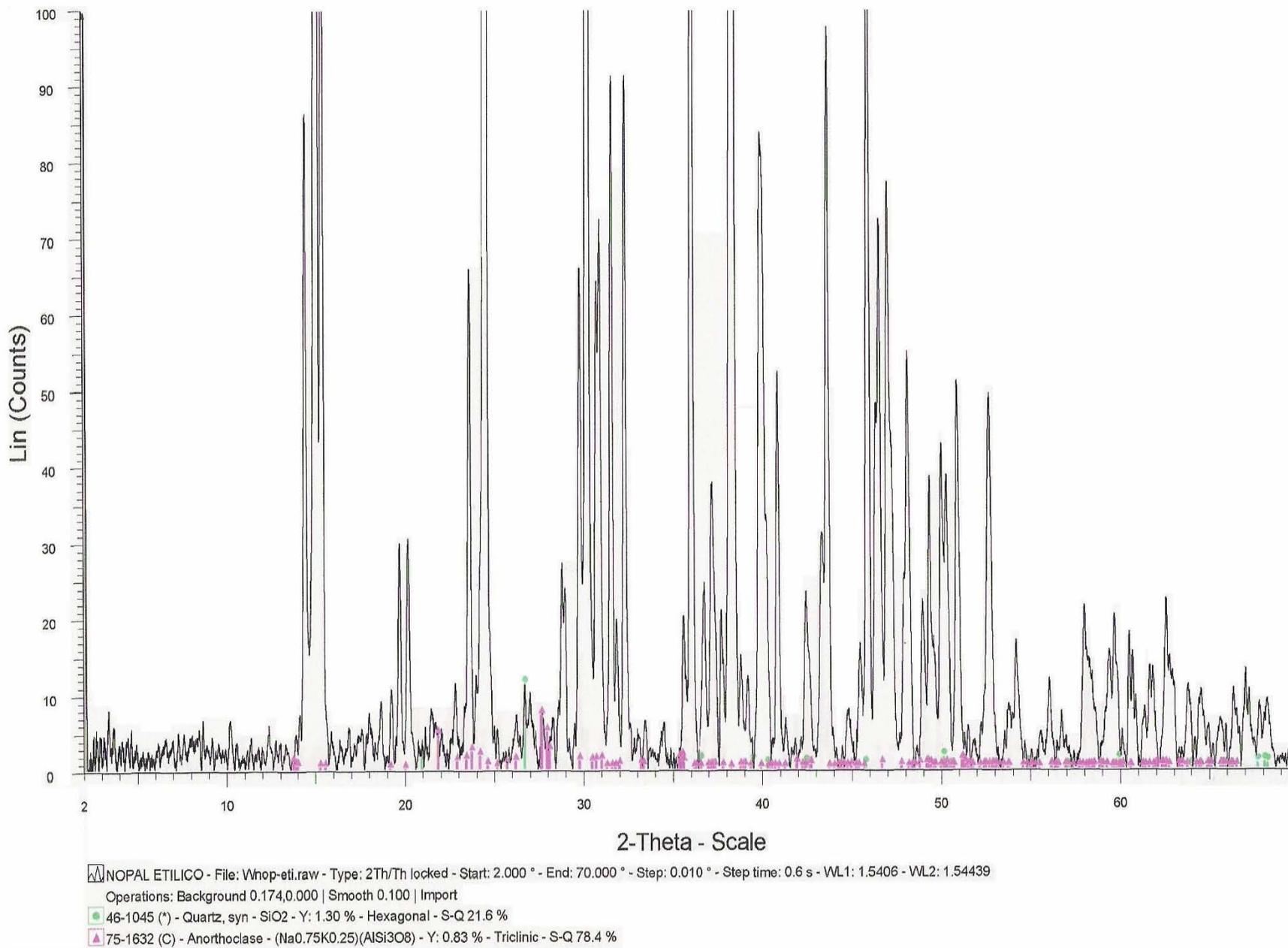
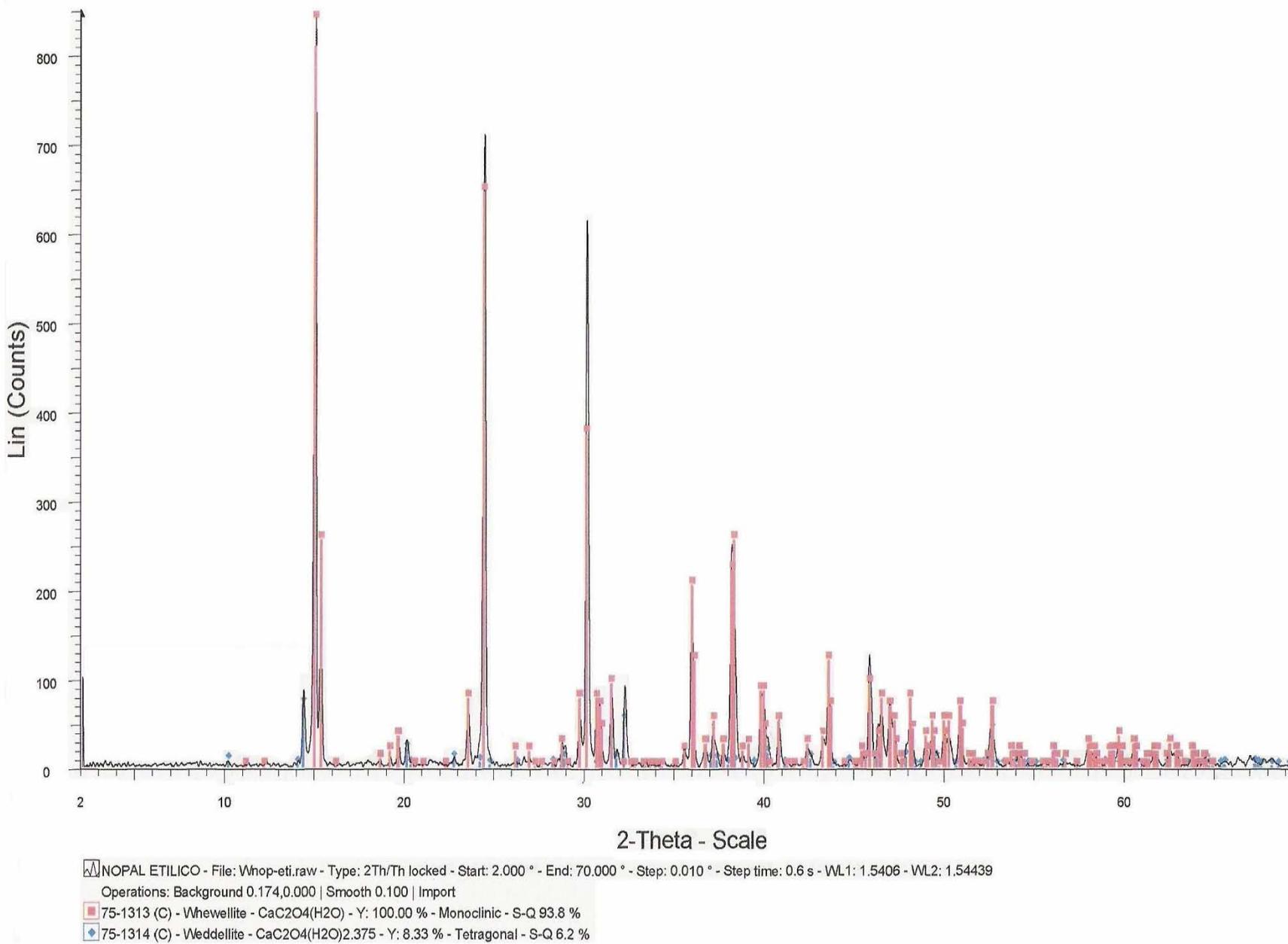


Figura 3.6. Espectro de DRX para biominerales extraídos con alcohol etílico.



Finalmente la estructura del oxalato es una base fundamental de la fracción biomineral que se extrajo del Nopal representando alto porcentaje, mientras que la parte mineral está constituido por anortoclasa y cuarzo.

Adicionalmente en un análisis proximal del Nopal deshidratado comercial, la compañía donante de las muestras, determinó el contenido de minerales nutrimentales y se encontró 18% de cenizas, resaltando los minerales como el magnesio, potasio y calcio (Tabla 3.2). Estos dos últimos conforman la parte mayoritaria de la fracción biomineral en los poliminerales extraídos del nopal. Los resultados de la Tabla 3.2 están reportados en base seca. El análisis del contenido de minerales se efectuó por técnicas espectroscópicas tales como espectrofotometría de absorción atómica y espectrofotometría en la región visible (Skoog, 1990). La muestra era un polvo fino de color verde prácticamente sin olor. Los métodos utilizados para el análisis proximal son los reportados por el AOAC (1994) para análisis de alimentos.

Tabla 3.2. Análisis proximal y contenido de minerales nutrimentales del nopal deshidratado.

| Análisis | Determinación | Concentración |
|-------------------------------|------------------------------|----------------------|
| Proximal | Cenizas | 18.01% |
| | Proteínas (%N \times 6.25) | 6.38% |
| | Extracto etéreo | 1.70% |
| | Extracto libre de nitrógeno | 62% |
| | Fibra cruda | 11.91% |
| Contenido de minerales | Magnesio | 0.358% |
| | Potasio | 0.312 |
| | Calcio | 0.283 |
| | Manganeso | 99mg/L |
| | Hierro | 81mg/L |
| | Zinc | 12.8mg/L |
| | Cobre | 6.2mg/L |
| | Nitrógeno | 0.77mg/L |
| | Fósforo | 0.20mg/L |

Los resultados del nopal indican una mayor presencia de magnesio, potasio y calcio, así como manganeso hierro y zinc. Sin embargo la porción polimineral extraída de las muestras solo contienen en mayor proporción calcio

y potasio en menor. Cabe señalar que en muestras analizadas de Nopal deshidratado de tipo *Opuntia ficus indica* en trabajos reportados (Nava, 2002) se han encontrado altas concentraciones de metales (Mn, Sr, Fe, Rb, Br, Cr, Zn, Cu y Ni) cuyo interés radica en la

calidad del producto y en el aspecto nutricional del Nopal. El hierro en forma metálica encontrado durante las extracciones del Nopal en el laboratorio, fue separado para evitar cualquier influencia en los resultados, el hierro presente se debe probablemente a los procesos que se utilizan para hacer el polvo deshidratado.

3.2. Extracción, homogeneización y rendimiento de poliminerales de nopal de 10 μm

Para obtener la fracción mineral del nopal deshidratado, se utilizaron tres reactivos y se homogeneizaron al tamaño de partícula de 10 μm , generándose distintos rendimientos.

a).- Agua bidestilada

Al realizar la extracción de poliminerales de nopal deshidratado utilizando agua bidestilada se logró un rendimiento del 7%. El polimineral obtenido fueron gránulos heterogéneos, la mayor parte de color blanco con algunos de color café y negros. Partiendo de 3g de polimineral con tamaño de partícula de 74 μm , se realizó la homogeneización de tamaño de partícula de 10 μm generándose un polvo muy fino de color blanco en el cual se obtiene un promedio de 27.8% de rendimiento.

b).- Peróxido de hidrógeno

La extracción de poliminerales de nopal deshidratado con peróxido de hidrógeno se logró un rendimiento de 8.2%. El polimineral que se obtiene son gránulos heterogéneos más finos que el caso anterior pero de color blanco. Después de la homogeneización de tamaño de partícula, partiendo de 3g de polimineral de 74 μm , con el método propuesto por D. W. Zimmerman (Zimmerman, 1971) los gránulos pasan a ser un polvo muy fino de color blanco y se obtuvo un promedio de 7.1%.

c).- Alcohol etílico

Haciendo la extracción de poliminerales de nopal deshidratado utilizando alcohol se tuvo un rendimiento del 1.8%. El polimineral fue un polvo fino mejorado que el anterior, y de

color blanco. Después de la homogeneización de tamaño de partícula a 10 μm los gránulos fueron de color blanco y se obtuvo un rendimiento promedio de 16.82%.

3.3. Detección TL del polimineral del Nopal irradiado

3.3.1. Poliminerales con tamaño de 10 μm

Las curvas de brillo generadas por las distintas dosis de radiación gamma exhiben un aumento de la señal termoluminiscente conforme aumenta la dosis. Los poliminerales extraídos con agua bidestilada, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico, las curvas TL son bandas anchas que se ubican entre 50-348°C (Figuras 3.7 y 3.8) y presentan claramente dos emisiones TL máximas. Para los poliminerales extraídos con agua bidestilada, el primer máximo o pico TL se ubica entre 144-168°C y el segundo en 198-252°C. Mientras que los minerales extraídos con peróxido de hidrógeno, las curvas de brillo exhiben también dos emisiones máximas; la primera entre 138-158°C, y la segunda se ubicó en 238-266°C. Los minerales extraídos con alcohol etílico exhiben nuevamente dos máximos TL, se presentaron en 136-162°C, repitiéndose su ubicación en 144°C, y el segundo en 202-233°C.

Con esas tendencias de temperaturas, el primer pico de las curvas de brillo está ubicado alrededor de 150°C. Sin embargo, con extracciones de acetona y alcohol etílico, el primer pico está cercano a 170°C. Este había sido observado en muestras de Orégano, Chile guajillo (Kitis *et al*, 2005; Teuffer, 2005; Cruz-Zaragoza *et al*, 2006), salvia, menta, paprika (Calderón *et al*, 1995; Göksu-Ogelman and Regulla, 1989). Sin embargo, identificar al polimineral responsable del pico de 150°C o 170°C no es simple. El comportamiento del segundo pico que se fueron ubicando cercano a 250°C también habría sido observado por Calderón y le atribuyó a la calcita como el mineral responsable (Calderón *et al*, 1995). Cabe señalar que ambos picos en las curvas de brillo se aprecian muy claramente con la exposición de los poliminerales a la radiación gamma.

En general, es de llamar la atención que el comportamiento de las señales TL, se presentan con mayor intensidad TL en el caso de los poliminerales extraídos con agua bidestilada. Entre las dosis de 0.5-4 kGy (Figura 3.7) todavía los segundos picos de mayor

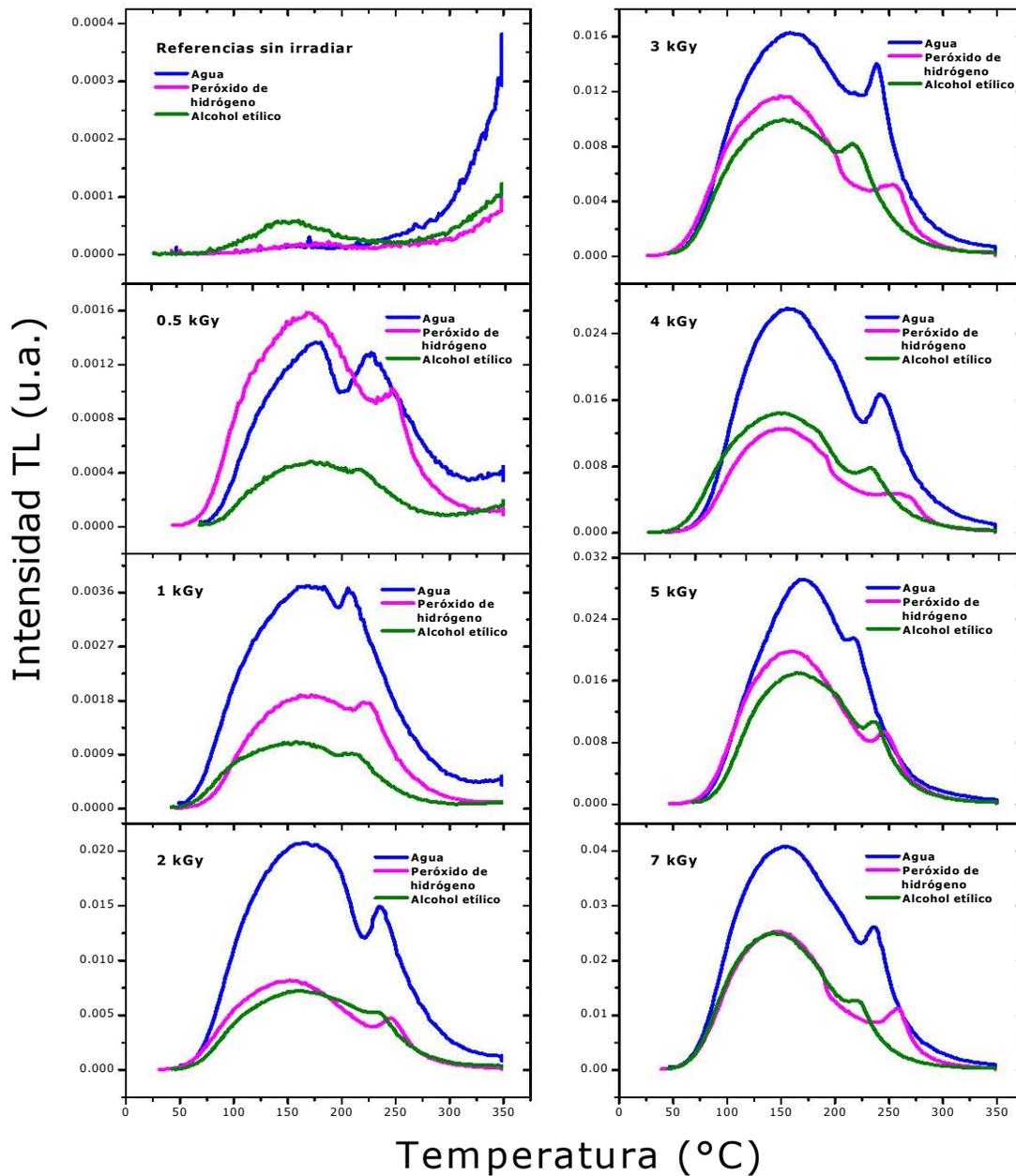


Figura 3.7. Curvas de brillo de poliminerales irradiados de 0.5-7 kGy de las extracciones con acetona, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico con un tamaño de partícula de 10 μm .

temperatura son muy apreciables respecto de los primeros. Sin embargo, conforme aumenta la dosis (5-14 kGy) el pico de mayor temperatura se ve disminuido, donde se ubica la contribución principal del cuarzo. Debido a la alta dosis que se expuso el polimineral, hasta 20 kGy, la contribución TL del polimineral disminuyó provocando una

caída de la señal TL conforme aumentó la dosis, dicho comportamiento indica una saturación de defectos generados en el polimineral.

