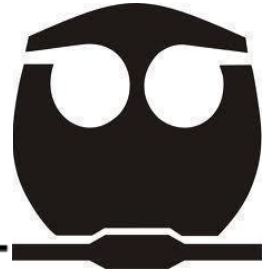




**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**



FACULTAD DE QUÍMICA

**ANÁLISIS TERMOLUMINISCENTE Y DE LUMINISCENCIA
FOTOESTIMULADA DE LA PAPA (*Solanum tuberosum*) MEXICANA
IONIZADA POR RADIACIÓN GAMMA**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

QUÍMICA DE ALIMENTOS

PRESENTA:

DALIA SELENE GÓMEZ ACOSTA

TUTOR:

EPIFANIO CRUZ ZARAGOZA

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX., 2017



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.

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE PROF: JUAN MANUEL NAVARRETE TEJERO
VOCAL PROF: SOFÍA GUILLERMINA BURILLO AMEZCUA
SECRETARIO PROF: EPIFANIO CRUZ ZARAGOZA
SUPLENTE 1 PROF: MIGUEL ÁNGEL HIDALGO TORRES
SUPLENTE 2 PROF: VICTOR BARRERA GUZMÁN

**ESTA TESIS SE DESARROLLÓ EN EL LABORATORIO DE
LUMINISCENCIA Y DOSIMETRÍA
EN LA UNIDAD DE IRRADIACIÓN DEL
INSTITUTO DE CIENCIAS NUCLEARES, UNAM**

ASESOR:

DR. EPIFANIO CRUZ ZARAGOZA

SUPERVISOR:

DR. JESÚS ROMÁN LÓPEZ

SUSTENTANTE:

DALIA SELENE GÓMEZ ACOSTA

AGRADECIMIENTOS

A la UNAM por tener maestros excelentes que me ayudaron en adquirir nuevos conocimientos y reforzar los existentes, para afrontar los retos en mi vida profesional. Al Instituto de Ciencias Nucleares UNAM por el apoyo con sus instalaciones para la realización de esta tesis.

Al Dr. Epifanio Cruz Zaragoza, por aceptarme en este proyecto, por ser mi tutor de tesis, por su paciencia, asesoría en la guía y revisión de este trabajo.

Al Dr. Jesús Román López, por ser mi asesor técnico de tesis, le agradezco por su paciencia, asesoría en la guía y comentarios en la revisión de mí trabajo.

Al M. en C. Benjamín Leal Acevedo y al Físico Francisco García Flores, por la ayuda en la irradiación de mis muestras. Al Técnico Francisco Isidoro Pacheco, por el apoyo en el laboratorio.

A la Secretaria Reyna Rocío Salazar, por su apoyo y amistad en la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica del ICN.

Al Dr. David Díaz de la Facultad de Química UNAM por el apoyo del análisis de rayos X de las muestras de la papa de mi tesis, y a la M. en C. Lituania Pérez Cruz por la ayuda experimental realizada en la difracción de rayos X.

Se agradece ampliamente al CONACYT por el apoyo al proyecto de infraestructura del Dr. Epifanio Cruz Zaragoza que permitió la adquisición del irradiador autoblandado Gammacell-3000 Elan de Cesio-137 instalado en el ICN-UNAM. Con éste se realizaron las irradiaciones de mis muestras de tesis.