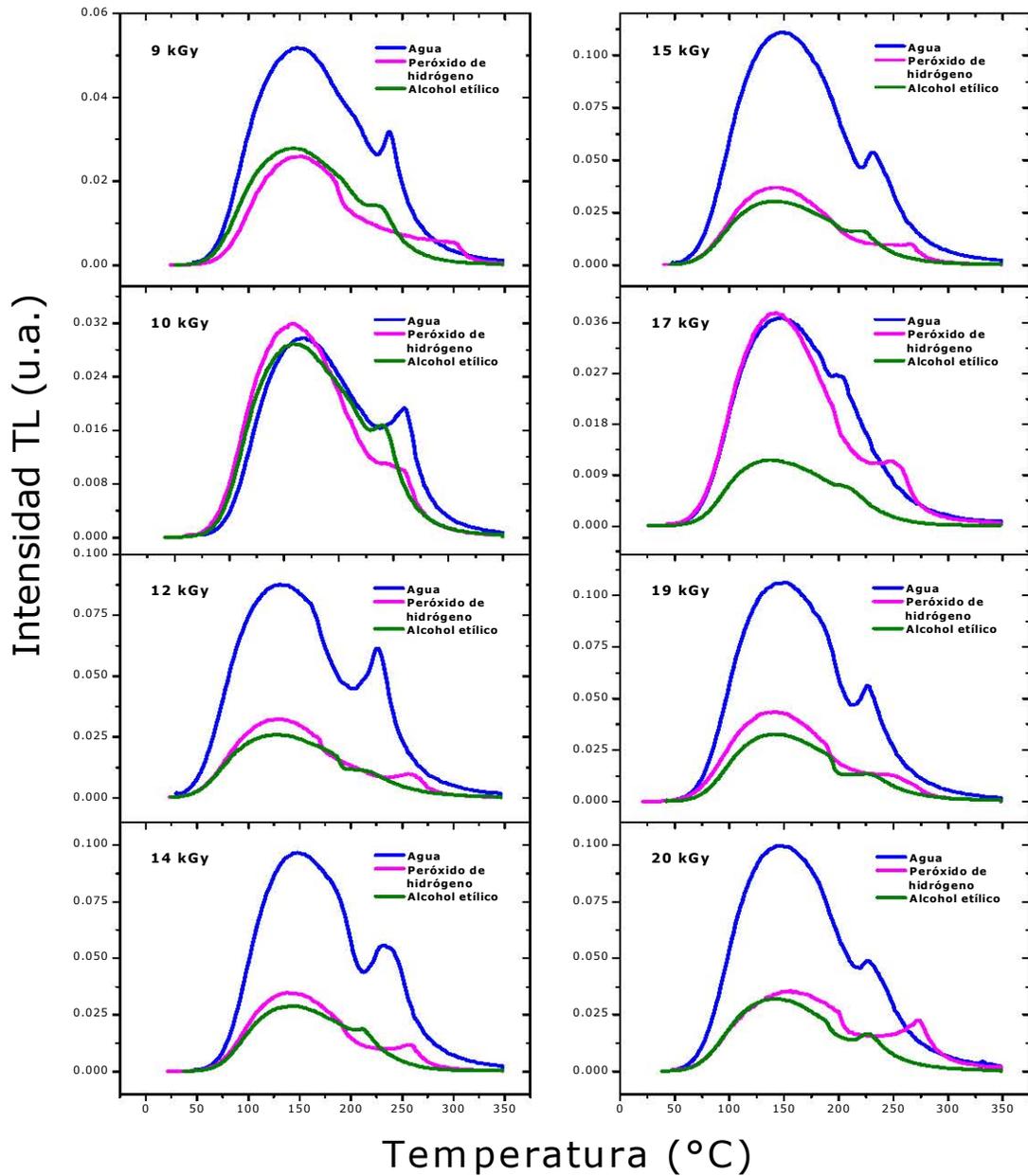


Figura 3.8. Curvas de brillo de poliminerales expuestos de 9-20 kGy.

Para los tres tipos de extracciones se obtuvieron resultados sobre la dependencia TL de los poliminerales con las distintas dosis. Las muestras de poliminerales fueron expuestas a dosis de 0.5-20 kGy con la razón de dosis de 97.33 Gy/min.

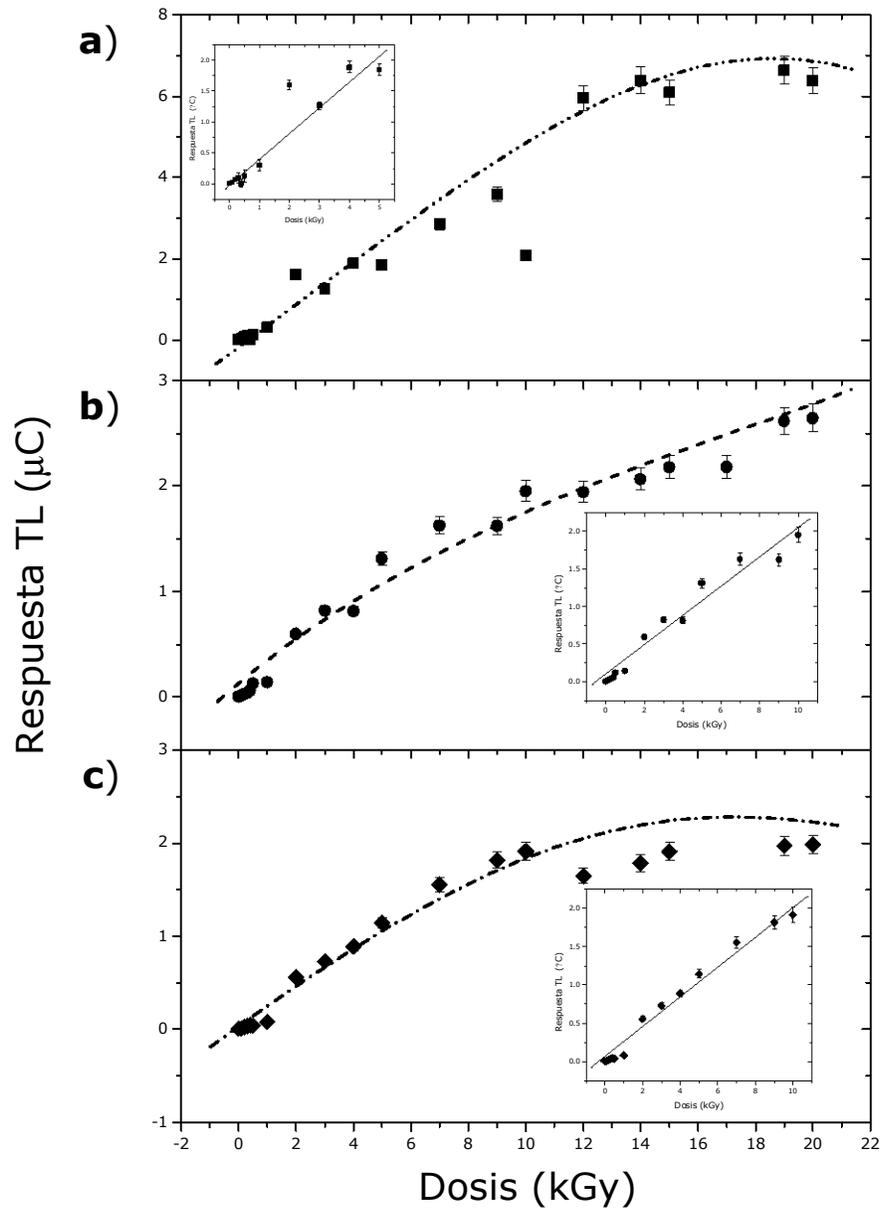


Figura 3.9. Comportamiento de poliminerales de 10 μm del nopal deshidratado expuesto a diferentes dosis. a) agua bidestilada, b) peróxido de hidrógeno, c) alcohol etílico.

Los resultados mostrados en Figura 3.9 indican que los poliminerales extraídos con agua bidestilada tienen una respuesta lineal a la dosis hasta 5 kGy, mientras que para alcohol etílico y peróxido de hidrógeno hasta 10 kGy. Sería interesante determinar la linealidad de la respuesta a la dosis menor de 1 kGy.

En general las señales TL aumentan con la dosis, aunque después de 10 kGy la respuesta TL presenta saturación y diferente comportamiento de incremento de las señales debido al incremento de la dosis absorbida en los poliminerales. Durante la formación de los poliminerales, las condiciones ambientales generaron defectos tales como vacancias que pueden ser trampas para los pares de electrones o huecos que se generan durante la irradiación, que en general juegan un papel importante para formar la región lineal de la dosis-respuesta y enseguida se forma la región de saturación. Esta región se debe principalmente al desequilibrio de los pares formados durante la irradiación a dosis muy altas, que en este caso se aprecia a partir de 10 kGy. Similares comportamientos se habían encontrados en muestras de Orégano y Chile guajillo (Teuffer, 2005) que ya fueron estudiadas en este mismo proyecto académico de alimentos irradiados. Las principales diferencias están en la región lineal de las curvas de dosis-respuesta conforme la dosis fue aumentando. Los resultados aquí muestran también que la ubicación de los niveles de saturación de las respuestas TL son similares para las distintas extracciones.

3.3.2. Poliminerales con tamaño de 74 μm

Para los poliminerales con tamaño de partícula de 74 μm las curvas de brillo presentan una respuesta TL aumentando conforme aumenta la dosis de radiación. Estas también son bandas anchas (Figuras 3.10 y 3.11) que se ubican entre 43-348°C y siguen presentando dos emisiones máximas. Para los poliminerales extraídos con agua bidestilada el primer pico se ubica entre 154-185°C y el segundo en 244-310°C. Para los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno, las curvas de brillo también exhiben dos emisiones máximas la primera se encuentra entre 150-184°C y la segunda entre 236-298°C. Mientras para los poliminerales extraídos con alcohol etílico, nuevamente tiene dos emisiones máximas la primera se presenta entre 150-180°C y la segunda entre 248-278°C.

La respuesta TL más alta se presentó en los poliminerales extraídos con alcohol etílico, esto se debe a que en esta extracción existe mayor cantidad de anortoclasa (78.4%), lo cual hace que tenga una respuesta TL más alta comparada con las otras extracciones.

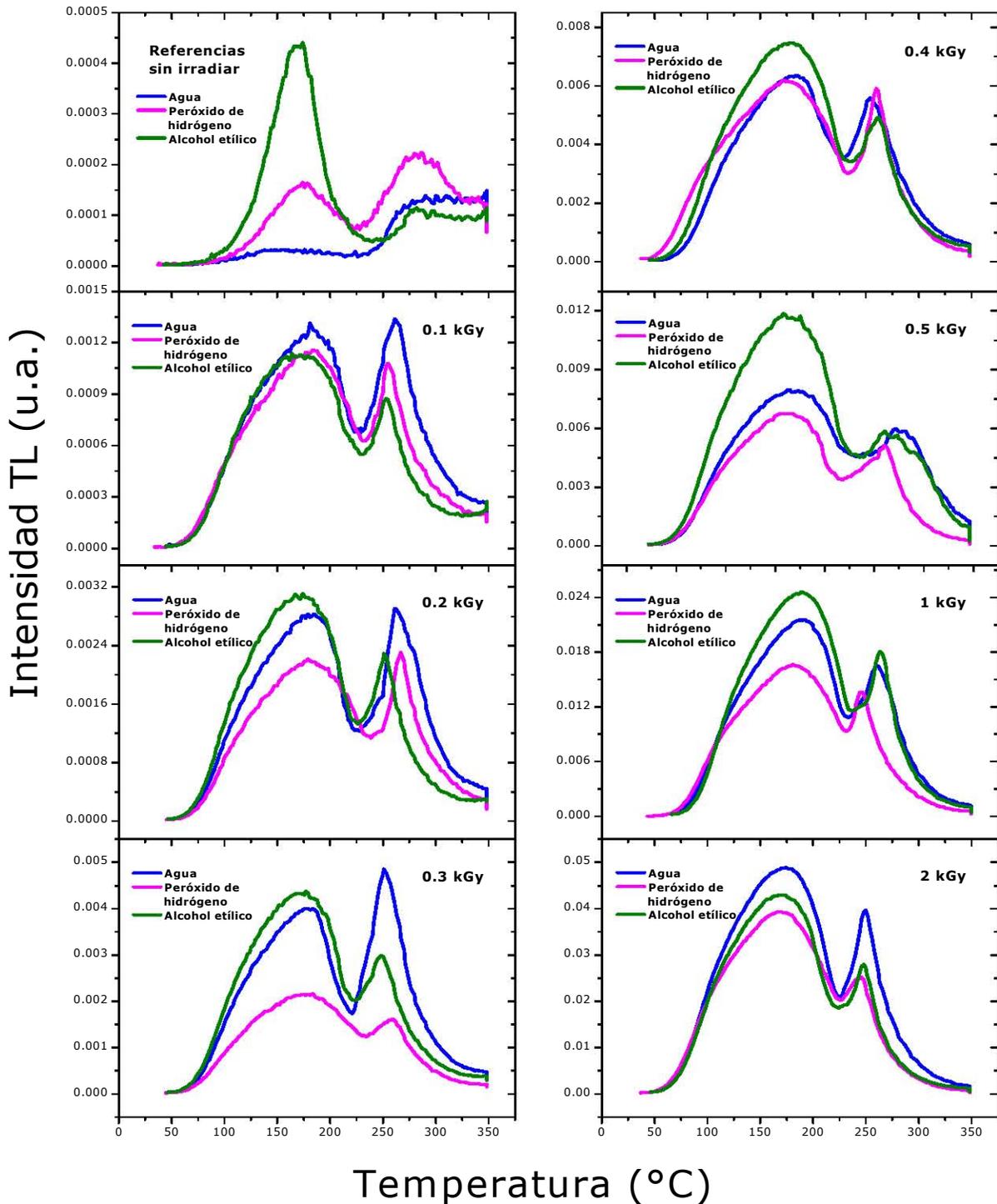


Figura 3.10. Curvas de brillo de poliminerales irradiados de 0.1-2 kGy de las extracciones con agua bidestilada, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico con un tamaño de partícula de 74 μm .

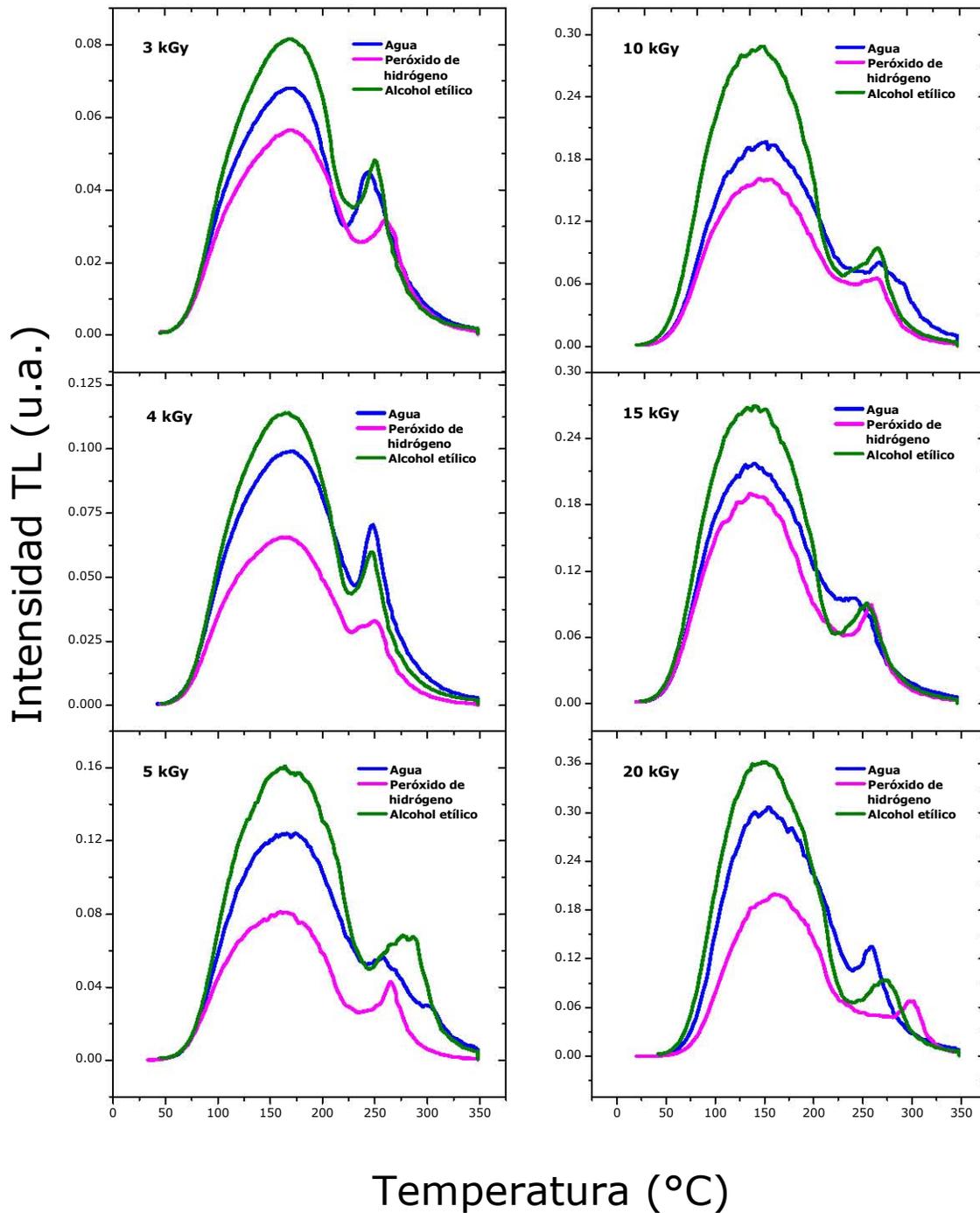


Figura 3.11. Curvas de brillo de poliminerales expuestos de 3-20 kGy.

La respuesta TL de los poliminerales extraídos con agua bidestilada resultó menor que la de alcohol etílico, aunque presentaron respuestas similares a la dosis de 10 kGy, valor en que termina la región lineal de la dosis-respuesta para el caso de 74 μm (Figura 3.12). Para este tamaño de partícula 74 μm , la respuesta TL más baja se obtuvo con el peróxido

de hidrógeno debido probablemente a la presencia de menor cantidad de anortoclasa (76.1%, Tabla 3.1).

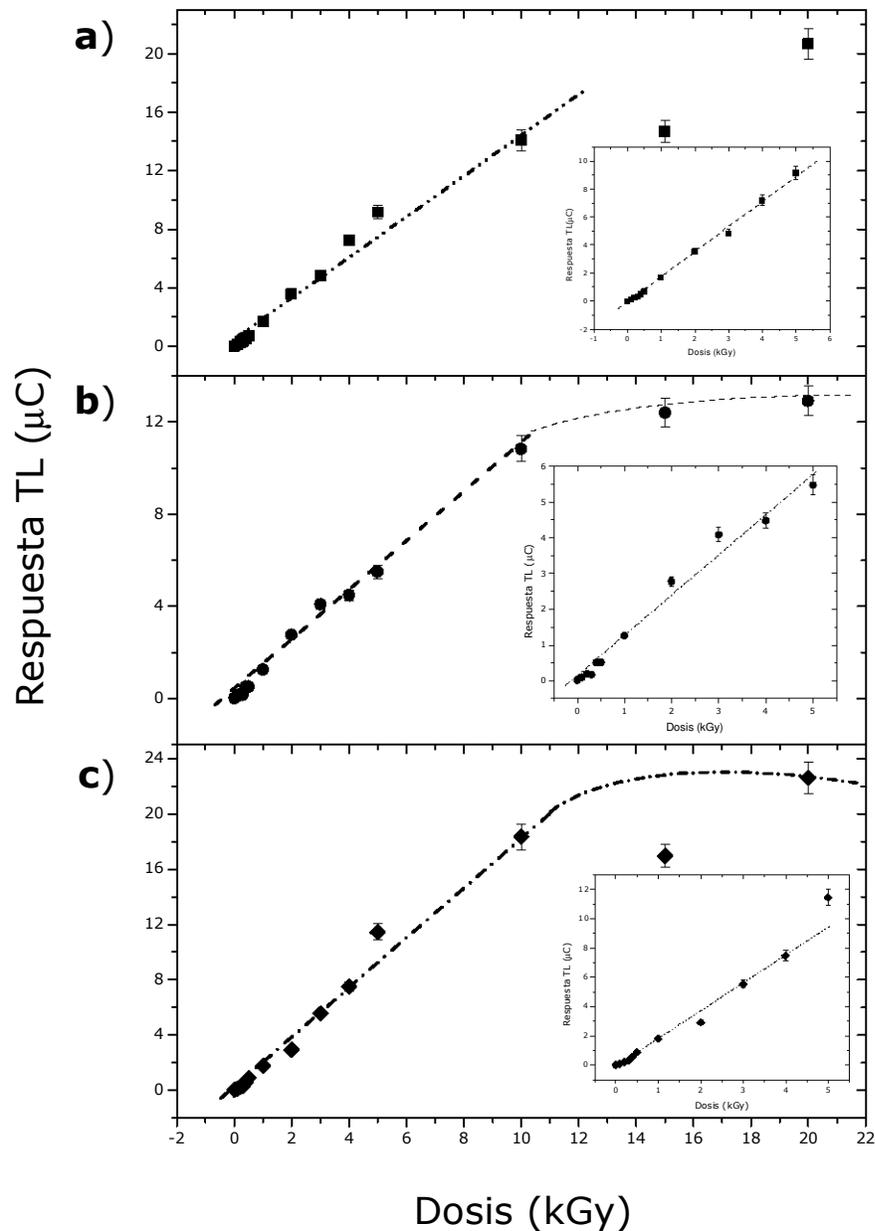


Figura 3.12. Comportamiento de poliminerales de 74 μm de nopal deshidratado expuesto a diferentes dosis. a) agua bidestilada, b) peróxido de hidrógeno, c) alcohol etílico.

Los resultados de la respuesta a la dosis indican que para los poliminerales extraídos con agua bidestilada la linealidad está hasta 5 kGy (Figura 3.12), lo mismo para alcohol etílico y peróxido de hidrógeno.

En general la tendencia de las curvas de brillo son fácilmente detectables y exhiben una buena linealidad de las dosis-respuesta.

Al analizar los datos obtenidos hasta aquí, surgió la inquietud sobre la participación de los componentes minerales; pues en general el comportamiento de las curvas de brillo son semejantes entre sí aún extrayendo los poliminerales con distintos reactivos, y distintos tamaños de partícula. Además sabemos los tipos de minerales que componen al polimineral extraído de las muestras. Las preguntas específicas serían: ¿Qué proporción o partes de las curvas TL son debidas a los biominerales?, ¿y será posible hallar la contribución de la fracción mineral a la curva TL total?.

Para contestar a esas preguntas, se eligieron tres muestras de polimineral del Nopal de cada extracción (agua bidestilada, alcohol etílico y peróxido de hidrógeno) con un mismo tamaño de partícula de 74 μm . Se incineraron a 450°C para eliminar la mayor parte de biominerales incluyendo posibles restos de materia orgánica, y se irradiaron a 3 kGy en el irradiador Gammabeam. Las curvas de brillo (Figura 3.13) en las tres extracciones mostraron que existe un pico máximo angosto muy bien definido e intenso alrededor de 143°C y otros dos en las regiones de mayor temperatura, recordando que el cuarzo emite una TL intensa en 110, 230 y en 325-330°C lo cual concuerda con el pico de 143°C obtenido en las muestras aquí incineradas. Adicionalmente a ello, el feldespatos se ubica entre 274-283°C (Urbina, 1998) en hierbas y especias.

Este dato del feldespatos está cercano al segundo pico mostrado por las muestras de nopal que se ubicaron en: 297-301°C. El tercer pico que aparece en las medidas TL de las muestras incineradas se ubicó entre 375-377°C lo cual se debe a la contribución del cuarzo principalmente con la participación del feldespatos cuyo efecto es ensanchar más las curvas de brillo de las muestras incineradas. Por lo que estas muestras exhiben la contribución solamente de la fracción inorgánica mineral (cuarzo y anortoclasa), y se ha eliminado la parte de biomineral que contribuía a la TL total.

Finalmente la estructura ancha de las curvas de brillo encontradas en el resto de la tesis son también debidas a la contribución de la parte de biomineral presentes en las muestras estudiadas.

Cabe señalar que el biomineral presente (whewellita y weddellita), ambos oxalatos experimentan un proceso de descomposición térmica similar que ocurre en tres etapas:

- ❖ **Primera etapa:** Se produce la total deshidratación de las especies y tiene lugar a temperaturas comprendidas entre 100 y 200°C, dependiendo del tamaño de partícula de la muestra y la velocidad de calentamiento.
- ❖ **Segunda etapa:** Se produce la transformación del oxalato de calcio anhidro a carbonato cálcico mediante la eliminación de una molécula de monóxido de carbono, este proceso tiene lugar generalmente, en intervalo de temperatura comprendido entre 400 y 500°C.
- ❖ **Tercera etapa:** Corresponde a la descomposición del carbonato cálcico para dar mediante un proceso endotérmico, óxido de calcio y dióxido de carbono, esta etapa aparece entre 650 y 850°C.

Para eliminar el óxido de calcio se tiene que calcinar la muestra a 2570°C que es el punto de fusión del óxido de calcio.

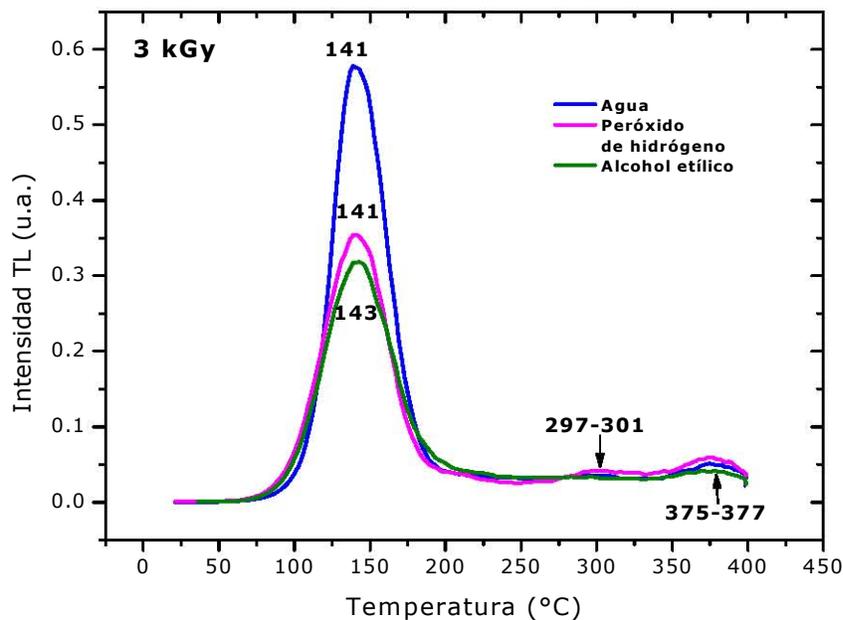


Figura 3.13. Comportamiento de las curvas de brillo TL de poliminerales extraídos con agua, peróxido y alcohol etílico. Muestras calcinadas a 450°C y 3 kGy.

3.4. Comparación TL entre tamaños de partícula y límite de detección del nopal irradiado

3.4.1. Poliminerales extraídos con agua bidestilada

Las curvas de brillo de los poliminerales extraídos con agua bidestilada con diferente tamaño de partícula 10 y 74 μm se muestran en la Figura 3.14. El tamaño de partícula 74 μm exhibe una intensidad mayor así como de respuesta TL y el segundo pico en las curvas de brillo es muy apreciable hasta 4 kGy y a mayor dosis tiende a disminuir probablemente a la saturación que empieza a presentar el polimineral. Para los dos tamaños de partícula se obtuvieron bandas anchas ubicadas entre 50°C y 348°C en general. Sin embargo los resultados (Tabla 3.3) muestran que al aumentar la dosis el cociente siempre fue mayor a la unidad, indicando que las muestras habían sido irradiadas, salvo el caso donde las muestras de referencias para 10 y 74 μm la respuesta fue menor a la unidad y las muestras efectivamente no habían sido irradiadas. A partir de la dosis inmediata de 0.5 kGy la respuesta TL es mayor a la unidad indicando que habían sido irradiadas. Así en la respuesta a la dosis de los poliminerales a diferentes dosis de irradiación presentaron la región lineal hasta 5 kGy para ambos casos de tamaño de partícula, en esa región lineal el aumento de la dosis es proporcional al aumento de la respuesta TL para después iniciar una región de saturación a la radiación.

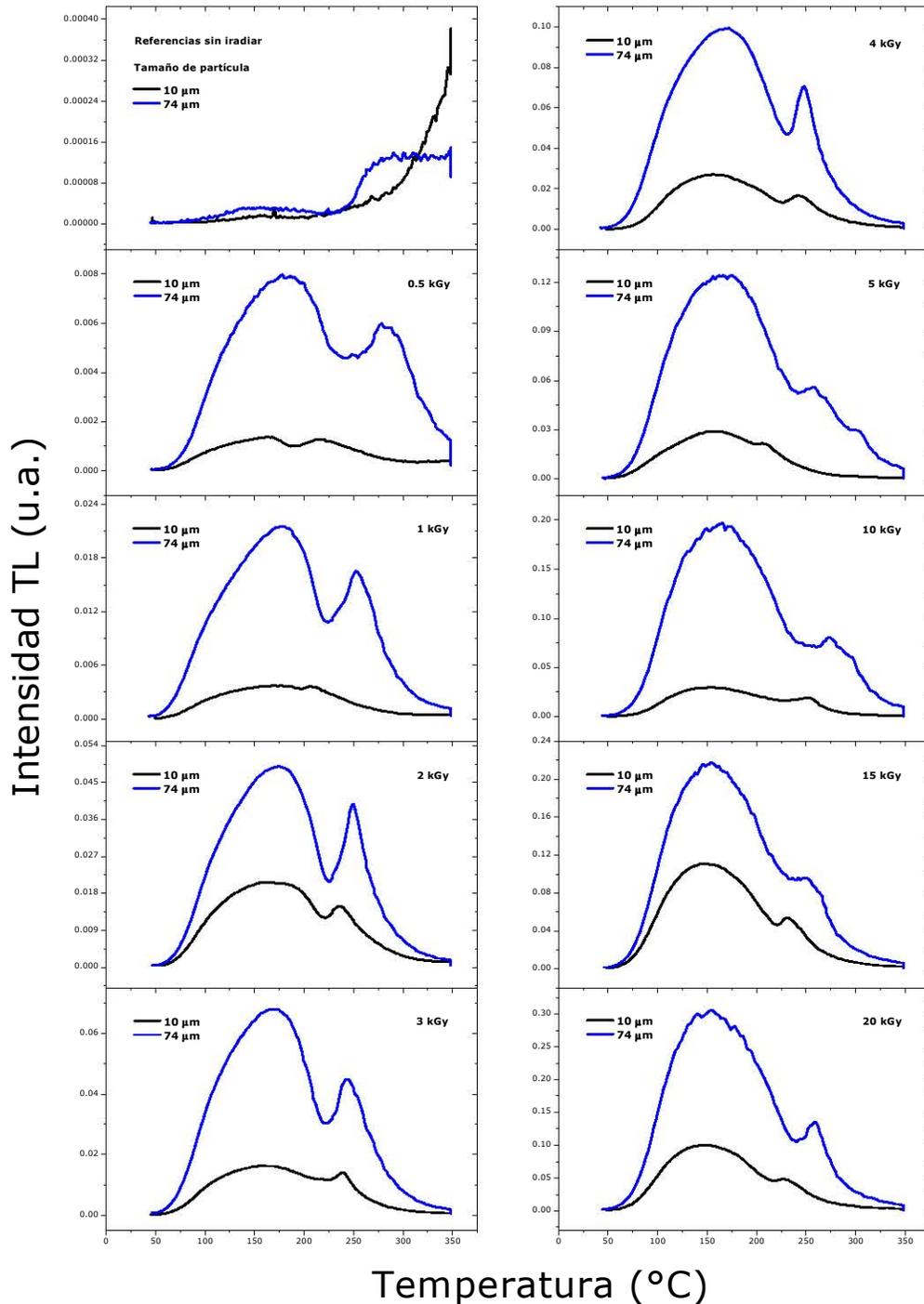


Figura 3.14. Comparación de curvas de brillo entre tamaños de partícula de 10 y 74 μm de poliminerales extraídos con agua bidestilada.

En los procesos de irradiación de los productos, normalmente se especifican los límites de dosis que son los adecuados para conseguir los fines deseados. En el caso del nopal deshidratado, las dosis para sanitización se ubican entre 2 hasta 10 kGy dependiendo de la

contaminación que presente el producto. Sin embargo, surge inmediatamente la necesidad de determinar si el producto ha sido irradiado o no. Aquí el asunto de la dosimetría se realiza previamente por lo que el problema principal en la irradiación se reduce momentáneamente a la identificación de las muestras o el producto irradiado. Para esto consideramos determinar el límite de detección cuando el Nopal fue irradiado de tal manera que se pueda discriminar si ha sido irradiado o no.

Para la determinar el límite mínimo de detección de las muestras irradiadas de ambos tamaños de partícula, 10 y 74 μm , se consideró el cociente de las respuestas TL de la muestra irradiada entre la no irradiada, T_{Li}/T_{Lni} . Se pueden presentar tres casos: $T_{Li}/T_{Lni} > 1$, indicaría que la muestra fue irradiada, si el cociente es < 1 entonces la muestra no fue irradiada, pero cuando $T_{Li}/T_{Lni} = 1$ indicaría que no se puede definir si la muestra fue irradiada o no, pues ambas señales serían iguales.

Este caso, el límite mínimo de detección TL se encontró en 0.1 kGy para el tamaño de 10 μm , y de acuerdo al cociente de la identidad TL para esa misma dosis se observó que para 74 μm el cociente de la señal TL fue aproximadamente 5 veces mayor al coeficiente TL de 10 μm .

En general la tendencia de los límites de detección TL varió entre 5 y 10 veces la lectura entre los tamaños de partícula conforme aumentó la dosis hasta 10 kGy. El cociente TL refleja también el efecto de la saturación en los poliminerales, llegando hasta la dosis de 20 kGy donde es 5 veces mayor el límite de la detección de 74 μm .

Tabla 3.3. Determinación de muestras irradiadas y límite de detección TL. Poliminerales extraídos con agua bidestilada, tamaños de partícula 10 y 74 μm .

**EXTRACCIÓN DE POLIMINERALES DE NOPAL
CON AGUA BIDESTILADA**

| Dosis (kGy) | Tamaño de partícula (μm) | Respuesta TL (μC) | Temperatura máxima ($^{\circ}\text{C}$) | | Cociente TL de identidad $\text{TL}_{\text{irradiada}}/\text{TL}_{\text{no irradiada}}$ |
|----------------|--|--------------------------------------|---|-----------------|--|
| | | | Primer pico | Segundo pico | |
| 0 | 10 | 0.01791 | --- | --- | --- |
| | 74 | 0.01159 | 156 | 300 | --- |
| 0.1 | 10 | 0.03397 | 174 | 299 | 1.9 |
| | 74 | 0.1162 | 181 | 261 | 10.0 |
| 0.2 | 10 | 0.07717 | 184 | 273 | 4.3 |
| | 74 | 0.2438 | 185 | 261 | 21.0 |
| 0.3 | 10 | 0.1004 | 174 | 278 | 5.6 |
| | 74 | 0.338 | 179 | 251 | 29.2 |
| 0.4 | 10 | 0.1288 | 174 | 299 | 7.2 |
| | 74 | 0.5074 | 184 | 254 | 43.8 |
| 0.5 | 10 | 0.1282 | 168 | 218 | 7.2 |
| | 74 | 0.7027 | 178 | 281 | 60.6 |
| 1 | 10 | 0.308 | 168 | 208 | 17.2 |
| | 74 | 1.675 | 180 | 252 | 144.5 |
| 2 | 10 | 1.601 | 166 | 236 | 89.4 |
| | 74 | 3.566 | 174 | 250 | 307.7 |
| 3 | 10 | 1.265 | 158 | 238 | 70.6 |
| | 74 | 4.850 | 168 | 244 | 418.5 |
| 4 | 10 | 1.886 | 156 | 241 | 105.3 |
| | 74 | 7.211 | 172 | 248 | 622.2 |
| 5 | 10 | 1.847 | 154 | 206 | 103.1 |
| | 74 | 9.175 | 174 | 256 | 791.5 |
| 10 | 10 | 2.075 | 154 | 252 | 115.9 |
| | 74 | 14.07 | 166 | 274 | 1213.9 |
| 15 | 10 | 6.093 | 150 | 232 | 340.2 |
| | 74 | 14.70 | 154 | 250 | 126.8 |
| 20 | 10 | 6.377 | 144 | 226 | 356.1 |
| | 74 | 20.66 | 154 | 258 | 1782.6 |

3.4.2. Poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno

Al comparar en las dosis de 0.1-20 kGy las curvas de brillo de los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno en ambos tamaños de partícula, se encontró que la respuesta TL así como la intensidad es mayor para los poliminerales con un tamaño de partícula de 74 μm en comparación con los de 10 μm . Las curvas de brillo se localizaron aproximadamente entre 36 $^{\circ}\text{C}$ y 348 $^{\circ}\text{C}$ en los dos tamaños de partícula (Figura 3.15). Los

picos de las curvas de brillo se presentaron en promedio a 159°C, mientras el segundo pico se localizó en promedio a 257°C. Se pudo observar que a partir de 10 kGy la forma

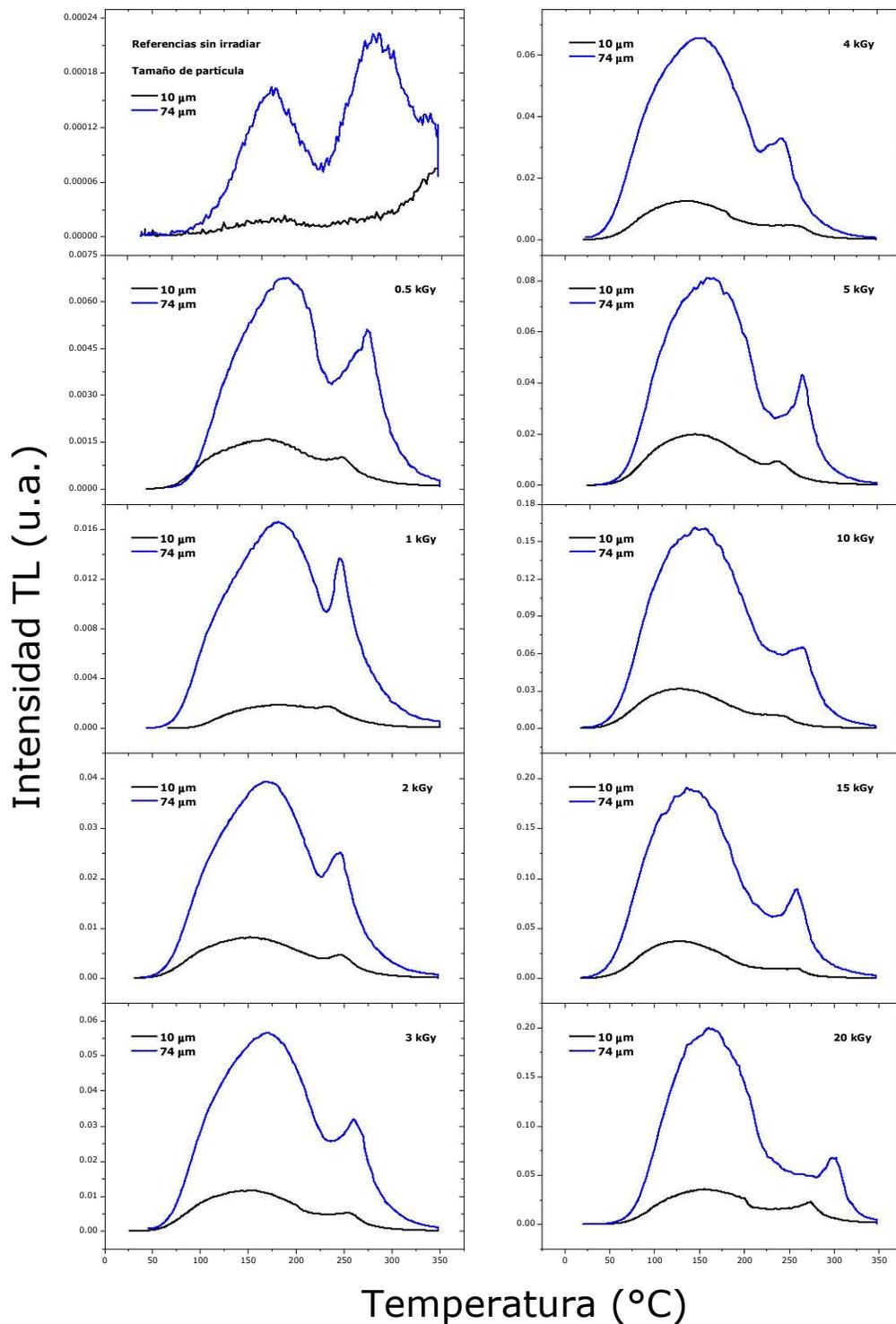


Figura 3.15. Comparación de curvas de brillo entre tamaños de partícula de 10 y 74 μm de poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno.

de las curvas de brillo cambian ligeramente, cuyo cambio está relacionado con las dosis altas que fueron expuestas las muestras y el daño generado por la radiación ionizante es severo. El cambio puede analizarse calculando los parámetros cinéticos de energía y frecuencia de las trampas donde habrían sido atrapadas las cargas generadas por la radiación. Sin embargo este cálculo está fuera del alcance de la tesis y es un trabajo que está en desarrollo.