También se agradece a la DGAPA-UNAM por el apoyo al proyecto PAPIIT-IN112617 que permitió en parte la realización de esta tesis.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN.....	14
OBJETIVOS.....	17
Objetivo general.....	17
Objetivos particulares.....	17
JUSTIFICACIÓN.....	19
1. ANTECEDENTES.....	20
1.1 Acontecimientos históricos sobre el desarrollo del proceso de irradiación de alimentos y sus aplicaciones.....	20
1.1.1 Acontecimientos históricos sobre la irradiación de la papa.....	22
2. MARCO TEÓRICO.....	23
2.1 Difusión de la papa.....	23
2.2 Características y morfología.....	24
2.2.1 Morfología del tubérculo.....	26
2.3 Composición química y nutricional.....	29
2.4 El cultivo.....	30
2.5 Variedades de la papa.....	33
2.6 Panorama mundial de la papa.....	34
2.6.1 Panorama de la papa en México.....	35
2.7 Causas de pérdidas y daños de la papa en el cultivo y almacenamiento.....	39
2.7.1 Causas biológicas.....	39
2.7.2 Causas microbiológicas.....	40
2.7.3 Daños fisiológicos y bioquímicos.....	42
2.8 Desinfestación y conservación de la papa.....	44
2.8.1 Tratamientos químicos.....	44
2.8.2 Conservación de alimentos con temperaturas de refrigeración y productos químicos.....	45
2.9 Exposición de alimentos a radiación ionizante.....	47
2.9.1 Irradiación de las papas y sus efectos.....	50

2.9.2 Legislación y normatividad.....	52
2.10 Métodos de detección de alimentos irradiados.....	54
2.10.1 Métodos físicos.....	56
2.11 Termoluminiscencia.....	59
2.12 Fotoluminiscencia.....	61
2.13 Imperfecciones de los sólidos.....	63
2.14 Minerales en los alimentos.....	65
2.14.1 Tectosilicatos.....	66
2.15 Difracción de Rayos X.....	70
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	74
3.1 Muestras, reactivos, equipos y material de laboratorio.....	74
3.1.1 Descripción de los equipos de irradiación.....	75
3.2 Obtención de poliminerales.....	78
3.2.1 Preparación de muestras para TL.....	79
3.3 Caracterización de las muestras.....	80
3.4 Medidas de fondo por termoluminiscencia.....	80
3.5 Exposición de los poliminerales a radiación ionizante gamma..	81
3.6 Medidas de termoluminiscencia.....	82
3.7 Propiedades TL.....	82
3.7.1 Dosis-Respuesta.....	82
3.7.2 Límite de detección.....	82
3.7.3 Repetibilidad de la respuesta TL.....	83
3.7.4 Decaimiento de la respuesta TL.....	83
3.8 Parámetros cinéticos: energía de activación (E) y factor de frecuencia (s).....	85
3.9 Preparación de muestras, irradiación y medidas PSL.....	87
3.10 Análisis de las propiedades PSL.....	88
3.11 Análisis del efecto de la radiación en la maduración de la papa	89
4. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN.....	90
4.1 Obtención de los poliminerales.....	90
4.2 Caracterización de los poliminerales.....	91
4.3 Medidas de fondo de termoluminiscencia.....	93

4.4 Análisis de las propiedades TL.....	95
4.4.1 Comportamiento TL de los poliminerales irradiados y dosis- respuesta.....	96
4.4.2 Determinación del límite de detección.....	104
4.4.3 Repetibilidad de la respuesta TL.....	105
4.4.4 Decaimiento de la respuesta TL.....	107
4.5 Análisis de los parámetros cinéticos de energía de activación y factor de frecuencia.....	116
4.6 Propiedades PSL.....	120
4.7 Efecto de maduración de la papa por irradiación.....	128
CONCLUSIONES.....	135
BIBLIOGRAFÍA.....	140

ÍNDICE DE TABLAS

2. MARCO TEÓRICO	23
Tabla 2.1 Productos químicos recomendados en el control de plagas y enfermedades en la papa.....	45
Tabla 2.2 Clasificación de los métodos para la detección de alimentos irradiados.....	55
Tabla 2.3 Tectosilicatos.....	67
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	74
Tabla 3.1 Equipos, materiales de laboratorio y reactivos.....	74
4. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN	90
Tabla 4.1 Límite mínimo de detección de poliminerales irradiados con ^{137}Cs y ^{60}Co	105
Tabla 4.2 Porcentaje remanente TL por efecto de la temperatura en los poliminerales irradiados a 60 Gy.....	111
Tabla 4.3 Porcentaje remanente TL por efecto de la luz Solar en los poliminerales irradiados a 60 Gy.....	114
Tabla 4.4 Porcentaje remanente TL por efecto del tiempo de almacenamiento en los poliminerales irradiados a 60 Gy.....	116
Tabla 4.5 Parámetros cinéticos calculados a partir del decaimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura.....	118
Tabla 4.6 Respuesta PSL de la papa a diferentes dosis.....	123
Tabla 4.7 Cuenta final/s de muestras irradiadas a 20 Gy.....	123
Tabla 4.8 Porcentaje remanente PSL por efecto de la luz Solar en los poliminerales irradiados a 100 Gy.....	126
Tabla 4.9 Porcentaje remanente PSL por efecto del tiempo de almacenamiento en los poliminerales irradiados a 100 Gy.....	127