En la respuesta a la dosis, Figura 3.16, el comportamiento de estos a diferentes dosis de exposición a los rayos gamma para ambos tamaños existe una región lineal para los poliminerales de 10 μm esta región se presenta en dosis de 0.5 a 10 kGy. En el caso de los poliminerales con mayor tamaño de partícula (74 μm) la región lineal se presentó de 0.5 a 5 kGy.

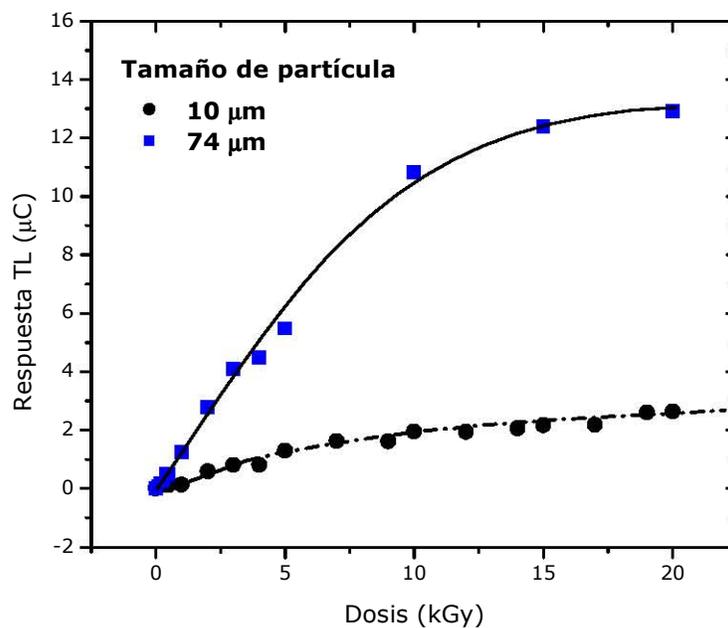


Figura 3.16. Comparación del comportamiento de poliminerales expuestos a diferentes dosis de irradiación y tamaño de partícula. Extracción con peróxido de hidrógeno.

Después de 5 y 10 kGy se presentó un pequeño aumento que se observa como inicio de la saturación a la dosis en los poliminerales de 74 μm . Los límites de detección del polimineral extraído con peróxido de hidrógeno se ubicaron en 0.1 kGy donde el cociente

de la identidad fue 4 veces mayor entre los tamaños de partícula (Tabla 3.4). El comportamiento del cociente TL entre los dos tamaños de partícula se ubicaron entre 4 y 1.5 veces los límites de detección conforme se incrementó la dosis.

Tabla 3.4. Comparación de resultados de poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno con un tamaño de partícula de 10 μm y 74 μm .

| EXTRACCIÓN DE POLIMINERALES DE NOPAL CON PERÓXIDO DE HIDRÓGENO | | | | | |
|---|--|-----------------------------------|--|-----------------|--|
| Dosis (kGy) | Tamaño de partícula (μm) | Respuesta TL (μm) | Temperatura máxima ($^{\circ}\text{C}$) | | Cociente TL de identidad $\text{TL}_{\text{irradiada}}/\text{TL}_{\text{no irradiada}}$ |
| | | | Primer pico | Segundo pico | |
| 0 | 10 | 0.005794 | --- | --- | --- |
| | 74 | 0.01230 | 174 | 313 | ---- |
| 0.1 | 10 | 0.01329 | 176 | 256 | 2.3 |
| | 74 | 0.09952 | 184 | 255 | 8.1 |
| 0.2 | 10 | 0.02820 | 178 | --- | 4.9 |
| | 74 | 0.1890 | 179 | 267 | 15.4 |
| 0.3 | 10 | 0.03959 | 177 | 269 | 6.8 |
| | 74 | 0.1732 | 184 | 256 | 14.1 |
| 0.4 | 10 | 0.06006 | 177 | --- | 10.4 |
| | 74 | 0.5158 | 172 | 260 | 41.9 |
| 0.5 | 10 | 0.1259 | 154 | 238 | 21.7 |
| | 74 | 0.5128 | 178 | 267 | 5.4 |
| 1 | 10 | 0.1428 | 172 | 220 | 24.6 |
| | 74 | 1.268 | 168 | 236 | 68.2 |
| 2 | 10 | 0.5958 | 152 | 246 | 102.8 |
| | 74 | 2.778 | 168 | 246 | 149.5 |
| 3 | 10 | 0.8188 | 150 | 252 | 141.3 |
| | 74 | 4.094 | 172 | 260 | 220.3 |
| 4 | 10 | 0.8161 | 154 | 260 | 140.8 |
| | 74 | 4.48 | 166 | 250 | 241.1 |
| 5 | 10 | 1.312 | 144 | 238 | 226.4 |
| | 74 | 5.484 | 160 | 264 | 295.2 |
| 10 | 10 | 1.847 | 140 | 246 | 337.1 |
| | 74 | 10.83 | 160 | 271 | 582.8 |
| 15 | 10 | 2.177 | 140 | 263 | 375.7 |
| | 74 | 12.40 | 150 | 266 | 667.4 |
| 20 | 10 | 2.645 | 158 | 246 | 456.5 |
| | 74 | 12.91 | 160 | 298 | 694.8 |

3.4.3. Poliminerales extraídos con alcohol etílico

Las curvas de brillo de la comparación muestran resultados similares que en los casos de agua bidestilada y peróxido de hidrógeno. A mayor tamaño de partícula tienen una mayor intensidad y respuesta TL, Figura 3.17. Las curvas de brillo inician en un promedio de

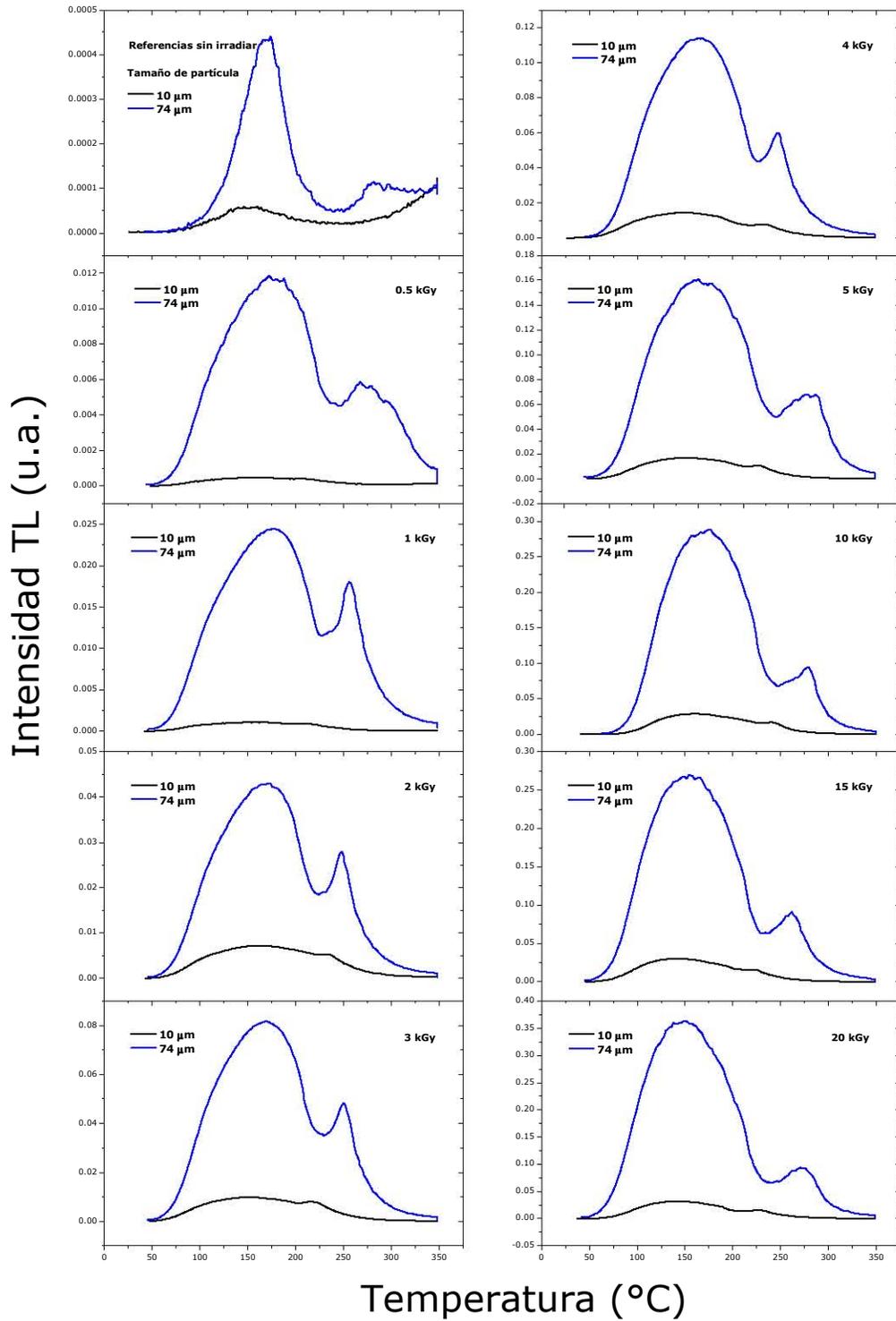


Figura 3.17. Comparación de curvas de brillo entre tamaños de partícula de 10 y 74 μm de poliminerales extraídos con alcohol etílico.

temperatura de 41.5°C y terminan en 348°C. También se tienen dos máximos para ambos casos el primero aparece en un promedio de 159°C y el segundo en 242°C. Los máximos para el tamaño de partícula de 10 μm no se pueden apreciar en esta comparación pero si en las Figuras 3.4 y 3.5. Esto es porque la intensidad TL es mayor en los poliminerales de mayor tamaño de partícula (74 μm), y disminuye la intensidad a menor tamaño de partícula (10 μm) por lo que la curva de brillo se observa prácticamente sin máximos.

En general, el comportamiento de la respuesta va aumentando conforme aumenta la dosis de exposición (Figura 3.18), para ambos casos existe una región lineal; para 10 μm se tiene de 0.5 a 10 kGy, y para 74 μm se tuvo de 0.5-5 kGy. También se observó una saturación en 10 kGy para los dos tamaños.

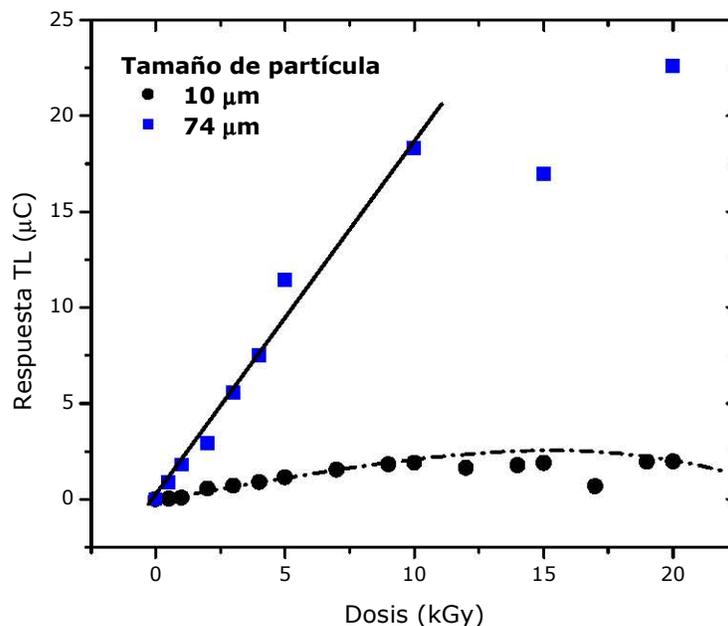


Figura 3.18. Comparación del comportamiento de poliminerales de 10 y 74 μm expuestos a diferentes dosis de irradiación. Extracción con alcohol etílico.

En cuanto al límite de detección del polimineral irradiado, el comportamiento del cociente TL de detección en los dos tamaños de partícula se ubicó en 0.1 kGy (Tabla 3.5). El cociente de la señal TL fue aproximadamente 3 y 4 veces mayor al cociente TL de 10 μm , aunque en los casos de 0.5 y 1 kGy el límite fue 10 y 9 veces mayor que en los otros casos. Los límites de detección se incrementaron conforme a la dosis.

El comportamiento de los límites de detección reflejan en general las tendencias de las saturaciones, y las respuestas TL a las dosis, variaron dependiendo del tamaño de partícula y en menor grado del tipo de reactivo utilizado para las extracciones del polimineral (Tabla 3.5).

Tabla 3.5. Comparación de resultados de poliminerales extraídos con alcohol etílico con un tamaño de partícula de 10 μm y 74 μm .

**EXTRACCIÓN DE POLIMINERALES DE NOPAL
CON ALCOHOL ETÍLICO**

| Dosis (kGy) | Tamaño de partícula (μm) | Respuesta TL (μC) | Temperatura máxima ($^{\circ}\text{C}$) | | Cociente TL de identidad $\text{TL}_{\text{irradiada}}/\text{TL}_{\text{no irradiada}}$ |
|-------------|---------------------------------------|--------------------------------|---|--------------|--|
| | | | Primer pico | Segundo pico | |
| 0 | 10 | 0.009137 | 150 | --- | --- |
| | 74 | 0.02192 | 170 | --- | --- |
| 0.1 | 10 | 0.01203 | 188 | --- | 1.3 |
| | 74 | 0.0952 | 164 | 253 | 4.3 |
| 0.2 | 10 | 0.02688 | 178 | 258 | 2.9 |
| | 74 | 0.2322 | 174 | 251 | 10.6 |
| 0.3 | 10 | 0.03919 | 171 | 258 | 4.3 |
| | 74 | 0.323 | 177 | 248 | 14.7 |
| 0.4 | 10 | 0.04865 | 189 | --- | 5.3 |
| | 74 | 0.5651 | 180 | 262 | 25.8 |
| 0.5 | 10 | 0.04315 | 158 | 206 | 4.7 |
| | 74 | 0.8665 | 172 | 278 | 40.8 |
| 1 | 10 | 0.08535 | 158 | 210 | 9.3 |
| | 74 | 1.81 | 176 | 256 | 82.6 |
| 2 | 10 | 0.561 | 162 | 232 | 61.4 |
| | 74 | 2.925 | 172 | 248 | 133.4 |
| 3 | 10 | 0.7299 | 152 | 216 | 79.8 |
| | 74 | 5.55 | 170 | 250 | 253.2 |
| 4 | 10 | 0.8907 | 148 | 233 | 97.5 |
| | 74 | 7.501 | 168 | 248 | 342.2 |
| 5 | 10 | 1.145 | 150 | 228 | 125.3 |
| | 74 | 11.46 | 164 | 276 | 522.8 |
| 10 | 10 | 1.913 | 144 | 230 | 209.3 |
| | 74 | 13.80 | 160 | 272 | 836.2 |
| 15 | 10 | 1.909 | 142 | 220 | 208.9 |
| | 74 | 17.51 | 160 | 276 | 773.7 |
| 20 | 10 | 1.981 | 144 | 226 | 216.7 |
| | 74 | 22.62 | 150 | 276 | 1031.9 |

En resumen, el comportamiento TL para 74 μm el nivel de saturación fue de 5 kGy en las tres extracciones, y para 10 μm la saturación estuvo en 5 kGy para agua y 10 kGy para peróxido de hidrógeno y alcohol etílico. Aunque cabe decir que las curvas de brillo fueron más reproducibles en su forma para este último tamaño de partícula Tabla 3.6.

Tabla 3.6 Nivel de saturación con la dosis de las señales TL del *Opuntia ficus-indica*.

| Tamaño de partícula (μm) | Dosis (kGy) | | |
|--|------------------|-----------------------|-----------------|
| | Agua bidestilada | Peróxido de hidrógeno | Alcohol etílico |
| 10 | 5 | 10 | 10 |
| 74 | 5 | 5 | 5 |

3.5. Características TL de poliminerales de 10, 53, 74, 149, 250, 420 μm y “todos los tamaños” expuestos a 3 kGy

Al analizar el comportamiento TL de los poliminerales de 10 y 74 μm expuestos a una serie larga de dosis gamma se eligió una dosis en el intervalo lineal de la dosis-repuesta de ambos tamaños de partícula, y se irradiaron a 3 kGy. Se compararon y analizaron las características TL de todos los distintos tamaños de partícula con la finalidad de buscar la mejor alternativa del tamaño de partícula adecuado para la detección TL.

La variación de las respuestas TL respecto del tamaño de partícula que presentaron los poliminerales van cambiando conforme aumenta el tamaño, las curvas de brillo más definidas son las de 10 y 74 μm . Para 53 μm que es el intermedio entre estos dos tamaños puede observarse en la Figura 3.19, el primer pico está un poco definido mientras que el segundo pico es menos definido en su forma. También podemos observar cómo va afectando el tamaño de partícula al segundo pico pues a medida que aumenta el tamaño de partícula ese pico se va disminuyendo transformando a la curva de brillo en una banda ancha y con un solo pico. Esta caracterización TL con los distintos tamaños de partícula, indicaría que para realizar un análisis sistemático TL del nopal, la mejor opción será elegir un determinado tamaño de partícula, por ejemplo 10 ó 74 μm , y 53 μm , en las cuales las señales TL fueron muy similares entre sí.

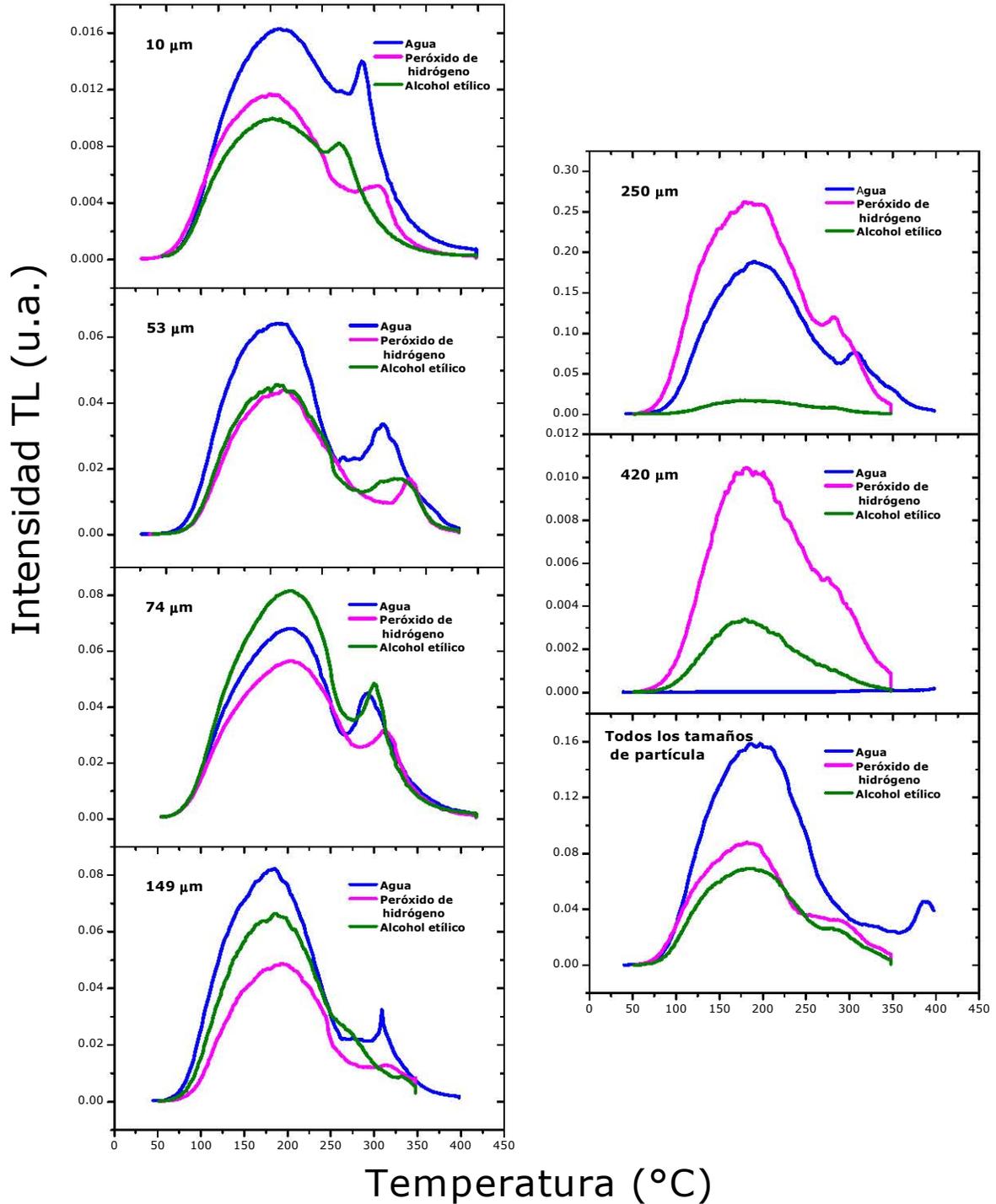


Figura 3.19. Curvas de brillo de poliminerales irradiados a 3 kGy, con diferente tamaño de partícula.

Al buscar una cierta tendencia de la respuesta TL en función del tamaño de partícula, en general la respuesta aumenta conforme aumenta el tamaño de partícula del polimineral del nopal, de manera similar ocurre en las tres extracciones; en agua, peróxido de

hidrógeno y alcohol etílico (Figura 3.20), excepto en este último caso donde el tamaño de partícula de 250 μm la señal integrada como respuesta TL disminuye respecto a las medidas anteriores probablemente debido a una autoabsorción de la luz emitida por la muestra. A mayores tamaños de partícula (420 μm y "todos los tamaños") no se observó una tendencia clara de aumento de la respuesta TL.

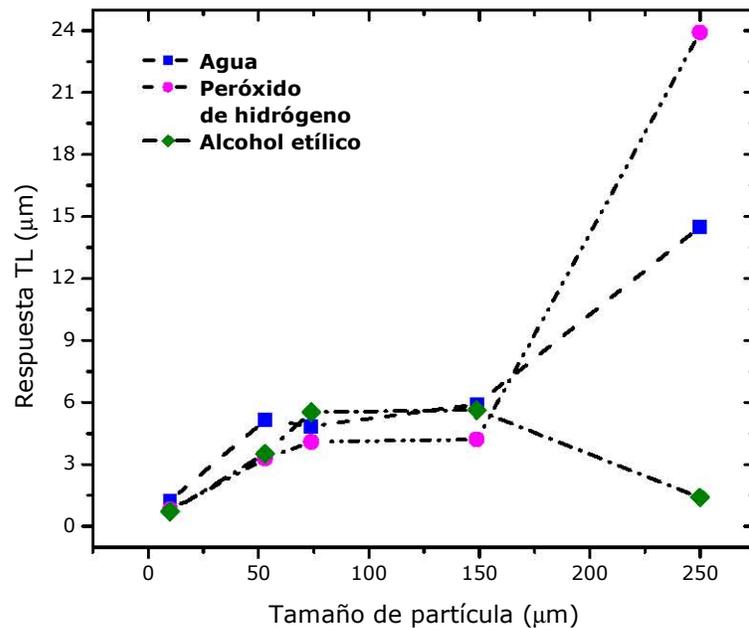


Figura 3.20. Respuesta TL de poliminerales de nopal expuestos a 3 kGy con 10, 53, 74, 149 y 250 μm .

En la Tabla 3.7, se muestran los resultados de las muestras irradiadas a 3 kGy con tamaños de partícula: 10, 53, 74, 149, 250, 420 μm y "todos los tamaños" que significa las muestras tal como se extrajeron del nopal deshidratado. Los resultados muestran que para una mejor identificación TL de las muestras fue mejor las extracciones de peróxido de hidrógeno y de agua. Aunque en general la detección o identificación TL son muy claras sin lugar a dudas de muestras que no habían sido irradiadas generando cocientes de alto valor, con lo que se puede concluir que el nopal irradiado puede identificarse claramente del que no lo está, aún considerando cualquier reactivo para la extracción del nopal deshidratado.

Tabla 3.7. Comparación de resultados de poliminerales extraídos con distintos reactivos y diferentes tamaños de partícula, expuestos a 3 kGy.

| Extracción con agua bidestilada | | | | |
|---|--------------------------|--------------------------------|---------------------|--|
| Tamaño de partícula (µm) | Respuesta TL (µC) | Temperatura máxima (°C) | | Cociente TL de identidad TL_{irradiada}/TL_{no irradiada} |
| | | Primer pico | Segundo pico | |
| 10 | 1.265 | 158 | 238 | 70.6 |
| 53 | 5.167 | 193 | 309 | 7783.9 |
| 74 | 4.85 | 168 | 244 | 418.5 |
| 149 | 5.91 | 185 | 309 | 185.8 |
| 250 | 14.2 | 191 | 307 | 1491.9 |
| 420 | 15.47 | --- | ---- | 430.4 |
| TODOS LOS TAMAÑOS | 12.42 | 197 | 387 | 70.6 |
| Extracción con peróxido de hidrógeno | | | | |
| Tamaño de partícula (µm) | Respuesta TL (µC) | Temperatura máxima (°C) | | Cociente TL de identidad TL_{irradiada}/TL_{no irradiada} |
| | | Primer pico | Segundo pico | |
| 10 | 0.8188 | 150 | 252 | 1414.2 |
| 53 | 3.278 | 197 | 341 | 718.5 |
| 74 | 4.094 | 172 | 260 | 353.2 |
| 149 | 4.214 | 194 | 314 | 697.2 |
| 250 | 23.9 | 186 | 282 | 4003.3 |
| 420 | 0.9268 | 179 | 276 | 147.4 |
| TODOS LOS TAMAÑOS | 7.681 | 182 | 282 | 893.4 |
| Extracción con alcohol etílico | | | | |
| Tamaño de partícula (µm) | Respuesta TL (µm) | Temperatura máxima (°C) | | Cociente TL de identidad TL_{irradiada}/TL_{no irradiada} |
| | | Primer pico | Segundo pico | |
| 10 | 0.7299 | 152 | 216 | 79.8 |
| 53 | 3.522 | 193 | 322 | 644.6 |
| 74 | 5.55 | 177 | 248 | 253.2 |
| 149 | 5.637 | 186 | 332 | 662.2 |
| 250 | 1.413 | 179 | --- | 140.2 |
| 420 | 0.4085 | 179 | 281 | 205.7 |
| TODOS LOS TAMAÑOS | 6.142 | 188 | 281 | 959.7 |

3.6. Reproducibilidad de la respuesta termoluminiscente de los poliminerales irradiados

Una vez determinado que los tamaños de partícula de 10 y 74 μm son adecuados para el análisis TL, se evaluó la reproducibilidad de las respuestas TL de las muestras. Se irradiaron 20 muestras de polimineral de Nopal a dosis de 3 y 10 kGy, y se leyeron respectivamente. Estas dosis se eligieron por estar en el intervalo lineal de la curva dosis-respuesta. Se encontró que a menor dosis de 3 kGy, y tamaño de partícula (10 μm) la reproducibilidad es mejor que a dosis de 10 kGy y tamaño de 74 μm . En general se obtuvo un mejor comportamiento de la reproducibilidad cuando el tamaño se mantuvo en 10 μm (Figura 3.21 y Figura 3.22), esto hace suponer que para un control de las dosis en las irradiaciones de los productos o muestras en irradiador, sería más confiable la determinación de la dosis si se utiliza el tamaño de partícula de 10 μm . Las temperaturas de los máximos de las curvas de brillo correspondientes, también fueron muy reproducibles en este caso.

La reproducibilidad de las respuestas TL fue en general mejor para el peróxido de hidrógeno y alcohol etílico en 10 μm , aunque las señales TL fueron mayor en intensidad para 74 μm acompañada de mayor desviación estándar. Aún así, a dosis de 10 kGy la reproducibilidad sigue siendo adecuada y puede ser de utilidad para los procesos por radiación de los alimentos que requieran dosis altas.

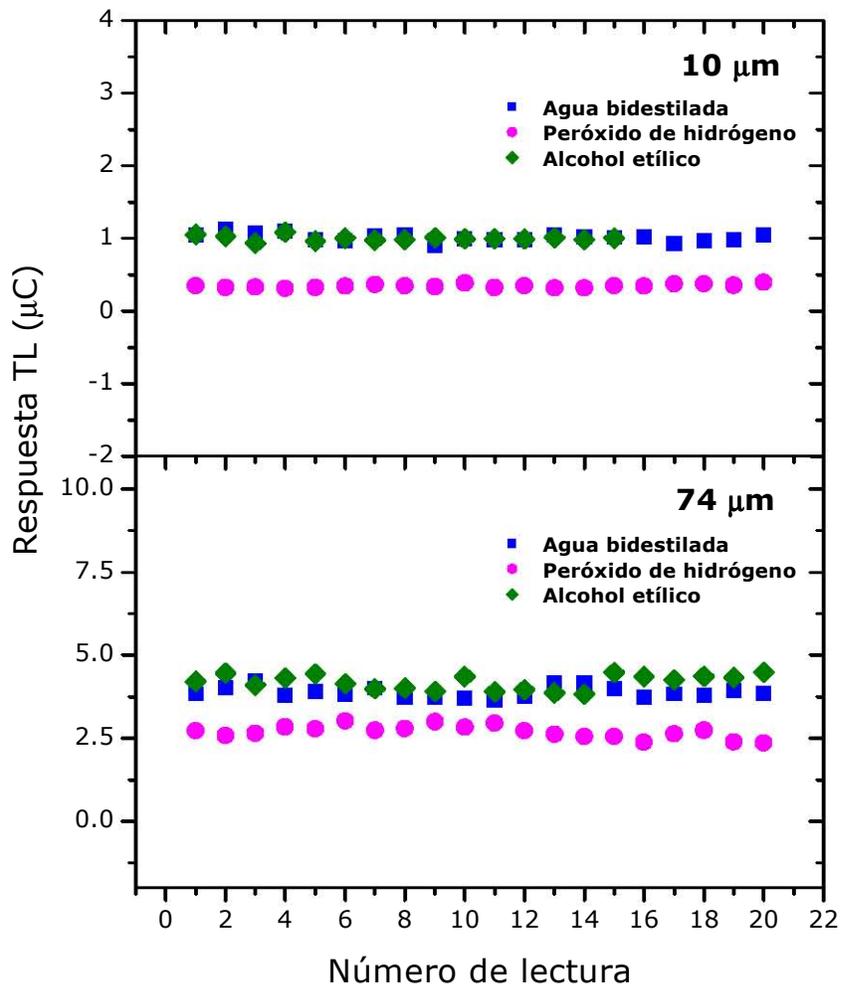


Figura 3.21. Reproducibilidad de la respuesta TL de poliminerales del nopal de 10 y 74 µm expuestos a 3 kGy.

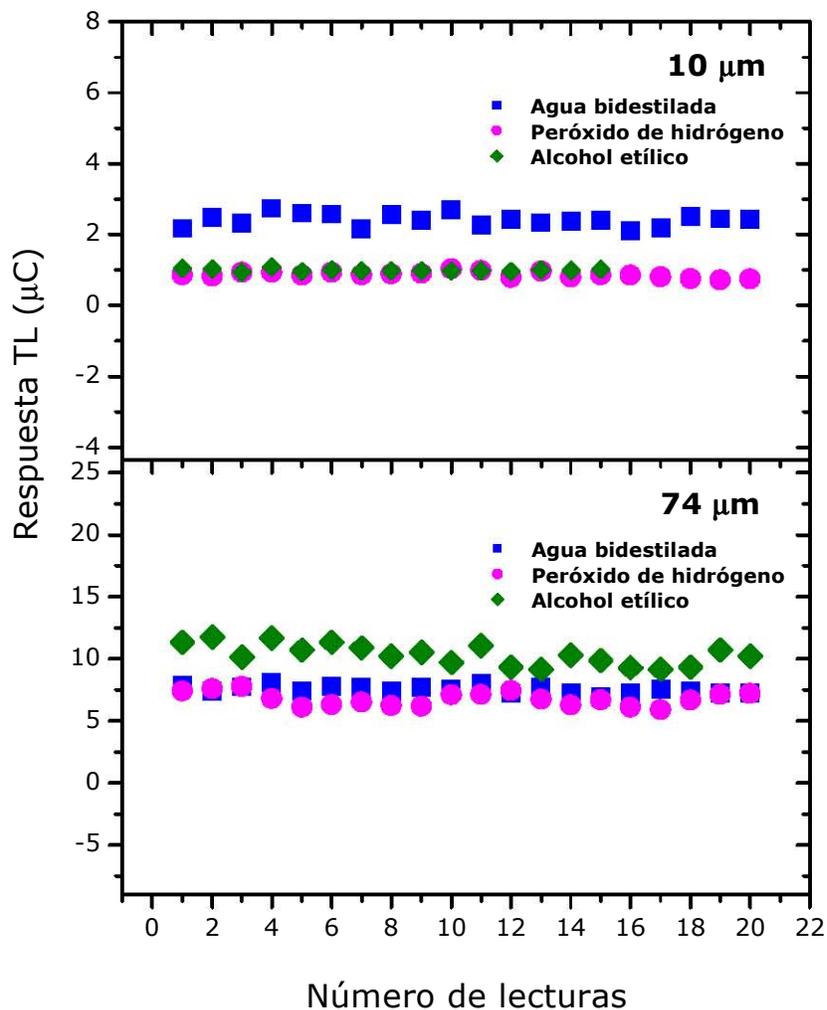


Figura 3.22. Reproducibilidad de la respuesta TL de poliminerales de 10 y 74 µm y expuestos a 10 kGy.

Cuando los poliminerales fueron irradiados a 3 kGy con tamaño de 10 µm, se observó mejor reproducibilidad en el caso del peróxido de hidrógeno (Tabla 3.8), mientras que el tamaño de 74 µm se tuvo mejor comportamiento reproducible de la señal TL de los poliminerales extraídos con agua bidestilada. Cuando las muestras fueron expuestas a 10 kGy con 10 µm, se obtuvo mejor reproducibilidad con alcohol etílico, y a 74 µm a la misma dosis se obtuvo mejor reproducibilidad de los poliminerales extraídos con agua bidestilada.

Tabla 3.8. Comparación de la respuesta a la dosis de poliminerales extraídos con los diferentes reactivos para la reproducibilidad, expuestos a 3 y 10 kGy.

| Respuesta TL (μm) | Dosis (kGy) | Tamaño de partícula (μm) | Reactivo utilizado para la extracción | | |
|--------------------------------|-------------|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------------------|----------------------|
| | | | Agua bidestilada | Peróxido de hidrógeno | Alcohol etílico |
| Promedio (\bar{x}) | 3 | 10 | 1 | 0.35 | 1 |
| | 10 | 10 | 2.41 | 0.87 | 1 |
| | 3 | 74 | 3.87 | 2.7 | 4.2 |
| | 10 | 74 | 7.52 | 6.78 | 10.3 |
| Desviación estándar (s) | 3 | 10 | 5.5×10^{-2} | 2.3×10^{-2} | 3.6×10^{-2} |
| | 10 | 10 | 0.18 | 8.5×10^{-2} | 3.9×10^{-2} |
| | 3 | 74 | 0.17 | 0.2 | 0.2 |
| | 10 | 74 | 0.30 | 0.55 | 0.8 |

3.7. Efectos del medio ambiente y almacenamiento en la estabilidad de la detección TL del nopal

Generalmente los alimentos que han sido irradiados para su sanitización principalmente, son sometidos a factores del ambiente tales como la luz UV, la luz solar del día, temperaturas altas que pueden variar según las regiones geográficas, así como el tiempo de almacenamiento.