ÍNDICE DE FIGURAS

2. MARCO TEÓRICO	23
Figura 2.1 Partes de la planta de la papa: a) Planta de la papa; raíces y tubérculos; b) flor; c) tallo; d) hojas.....	26
Figura 2.2 Morfología de la papa.....	28
Figura 2.3 Identificación de las partes de la papa, corte longitudinal de corona a ombligo.....	28
Figura 2.4 Composición química y nutricional de la papa.....	29
Figura 2.5 Aporque o camellones del cultivo de la papa.....	31
Figura 2.6 Variedades de la papa.....	34
Figura 2.7 Producción de papa: a) Principales estados productores; b) participación porcentual.....	36
Figura 2.8 Esquema de decaimiento: a) Cobalto-60, vida media 5,26 años; b) cesio-137, vida media 30 años.....	49
Figura 2.9 Radura el símbolo internacional de los alimentos irradiados: a) Representa a los alimentos; b) representa la fuente de irradiación; c) ilustra los fotones emitidos por la fuente de energía.....	54
Figura 2.10 Proceso de la fluorescencia.....	58
Figura 2.11 Proceso de fosforescencia.....	58
Figura 2.12 Proceso de termoluminiscencia (círculo verde representa al electrón y círculo blanco al hueco).....	61
Figura 2.13 Principio del método PSL.....	62
Figura 2.14 Defectos intersticiales y vacancias.....	64
Figura 2.15 Conductividad eléctrica del silicio debida al movimiento de electrones y huecos.....	65
Figura 2.16 Clasificación de los tectosilicatos: a) Nesosilicatos; b) ciclosilicatos; c) inosilicatos piroxenos; d) inosilicatos anfíboles; e) filosilicatos (Imágenes obtenidas por la Guía interactiva de Rocas y Minerales, disponible en: http://www2.montes.upm.es).....	66
Figura 2.17 Sistema ternario de los feldespatos.....	69

Figura 2.18 Difractómetro de rayos X.....	72
Figura 2.19 Tubo de rayos X.....	73
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	74
Figura 3.1 Irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT: a) Cuarto de irradiación; b) muro de concreto; c) piscina profunda; d) fuentes de ⁶⁰ Co protegidas; e) control del sistema neumático y válvulas de las fuentes radiactivas; f) laberinto de acceso en forma de “L” y piso falso de seguridad; g) compresores de aire, extractor de aire y desionizador del agua; h) sistema de control del irradiador y las fuentes.....	76
Figura 3.2 a) Irradiador autoblandado Gammacell-3000; b) cámara de irradiación para colocación del portamuestra.....	77
Figura 3.3 a) Irradiador Gammacell-200; b) cámara de irradiación para colocación de las muestras.....	78
Figura 3.4 Poliminerales de la papa.....	79
Figura 3.5 a) Equipo de termoluminiscencia Harshaw TLD 3500; b) plancheta de calentamiento.....	81
Figura 3.6 a) Lámpara Simuladora de luz Solar; b) posición de la muestra.....	84
Figura 3.7 Equipo PSL: a) Portamuestra; b) tubo fotomultiplicador.....	87
Figura 3.8 Cámara de irradiación del Gammabeam 651 PT: a) Posición de irradiación de las muestras de papa por triplicado.....	89
4. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN.....	90
Figura 4.1 Difracción de rayos X: a) Difractograma de poliminerales de la papa, tamaño de partícula entre 74-149 μm; b) acercamiento del difractograma a partir de 25° a 31° (2 θ).....	93
Figura 4.2 Medidas TL a muestras con un tamaño de partícula entre 74-149 μm: a) Fondos de la muestra A, como se espera cuando una muestra no está irradiada intencionalmente sino debido a la irradiación terrestre. Fondo 1 con dos máximos en 169 °C y 315 °C (curva anaranjada) y fondo 2 sin emisión TL (curva morada); b) fondos de la muestra B. Fondo 1 con dos máximos en 155 °C y 311 °C (curva verde) y fondo 2 sin emisión TL (curva azul).....	95