Para efectuar este tipo de estudio, las muestras de tamaño 10 μm fueron sometidas a los distintos factores del ambiente simulando así la manipulación o almacenamiento real del nopal deshidratado e irradiado en un amplio intervalo de dosis de interés comercial.

3.7.1. Efecto de la luz UV en los poliminerales irradiados a 10 kGy

Continuando en el análisis del comportamiento TL, los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno del nopal deshidratado, fueron irradiados a 10 kGy y enseguida fueron expuestos a la luz ultravioleta (UV) en diferentes lapsos de tiempo. Las curvas de brillo son también bandas anchas que inician en un promedio de temperatura de 31°C y terminan en 348°C. En las curvas aparecen dos máximos, excepto cuando los poliminerales que fueron expuestos a 120 y 180 minutos, el primer máximo aparece en un intervalo de temperatura de 148 a 174°C mientras que el segundo aparece entre 220-

260°C. En la Figura 3.23 se observa que estas curvas caen dentro de la primera que fue expuesta a 10 kGy señalándose como la referencia, esto es, que no había sido expuesta a la luz UV.

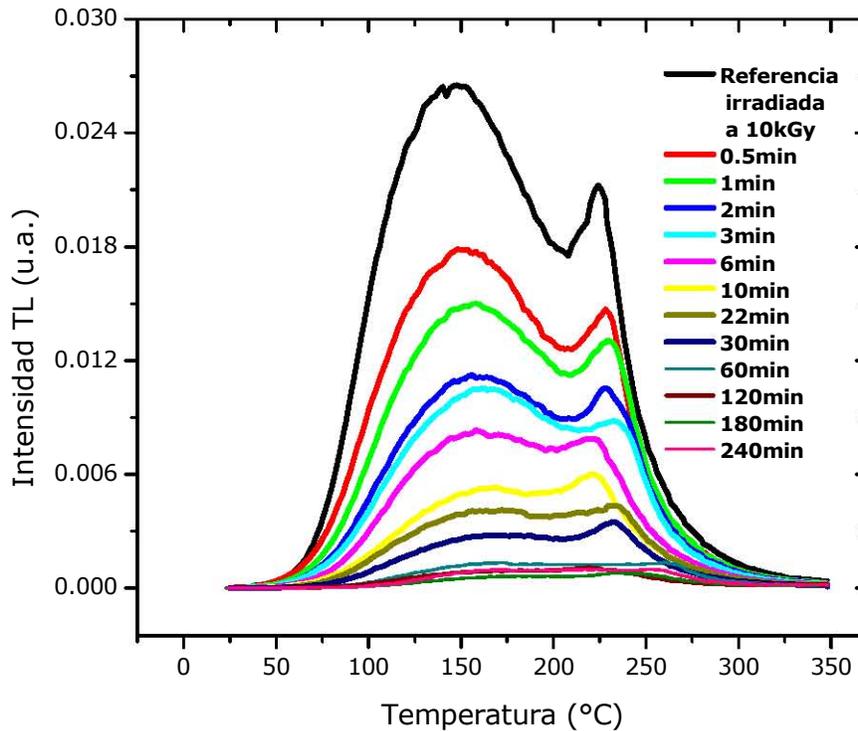


Figura 3.23. Curvas de brillo del nopal deshidratado e irradiado a 10 kGy y expuesto a la luz UV. Poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno.

Los poliminerales siguen un comportamiento el cual disminuye la intensidad TL pero las curvas de brillo siguen teniendo la misma tendencia inicial. Los poliminerales expuestos a la luz UV por 0.5 minutos se ven muy afectada en su emisión debido a que la respuesta TL disminuye rápidamente (Figura 3.24).

Los dos máximos que presentan las curvas de brillo, tienen la misma tendencia que la respuesta TL mostrando sus decaimientos debido a que la luz ultravioleta logra un vaciado de los defectos atrapados en las trampas más superficiales de menor temperatura hacia las de mayor temperaturas situados entre las bandas de valencia y de conducción del material polimineral. Así, al transcurrir el tiempo la pérdida de la señal se estabilizan después de 2 horas aproximadamente Tabla 3.9. Es claro que los datos sugieren que hay

trampas sensibles ópticamente en los poliminerales de las muestras y es interesante entonces analizar si las trampas son también térmicamente inestables en el nopal para lo cual se someterá con luz solar y diferentes temperaturas de horneado.

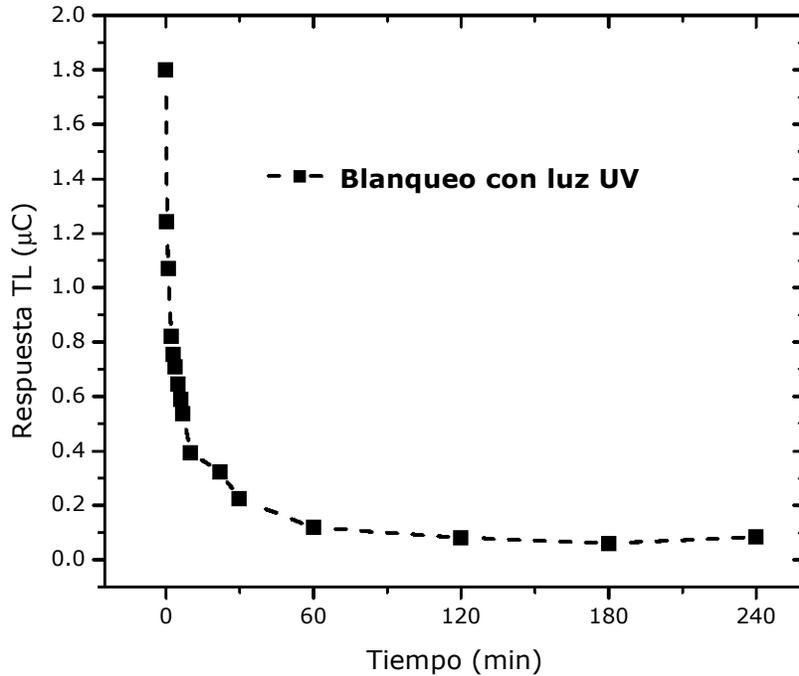


Figura 3.24. Comportamiento de poliminerales de nopal deshidratado irradiados a 10 kGy y blanqueado con luz UV. Extracción con peróxido de hidrógeno.

Tabla 3.9. Resultados de poliminerales irradiados a 10 kGy expuestos a luz UV. Extracción con peróxido de hidrógeno.

| POLIMINERALES IRRADIADOS A 10 kGy | | | | |
|--|--------------------------|--------------------------------|---------------------|-----------------------------------|
| Tiempo (min) | Respuesta TL (µC) | Temperatura máxima (°C) | | Pérdida de la señal TL (%) |
| | | Primer pico | Segundo pico | |
| 0 | 1.800 | 148 | 224 | --- |
| 0.5 | 1.241 | 148 | 228 | 31.1 |
| 1 | 1.069 | 158 | 229 | 42.3 |
| 2 | 0.8211 | 156 | 228 | 54.4 |
| 3 | 0.7544 | 162 | 232 | 58.1 |
| 5 | 0.6446 | 162 | 228 | 64.2 |
| 6 | 0.5880 | 158 | 220 | 67.3 |
| 10 | 0.3941 | 168 | 220 | 78.1 |
| 22 | 0.3227 | 164 | 234 | 82.1 |
| 30 | 0.2250 | 174 | 232 | 87.5 |
| 60 | 0.1182 | 170 | 260 | 93.4 |
| 120 | 0.08133 | --- | 220 | 95.5 |
| 180 | 0.06138 | --- | 234 | 96.6 |
| 240 | 0.08423 | 170 | 254 | 95.3 |

3.7.2. Blanqueo con luz solar a dos diferentes temperaturas

Usualmente los alimentos están expuestos al medio ambiente y frecuentemente adverso a las condiciones ideales que debieran almacenarse. En este caso, deberían idealmente estar almacenados en un ambiente de ausencia de luz, sin embargo, está expuestos a la luz del día o solar, temperaturas cambiantes en el día dependiendo de las estaciones del año, y así como guardados en almacenamiento de bodegas. Teniendo todo ello presente, se sometieron las muestras de Nopal a distintas condiciones para su evaluación estudio de las variaciones sobretodo de las posibles pérdidas de las respuestas y las modificaciones probables de las curvas de brillo.

A fin de realizar un experimento más realista sobre la pérdida de la señal TL de las muestras de poliminerales irradiadas. Se eligieron dos días con distintas temperaturas y luminosidad, exponiéndolas directamente a la luz solar fuera del laboratorio.

Los poliminerales de la extracción con peróxido de hidrógeno fueron irradiados a 10 kGy en el irradiador Gammabeam y colocados en discos de aluminio que fueron expuestos a la luz solar en diferentes tiempos. Esto se realizó en dos días con diferentes temperaturas y clima: Un día despejado de nubes con temperatura ambiente de 21°C y otro día semidespejado y con temperatura ambiente de 23°C.

Se encontró que los poliminerales expuestos a 21°C son los que tienen un decaimiento más rápido comparado con los que fueron expuestos a 23°C. Se nota que la luz solar del espectro (aproximadamente de 200-6,000 nm), tiene un efecto notable para la pérdida de la información TL. Las curvas de brillo también presentan dos máximos pero con distintas intensidades (Figura 3.25), y en el caso de 21°C las curvas de brillo disminuyen paulatinamente mientras que las de 23°C los dos picos de las curvas sufren modificaciones visibles, y son de mayor intensidad y respuesta (Figura 3.26, Tabla 3.10). El primer pico del día con 21°C se ubicó entre 146-178°C y el segundo de 220-240°C. El primer pico para el día de 23°C estuvo entre 164-186°C, mientras que el segundo de 204-229°C (Figura 3.25). Este tipo de corrimientos de los máximos de las curvas de brillo, se deben

esencialmente al despoblamiento de las trampas cuyos defectos liberados transitan a niveles de energía menores, es decir a trampas de menor temperatura.

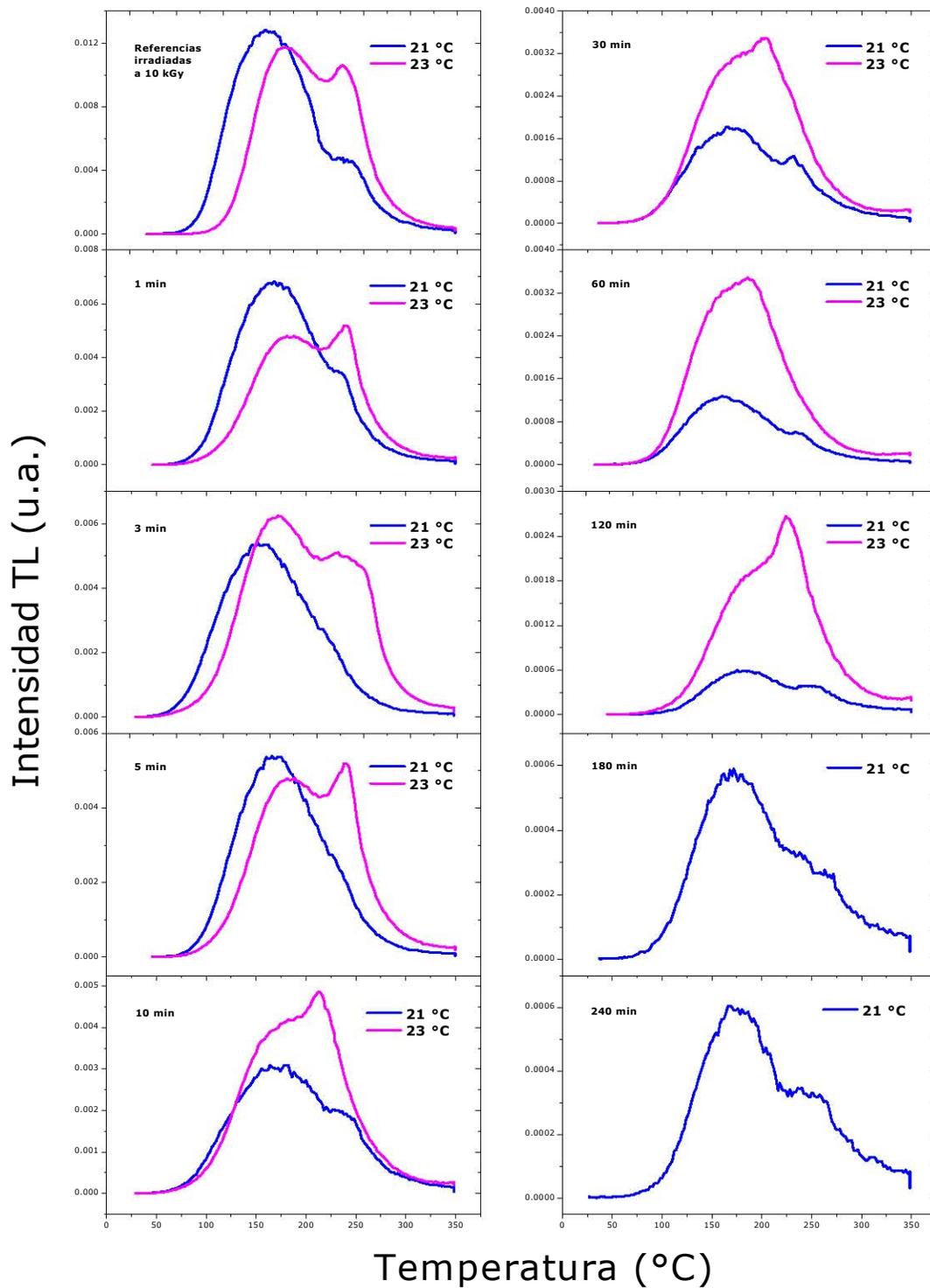


Figura 3.25. Curvas de brillo de poliminerales irradiados a 10 kGy. Expuestos a la luz solar en diferentes tiempos y a diferente temperatura de días.

Que en el caso de las muestras iluminadas con el sol del día de 21°C las curvas de brillo reflejan solamente una pérdida de la señal TL sin ninguna recuperación, cuyo decaimiento se exhibe también en la Figura 3.26, donde a partir de 120 min exhibe un decaimiento lento.

Mientras que en el caso de 23°C las curvas de brillo reflejan el crecimiento del segundo pico de mayor temperatura a expensas de la disminución del primer pico de baja temperatura, es decir, existe una transferencia de defectos que estaban atrapados en niveles de energía menores son excitados por la luz solar hacia niveles de mayores energías generando así el crecimiento del segundo pico que se muestran en las curvas de brillo (Figura 3.25) hasta 120 minutos de iluminación directa con la luz solar.

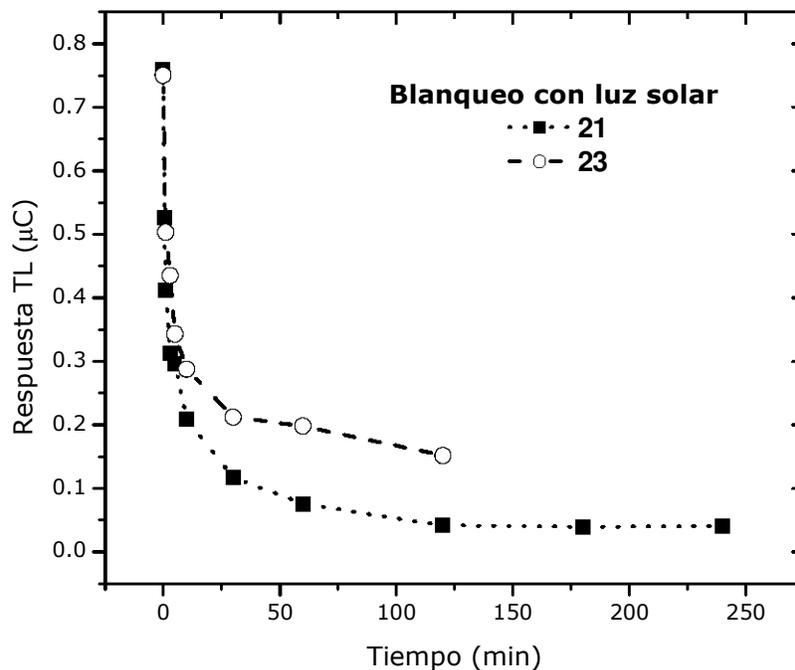


Figura 3.26. Decaimiento o fading de los poliminerales de nopal deshidratado irradiados a 10 kGy y blanqueados con luz solar (21 y 23°C). Extracción con peróxido de hidrógeno.

La pérdida de la señal TL es mayor en el caso del día de 21°C que el de 23°C (Tabla 3.10), lo cual es claro que la pérdida de la TL se debe a mayor iluminación solar del día despejado (21°C) que blanqueó con mayor eficiencia a las muestras provocando un mayor fading de las señales TL. Al cabo de un periodo de 4 horas se observó una pérdida de 79-

94% de las señales TL, aún así es posible lograr la detección por termoluminiscencia de las muestras irradiadas a 10 kGy y expuestas a la luz solar.

Tabla 3.10. Resultados de respuesta TL, ubicación de los picos y porcentaje de pérdida TL de poliminerales irradiados a 10 kGy, expuestos a luz solar (21 y 23°C). Extracción con peróxido de hidrógeno.

| POLIMINERALES DE NOPAL IRRADIADOS A 10 kGy | | | | | |
|---|-------------------------|--------------------------|--------------------------------|---------------------|-----------------------------------|
| Tiempo (min) | Temperatura (°C) | Respuesta TL (μC) | Temperatura máxima (°C) | | Pérdida de la señal TL (%) |
| | | | Primer pico | Segundo pico | |
| 0 | 21 | 0.7604 | 146 | 232 | --- |
| | 23 | 0.7505 | 164 | 228 | --- |
| 1 | 21 | 0.4115 | 154 | 220 | 45.9 |
| | 23 | 0.5032 | 172 | 229 | 32.9 |
| 5 | 21 | 0.2958 | 166 | --- | 61.1 |
| | 23 | 0.3430 | 172 | 229 | 54.3 |
| 10 | 21 | 0.2086 | 178 | --- | 72.6 |
| | 23 | 0.2878 | --- | 214 | 61.6 |
| 30 | 21 | 0.1170 | 164 | 232 | 84.6 |
| | 23 | 0.2119 | --- | 204 | 71.8 |
| 60 | 21 | 0.07564 | 160 | 234 | 90.0 |
| | 23 | 0.1981 | 186 | --- | 73.6 |
| 120 | 21 | 0.04120 | 170 | 240 | 94.6 |
| | 23 | 0.1514 | --- | 214 | 79.8 |

3.7.3. Análisis de la TL a temperaturas altas (50, 110, 160 y 225°C)

Otro factor importante que incide en la pérdida de las señales TL de las muestras del nopal, es sin duda la temperatura y más aún las temperaturas altas que permitan analizar mejor los resultados. Para analizar el efecto de las temperaturas en las curvas de brillo se realizó el experimento en ausencia de luz externa sometiendo las muestras a calentamiento directamente en una mufla con temperatura regulada. Las muestras fueron inicialmente irradiadas a 10 kGy siempre a la misma dosis, se consideraron los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno, y las muestras fueron calentadas en distintos periodos de tiempo (5, 30, 60, 120, 180 y 240 minutos) considerando como la referencia las muestras irradiadas con 10 kGy.

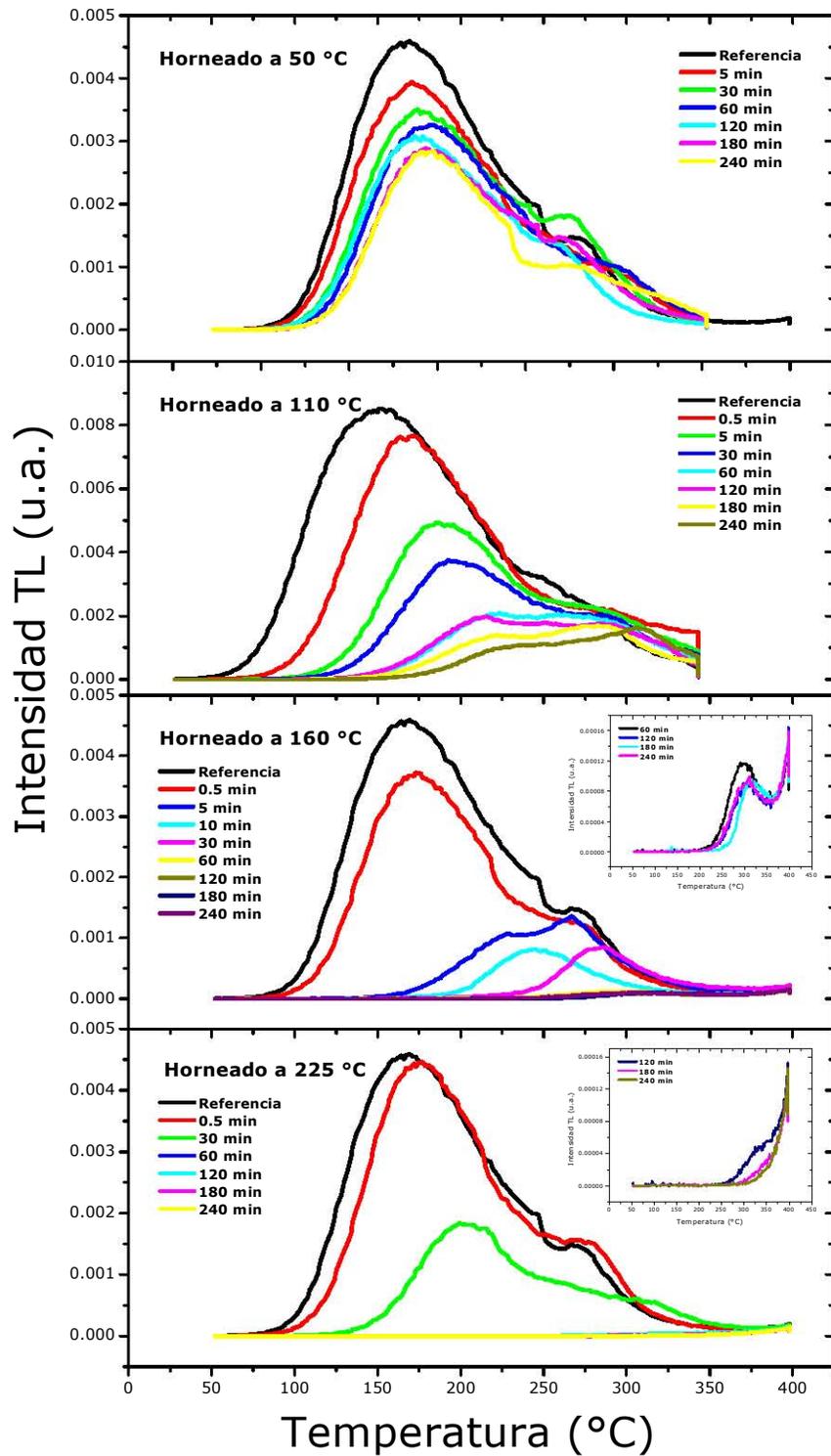


Figura 3.27. Comparación de curvas de brillo del poliminerales horneados de 50 a 225°C, previamente irradiados a 10 kGy.

Al exponer a los poliminerales en la mufla a mayor temperatura, se encontró que las curvas de brillo desplazan el primer pico de temperatura máxima, lo que indica que el efecto del calentamiento hace "vaciar" las trampas sin dar lugar a la transferencia de defectos a otros niveles o trampas de mayor temperatura, como ocurría con el efecto de la iluminación solar. Al hornearse a 110°C (Figura 3.27), se exhibe claramente el desplazamiento de los picos máximos de temperatura de las curvas de brillo, así como la disminución de las señales TL provocado por las recombinaciones producidas durante el calentamiento a esa temperatura. Cuando las muestras de polimineral fueron calentadas a 160°C y 225°C, se encontró que las curvas de brillo disminuyen más rápidamente a la temperatura de 225°C, mostrando ambos casos desplazamientos muy apreciables de las curvas de brillo hacia la región de alta temperatura. La disminución TL al tiempo de 60 minutos de calentamiento en la mufla, en ambas muestras, se observó equivalente a la lectura de fondo (muestra sin irradiar). Este comportamiento es debido a que se han vaciado todas las trampas por efecto de las altas temperaturas del calentamiento. A las temperaturas de 160 y 225°C la pérdida de la señal TL estuvo entre 96-98%, y después de 60 minutos ya no es posible la detección de las muestras irradiadas.

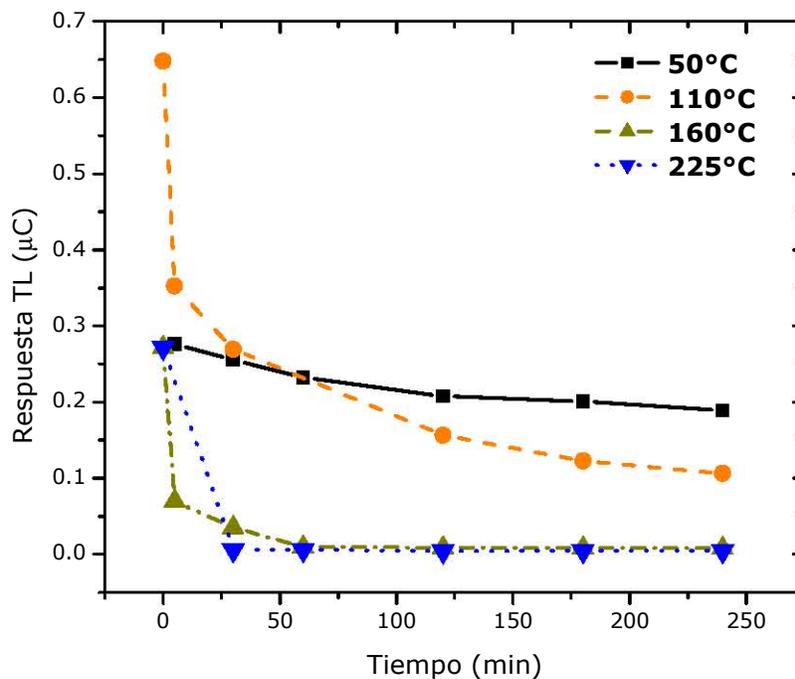


Figura 3.28. Comparación del comportamiento de la señal TL de poliminerales de nopal irradiados a 10 kGy, hornado de 50 a 225°C en ausencia de luz.

De estos resultados se puede observar las muestras expuestas a la temperatura de 50°C, en la que pueden detectarse fácilmente su límite mínimo de TL de acuerdo a la Tabla 3.11. la estabilidad TL a 50°C hasta 240 minutos hace que el polimineral del nopal sea buen candidato para la detección TL en los alimentos irradiados pues el decaimiento de la señal es apreciable aún para 110°C hasta 240 minutos donde se disminuye apreciablemente Figura 3.28, mientras que al horneado de 160 y 225°C son mucho menores 60 minutos y 120 minutos. Los resultados del comportamiento de la pérdida de la señal TL del nopal irradiado sugiere que hay trampas térmicamente inestables y que además son sensibles ópticamente en estos minerales. Una separación de trampas estables e inestables a sido analizado para cuarzos y feldespatos en sedimentos. (Goldfrerey-Smith, 1994). Sugiriendo la existencia de tales trampas sensibles de ser recombinadas ópticamente (Yang and McKeever, 1990).

Tabla 3.11. Resultados TL y pérdida de señal de poliminerales del nopal irradiados a 10 kGy horneados a altas temperaturas en ausencia de luz. Extracción con peróxido de hidrógeno.

| Tiempo (min) | Respuesta TL (μC) | | | | Cociente TL de identidad $TL_{irradiada}/TL_{no\ irradiada}$ | | | | Pérdida de la señal TL (%) | | | |
|--------------|-------------------|--------|---------|---------|---|-------|------|------|----------------------------|------|------|------|
| | Temperatura (°C) | | | | Temperatura (°C) | | | | Temperatura (°C) | | | |
| | 50 | 110 | 160 | 225 | 50 | 110 | 160 | 225 | 50 | 110 | 160 | 225 |
| 0 | 0.272 | 0.6478 | 0.272 | 0.272 | 46.9 | 111.9 | 47.0 | 47.0 | --- | --- | --- | --- |
| 0.5 | --- | 0.5412 | 0.2062 | 0.2467 | --- | 93.5 | 35.6 | 42.6 | --- | 16.5 | 24.2 | 9.3 |
| 30 | 0.2553 | 0.2693 | 0.03514 | 0.00602 | 44.1 | 46.5 | 60.7 | 1.0 | 6.1 | 58.4 | 87.1 | 97.8 |
| 60 | 0.2323 | 0.1564 | 0.00973 | 0.00611 | 40.1 | 27.0 | 1.7 | 1.1 | 14.6 | 75.9 | 96.4 | 97.7 |
| 120 | 0.208 | 0.1566 | 0.00868 | 0.00459 | 35.9 | 27.0 | 1.5 | 0.8 | 23.5 | 75.8 | 96.8 | 98.3 |
| 180 | 0.2011 | 0.1227 | 0.00825 | 0.00476 | 34.7 | 21.2 | 1.4 | 0.8 | 26.1 | 81.1 | 97.0 | 98.3 |
| 240 | 0.1893 | 0.106 | 0.00778 | 0.0046 | 32.7 | 18.3 | 1.3 | 0.8 | 30.4 | 83.6 | 97.1 | 98.3 |

3.8. Decaimiento de la señal TL durante el almacenamiento de los poliminerales irradiados

Un factor importante de la identificación de los alimentos irradiados en la estabilidad de la señal TL sea detectable al transcurrir el tiempo durante el almacenamiento de los alimentos. Se evaluó la pérdida de la señal TL inicial durante dos meses de almacenamiento. Para el análisis del decaimiento de las señales TL, las muestras de polimineral de 10 μm extraídas con agua, peróxido de hidrógeno y alcohol etílico, fueron irradiadas a 10 kGy y se almacenaron en condiciones de obscuridad en el laboratorio.

Las curvas de brillo en general, por ejemplo de la extracción con peróxido de hidrógeno (Figura 3.29 y Figura 3.30), tuvieron un comportamiento similar solo con un desvanecimiento en la intensidad de la señal TL.

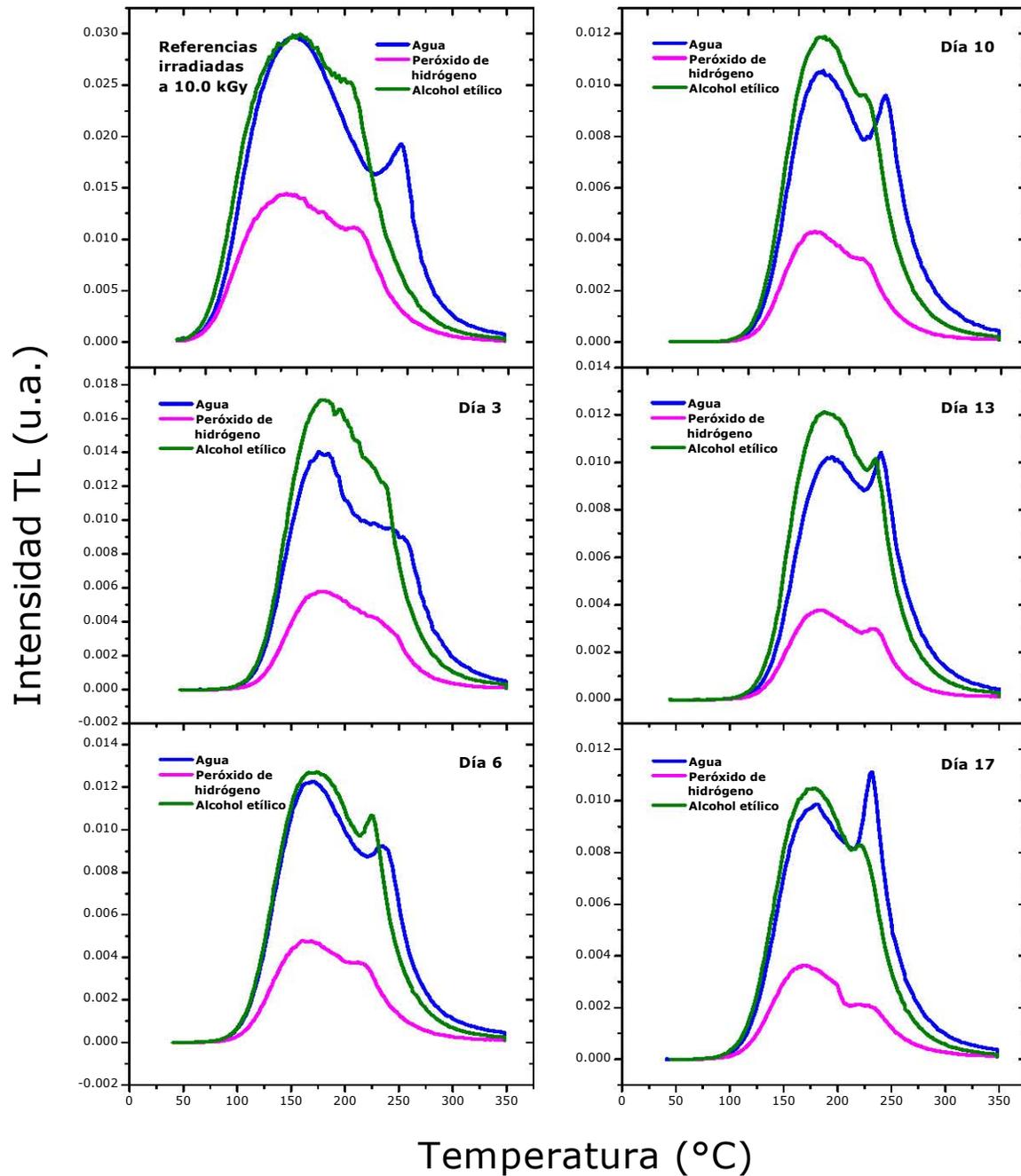


Figura 3.29. Comparación de curvas de brillo de poliminerales 10 μm irradiados a 10 kGy a distintos días.

En las tres extracciones del nopal, los poliminerales siempre fueron similares en el desarrollo de las curvas de brillo TL, y a partir del día 28 hasta el día 50 (Figura 3.30), los picos de las curvas de brillo se modificaron en tamaños indicando que el efecto del almacenamiento genera liberación de defectos de las trampas de menor temperatura hacia las de mayor temperatura, comportamiento similar mostrado en el blanqueamiento con luz solar.

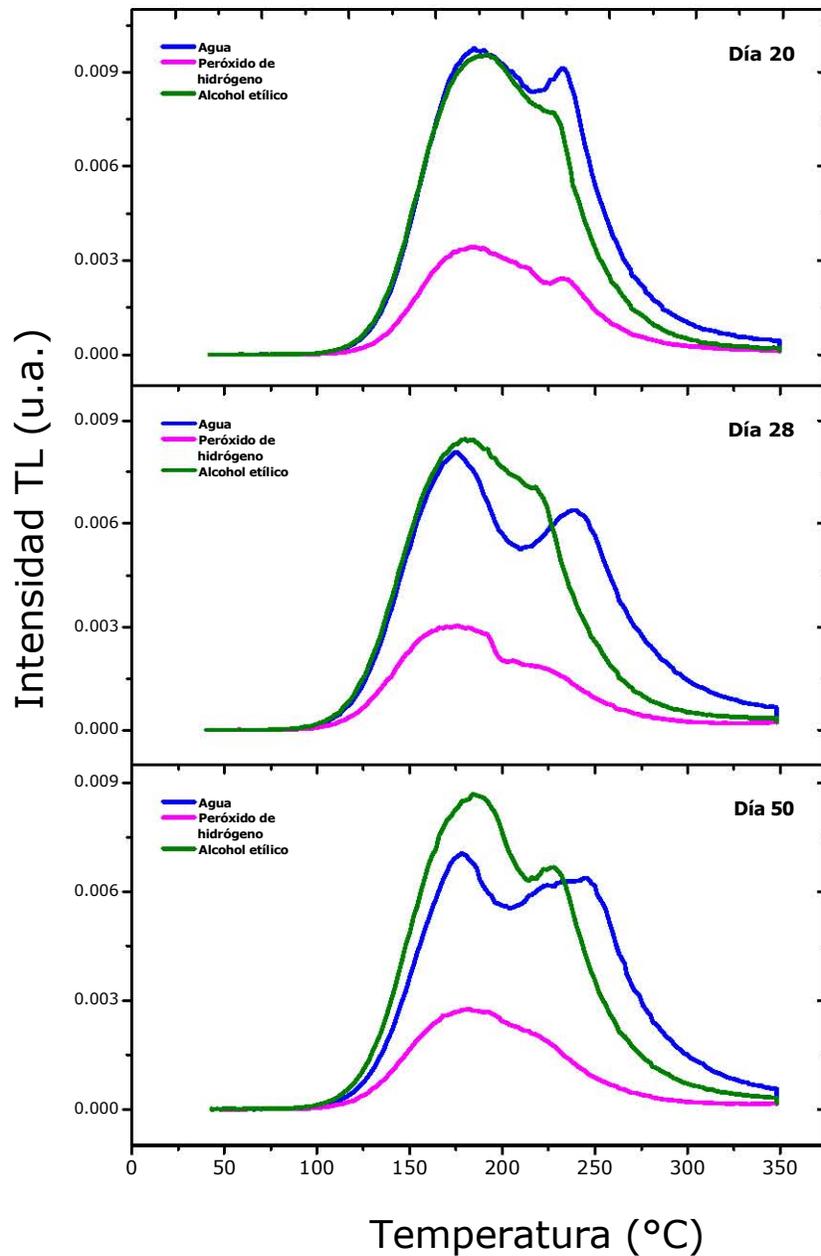


Figura 3.30. Comparación de curvas de brillo de poliminerales irradiados a 10 kGy después de 20 a 50 días.

El comportamiento del decaimiento TL (Figura 3.31) indica que las trampas más estables son de los poliminerales extraídos con agua bidestilada y alcohol etílico, sin embargo para el caso de peróxido de hidrógeno se observa una fuerte pérdida de la respuesta TL y se estabiliza de manera similar que en el caso de las otras dos extracciones.

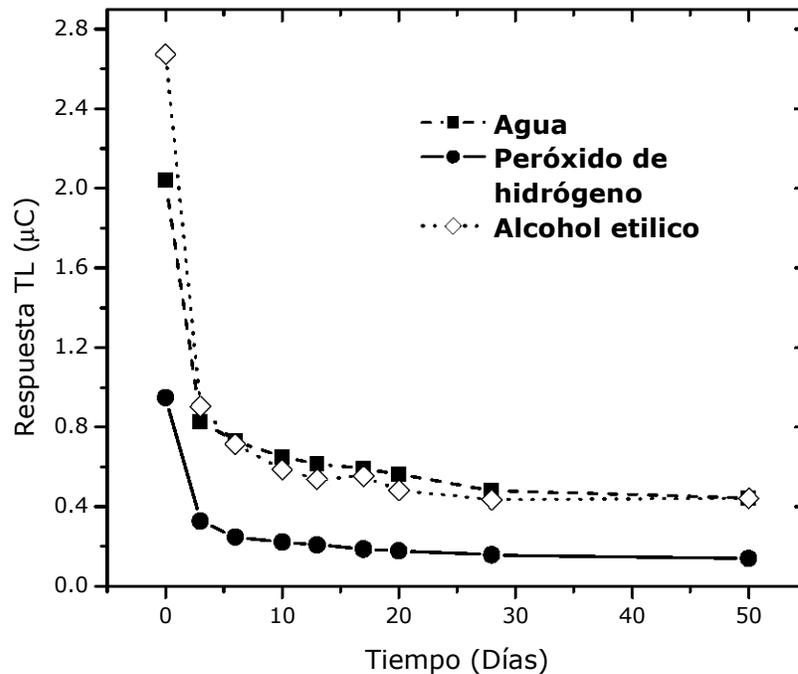


Figura 3.31. Comportamiento del decaimiento de la señal TL de poliminerales 10 μm de nopal deshidratado, irradiados a 10 kGy para las tres extracciones.

Tabla 3.12. Resultados TL y pérdida de señal de poliminerales del nopal irradiados a 10 kGy, almacenados durante 50 días en ausencia de luz.

| Días | Reactivo utilizado para la extracción | | | | | | | | |
|------|---------------------------------------|---|----------------------------|-----------------------|---|----------------------------|-------------------|---|----------------------------|
| | Agua bidestilada | | | Peróxido de hidrógeno | | | Alcohol etílico | | |
| | Respuesta TL (μC) | Cociente TL de identidad $TL_{irradiada}/TL_{no irradiada}$ | Pérdida de la señal TL (%) | Respuesta TL (μC) | Cociente TL de identidad $TL_{irradiada}/TL_{no irradiada}$ | Pérdida de la señal TL (%) | Respuesta TL (μC) | Cociente TL de identidad $TL_{irradiada}/TL_{no irradiada}$ | Pérdida de la señal TL (%) |
| 0 | 2.042 | 114.0 | --- | 0.9492 | 163.8 | --- | 2.675 | 292.8 | --- |
| 3 | 0.8286 | 46.2 | 59.4 | 0.3283 | 56.7 | 65.4 | 0.9052 | 99.1 | 64.7 |
| 6 | 0.7294 | 40.7 | 64.3 | 0.2478 | 42.8 | 73.9 | 0.7152 | 78.3 | 73.3 |
| 10 | 0.6505 | 36.3 | 68.1 | 0.2227 | 38.4 | 76.5 | 0.5874 | 64.3 | 78.0 |
| 13 | 0.6164 | 34.3 | 69.8 | 0.2088 | 36.0 | 78.0 | 0.5379 | 58.9 | 79.9 |
| 17 | 0.5926 | 33.0 | 71.0 | 0.1866 | 32.2 | 80.3 | 0.5541 | 60.6 | 79.3 |
| 20 | 0.563 | 31.3 | 72.4 | 0.1789 | 30.9 | 81.2 | 0.4834 | 52.9 | 81.9 |
| 28 | 0.4818 | 26.8 | 76.4 | 0.1575 | 27.2 | 83.4 | 0.4359 | 47.7 | 83.7 |
| 50 | 0.4437 | 24.7 | 78.3 | 0.1389 | 24.0 | 85.4 | 0.4427 | 48.5 | 83.5 |

El decaimiento o pérdida de la señal TL fue mayor para peróxido de hidrógeno con 85% al cabo de 50 días, y la menor pérdida TL fue de los poliminerales extraídos con agua bidestilada con 78% en el mismo periodo. Mientras que para la detección TL de las muestras de nopal, la mayor detección se presentó para los poliminerales extraídos con alcohol etílico, siendo el cociente de identidad ($TL_{\text{irradiada}}/TL_{\text{no irradiada}}$) de 48.5 (Tabla 3.12). Cabe decir que el comportamiento general que se observó en el decaimiento TL, así como en sus respectivas curvas de brillo están involucrados los biominerales whewellita, weddellita, y los minerales anortoclasa y el cuarzo. En este sentido el cuarzo juega un papel importante aún cuando representa aproximadamente 23% de la fracción mineral total. Sin embargo, sería importante abundar mayores mediciones para determinar las contribuciones de cada componente de la fracción biomineral y mineral del nopal deshidratado.

CONCLUSIONES

Se logró la obtención del polimineral del nopal deshidratado por medio de tres extracciones las cuales fueron identificadas por DRX; una parte mineral de anortoclasa y cuarzo y la otra parte compuesta por biominerales: whewellita y weddellita.

Se realizó un estudio sistemático de la respuesta TL del nopal a los procesos por radiación, para lo cual se consideró un amplio intervalo de dosis con radiación gamma en las dosis de 0.1 -20 kGy para tamaños de partícula de 10 y 74 μm . Se obtuvo la mayor intensidad y respuesta TL para los poliminerales de 74 μm , aunque la mejor reproducibilidad se obtuvo para 10 μm . En general, ambos casos presentaron una región lineal TL entre 5 y 10 kGy, en donde la respuesta TL fue proporcional al incremento de la dosis. Después de estas dosis se obtuvo la región de saturación termoluminiscente, en donde las fracciones mineral se logra saturar por la alta dosis que coincide con estudios realizados en muestras europeas (Urbina, 1998).

El efecto de los reactivos en las extracciones de los poliminerales se exhibe en la respuesta TL, donde la señal más alta se obtuvo para la extracción con agua bidestilada para 10 μm , y con alcohol etílico en el caso de 74 μm . El límite menor de detección para las muestras irradiadas en estos dos casos fue de 0.1 kGy.

Los tamaños de partícula adecuados para el análisis TL fueron 10 y 74 μm , en donde las curvas de brillo son muy definidas así también el tamaño de 53 μm resulta adecuado para detección del nopal. Los demás tamaños 149, 250, 420 μm , presentan curvas de brillo que cambian conforme aumenta el tamaño de partícula, este comportamiento significa que los tamaños de partícula afectan las señales TL, debido a la uniformidad de la elección del tamaño de partícula generándose a mayor tamaño una autoabsorción cuando la luz es emitida por las recombinaciones de los defectos.

En general, la mejor reproducibilidad de respuesta TL se encontró para la menor dosis (3 kGy) y menor tamaño de partícula (10 μm) con los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno. En el caso de mayor dosis, 10 kGy, se obtuvo una mejor reproducibilidad

para los poliminerales de 10 μm extraídos con alcohol etílico, y de 74 μm con peróxido de hidrógeno. Por lo que se recomienda que los tamaños de 10 y 74 μm son mejores para la detección del nopal irradiado.

Los poliminerales del nopal deshidratado fueron expuestos directamente al efecto de la luz UV (250-600 nm) hasta 240 minutos y todavía fue posible detectar su TL durante el decaimiento de la señal. A 180 minutos presentó una pérdida de 97%, esto indica un vaciado de los defectos atrapados en las trampas de menor temperatura cuya recombinación disminuye conforme mayor es el tiempo de iluminación UV por lo que las curvas de brillo se ven disminuidas. El comportamiento de la pérdida de la señal TL en general es de tipo exponencial en todos los casos.

Mientras el efecto en los poliminerales irradiados expuestos a la luz solar ($\sim 200\text{-}6,000$ nm) las señales TL presentaron una disminución apreciable hasta el 94% en cuatro horas, siendo de menor importancia la temperatura del ambiente, en las que estaban las muestras. En este caso la luz solar excitó a los defectos de las trampas superficiales inicialmente en las muestras y continúan las recombinaciones a mayor temperatura, generándose al final la alta pérdida ya mencionada.

Para confirmar el efecto de la temperatura en la estabilidad de las señales TL se realizó un experimento adicional sometiendo a los poliminerales de las muestras a temperaturas altas. Los poliminerales fueron irradiados a 10 kGy encontrándose que a 50°C las trampas son más estables inicialmente, a 240 minutos presentaron pérdida de 30% de la señal TL de los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno. Este comportamiento también indica que las señales TL son muy estables todavía y entonces los poliminerales extraídos con peróxido de hidrógeno resultan buenos para la detección del alimento irradiado. A mayores temperaturas de horneado (110 a 225°C) las trampas son menos estables conforme aumentó el tiempo de horneado. A las temperaturas de 110, 160 y 225°C el calentamiento gradual fue vaciando las trampas dando lugar a la transferencia de defectos a otros niveles o trampas de mayor profundidad originando una pérdida final de 84 al 98% al cabo de cuatro horas. Así en caso de que los poliminerales durante su manejo o traslados se vean sometidos a temperaturas altas, por ejemplo a 50°C comunes en zonas

geográficas de México, el Nopal deshidratado puede ser detectado sin problemas con la técnica de termoluminiscencia.

Durante el almacenamiento, aún transcurridos 50 días los poliminerales de alcohol etílico fueron claramente detectados por TL. Para la identificación de las muestras de Nopal irradiados se consideraron el cociente de la señal TL obtenida de las muestras recién irradiadas entre la intensidad de la señal natural de la muestra, cuyo cociente mayor a la unidad definió que las muestras habían sido irradiadas. La misma identificación se hizo con muestras blanqueadas por UV y luz solar y sometidas a temperaturas altas. Ello con el fin de analizar las pérdidas o estabilidad de las señales TL de las muestras de polimineral del nopal irradiado.

La detección de las señales TL del alimento es muy importante pues ello también indicaría el límite mínimo de detección 0.1 kGy hasta el cual el nopal irradiado puede ser detectable.

Finalmente debido a las características TL que presentó el Nopal irradiado, se propone que el polimineral puede ser utilizado para medir los niveles de radiaciones altas (0.1-20 kGy) en las irradiaciones gammas industriales con mayor eficacia en las regiones lineales de las curvas de dosis-respuesta.

Como trabajo futuro, sería interesante determinar el intervalo lineal de la dosis-repuesta a dosis bajas (menores de 0.1 kGy) en el proceso por radiación gamma del nopal, puesto que cabría la posibilidad de emplearse también como un detector de la dosis en productos que requieran dosis bajas. Es conveniente una evaluación de sus propiedades dosimétricas (fading, señal intensa TL, almacenamiento, exposición a luz solar y UV), así como la variación de la señal TL con temperatura. Están en proceso mediciones ópticas tales como las señales de emisiones y excitaciones de las impurezas en el polimineral y se han iniciado las irradiaciones a dosis bajas dentro del programa de irradiación de los alimentos en el Instituto de Ciencias Nucleares UNAM. Cabe señalar que parte de los resultados de esta tesis complementa a un artículo enviado y aceptado para su publicación en la revista especializada *Radiation Effects and Defects in Solids*.

BIBLIOGRAFÍA

- A. O. A. C. 1984. *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemist*. Fourteenth edition. Virginia, USA.
- Attix, A. F. and Roesch, C. W. 1966. *Radiation dosimetry*. Academic Press, New York **2**.
- ASTM. 1984. *Method for using the Fricke dosimeter to measure absorbed dose in water*. ASTM Standard E1026. American Society for Testing and Materials. Philadelphia, USA.
- Bravo-Hollis, H. 1978. *Las cactáceas de México*. Volumen **I**. Dirección General de Publicaciones UNAM, México, D.F., 320-321.
- Borrego, E. y Burgos, V. M. 1998. *El nopal*. Universidad Autónoma de Chapingo. Estado de México.
- Calderón, G. T. 2000. *La irradiación de los alimentos. Principios, realidades y perspectivas de futuro*. McGraw-Hill, Madrid., 2-9, 123-136
- Calderón T., V. Correcher, A. Millán, P. Beneitez, H.M. Rendell, M. Larsson, P.D. Townsen and R.A. Wood, 1995. *New data on thermoluminescence of inorganic dust from herbs and spices*. J. Phys D: Appl. Phys. **28**, 415-423.
- Chen, R. and Mckeever S.W. S. 1997. *Theory of thermoluminescence and related phenomena*. Word Scientific. Singapore, New Jersey, London and Hong Kong.
- Corrales, G. 1992. *Descripción y análisis de la cosecha y manejo en fresco de nopalito y tuna*. Mercado mundial de nopal. Universidad Autónoma de Chapingo. Estado de México.
- Cruz-Zaragoza, E., Furetta, C., Kitis, G., Teuffer, C. and Barboza-Flores, M. 2006. *Oregano and paprika spices: Their thermoluminescent characteristics for food irradiation dose assessment*. En prensa en American Journal Food Technology. 6-AJFT.
- Cruz-Zaragoza, E., Furetta, C., Kitis, G., Torres, B. K., Polymeris, G. S., Tsirliganis, N. and Loukou, Z. 2006. *Thermoluminescence characterization of the irradiated minerals extracted by nopal*. Aceptado en Radiation Effects and Defects in Solids. DOI:10.1080.

- Delincée, H. 1998. *Detection of food treated with ionizing radiation*. Trends Food Science & Tecnology **9**, 73-82.
- Díaz, M. C. 1976. *Iniciación práctica a la mineralogía*. Editorial Alhambra S. A., España, 484-493.
- Draganič G. I. and Draganič D. Z. 1971. *The radiation chemistry of water*. Academic Press, New York and London.
- Furreta, C. and Weng, P. 1998. *Operational thermoluminescence dosimetry*. Word Scientific. Singapore, New Jersey, London and Hong Kong.
- Gastélum, A. S. 2001. *Aplicación del fenómeno de termoluminiscencia en la detección de alimentos irradiados*. Tesis de Licenciatura. Universidad de Sonora, Hermosillo, Sonora.
- Godfrey-Smith, D. I., 1994. *Thermal effects in the optically stimulated luminescence of quartz and mixed feldspars from sediments*. J. Phys. D: Appl. Phys. **27**, 1737-1746.
- Göksu-Ogelman, H. Y. and Regulla, D. F., 1989. *Detection of irradiated food*. Nature **340**, 23.
- Hernández, M., Chávez, A. y Bourges, H. 1980. *Tablas de valor nutritivo de los alimentos*. Instituto Nacional de la Nutrición.
- http://www.siea.sagarpa.gob.mx/ar_comdeagr.html. (SISTEMA INTEGRAL DE INFORMACION AGROALIMENTARIA Y PESQUERA).
- Joint FAO/IAEA Division of atomic energy in food and agriculture. 1970. *Training Manual on food irradiation technology and techniques*. International Atomic Energy Agency. Viena. 110-112.
- Kitis, G., Cruz Zaragoza, E. and Furetta, C. 2005. *Thermoluminescence properties of chile guajillo (paprika) Mexicano*. Applied Radiat. Isotopes **63**, 247-254.
- Lehmann, Chr. 1977. *Interaction of radiation with solids and elementary defect production*. Series Defects in Crystalline Solids (S.Amelinckx, R.Gevers, J.Nihoul, Editors). North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 89-91.
- López, L. C. 1986. *Análisis de cálculos urinarios por métodos térmicos: Su dinámica*. Facultad de Medicina. Granada, España.

- Martin A. and Harbison A. S. 1979. *An introduction to radiation protection*. Science Paperbacks Chapman and Hall, Halsted Press Book, 27-31.
- McKeever, S. W. S. 1985 *Thermoluminescence of solids*. Cambridge University Press. London, New York, New Rochelle, 1-19.
- McKinlay, A. F. 1981. *Thermoluminescence Dosimetry*. Serie Medical Physics Handbooks 5. Adam Hilger Ltd, Bristol UK, 12-14
- McLaughlin, W. L., Body, A. W., Chadwick, K. H., McDonald, J. C. and Miller, A. 1989. *Dosimetry for radiation processing*. Taylor & Francis. London New York, Philadelphia, 144-182.
- Memorias **X** Congreso Nacional y **VIII** Congreso Internacional. *Sobre conocimiento y aprovechamiento del nopal y Otras cactáceas de Valor Económico*. 2004. Universidad Autónoma de Chapingo. Estado de México.
- Murphy, T. J. y Smoot, R. (Asesor). 1981. *Física principios y problemas*. Compañía Editorial Continental, S. A. DE C. V., México, D.F., 444-445.
- Nava, R. R. V. 2002. *Determinación de metales en nopal por métodos analíticos de origen nuclear*. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química. UNAM, México, D.F.
- *Norma Mundial del Codex para alimentos irradiados. CODEX STAN 106-1983*. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación Mundial de la Salud. Roma.
- Norma Oficial Mexicana NOM-033-SSA1-1993, Bienes y servicios. *Irradiación de alimentos. Dosis permitidas en alimentos, materias primas y aditivos alimentarios*.
- OMS, 1977. Serie de informes Técnicos, n.º 604. *La comestibilidad de alimentos irradiados: Informe de un Comité Mixto FAO/OIEA/OMS de expertos*. Organización Mundial de la Salud, Ginebra.
- OMS, 1981. Serie de informes Técnicos, n.º 659. *La comestibilidad de alimentos irradiados: Informe de un Comité Mixto FAO/OIEA/OMS de expertos*. Organización Mundial de la Salud, Ginebra.
- Pérez, N. M. 2001. *Cambios fisicoquímicos y microbiológicos en nopal (Opuntia spp) irradiado con rayos gamma de cobalto 60*. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química UNAM, México, D.F.

- Pellant, C. 1993. *Manual de identificación rocas y minerales*. Ediciones Omega S. A. Barcelona, España, 86-87, 167
- Pimienta, B. E. y A. Muñoz U. 1995. *Domestication of Opuntias and Cultivated Varieties*. In *Agroecology, Cultivation and Uses of Cactus Pear* (G. Barbera, P. Inglese y E. Pimienta B., Editores). FAO. Serie Plant Production and Protection. Paper 132. Rome, Italy, 58-63
- Skoog, D. A. 1990. *Análisis instrumental*. McGraw-Hill. Segunda edición. México.
- Soto, B. A. 2003. *Introducción a los biominerales y los biomateriales*. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. Universidad de Chile.
- Stollber, R. y Hill, F. F. 1991. *Física fundamentos y fronteras*. Publicaciones Culturales, México, D.F., 584-586
- Torrez, T. 1991. *Importancia socioeconómica del cultivo del nopal en la delegación Milpa Alta*. Tesis de Licenciatura. Facultad de Economía. UNAM México, D.F.
- Teuffer Zúñiga, C. A., 2005. *Dependencia termoluminiscente con el tamaño de partícula en alimentos ionizados por radiación*. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química UNAM, México, D.F.
- Urbina Fraile M., 1998. *Dosimetría Retrospectiva en Alimentos: Hierbas, especias y condimentos*. Tesis Doctoral. Universidad Autónoma de Madrid, España.
- Yang, X. H. And McKeever, S. W. S., 1990. *The predose effect in crystalline quartz*. J. Phys. D: Appl. Phys. **23**, 237.
- Zimmerman, D.W. 1971. *Thermoluminescence dating using fine grains from pottery*. Archaeometry **13**, 29-52.