Figura 4.3 Curvas de brillo de los poliminerales de la papa irradiados con ^{60}Co a 30 y 200 Gy: a) Muestra A; b) muestra B.....	96
Figura 4.4 Curvas de brillo de los poliminerales de la papa irradiados con ^{137}Cs a 30 y 200 Gy: a) Muestra A; b) muestra B	97
Figura 4.5 Medidas TL: a) Muestra A y b) muestra B irradiadas con ^{137}Cs a 30 Gy y 200 Gy. Curvas TL con dos máximos en 97 °C y 135 °C. c) muestra A y d) muestra B irradiadas con ^{60}Co a 30 Gy y 100 Gy. Curva TL con dos máximos en 97 °C y 130 °C (137 °C Muestra B).....	98
Figura 4.6 Comparación de las intensidades; Curva de brillo TL a 1500 Gy de la muestra A y B irradiados con ^{60}Co y ^{137}Cs	99
Figura 4.7 Curvas de brillo: a) Muestra A irradiada con ^{137}Cs desde 4 hasta 1500 Gy con dos máximos (97 y 135 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 4 hasta 100 Gy, se observó el máximo TL a 97 °C.....	100
Figura 4.8 Curvas de brillo: a) Muestra B irradiada con ^{137}Cs desde 4 hasta 1500 Gy con dos máximos (97 y 135 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 4 hasta 100 Gy, se observó el máximo TL a 97 °C.....	101
Figura 4.9 Curvas de brillo: a) Muestra A irradiada con ^{60}Co desde 15 hasta 5000 Gy con dos máximos (97 y 130 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 15 hasta 60 Gy, se observó el máximo a 97 °C.....	101
Figura 4.10 Curvas de brillo: a) Muestra B irradiada con ^{60}Co desde 15 hasta 5000 Gy con dos máximos (97 y 137 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 15 hasta 60 Gy, se observó el máximo a 97 °C.....	102
Figura 4.11 Dosis-respuesta de la muestra A irradiada con ^{60}Co : a) Saturación de la muestra a partir de 1500 Gy; b) regresión lineal de la muestra en un intervalo de dosis entre 15 y 1500 Gy.....	103
Figura 4.12 Dosis-respuesta de la muestra B irradiada con ^{60}Co : a) Saturación de la muestra a partir de 1500 Gy; b) regresión lineal de la muestra en un intervalo de dosis entre 15 y 1500 Gy.....	103

Figura 4.13 Regresión lineal de la dosis-respuesta de los poliminerales irradiados con ^{137}Cs desde 4 hasta 1500 Gy: a) Muestra A; b) muestra B...	104
Figura 4.14 Repetibilidad de la Muestra A a 60 Gy: a) Curvas de brillo TL; b) Respuesta TL en función al número de ciclos (irradiación y medida).....	106
Figura 4.15 Repetibilidad de la Muestra B a 60 Gy: a) Curvas de brillo TL; b) respuesta TL en función al número de ciclos (irradiación y medida).....	107
Figura 4.16 Blanqueo térmico de la muestra 1B: a) Comportamiento de las curvas por efecto de la temperatura; b) respuesta TL en función de la temperatura de tratamiento térmico.....	109
Figura 4.17 Blanqueo térmico de la muestra 2B: a) Comportamiento de las curvas por efecto de la temperatura; b) respuesta TL en función de la temperatura de tratamiento térmico.....	110
Figura 4.18 a) Decaimiento de la señal TL por efecto de la luz Solar (Muestra B1); b) respuesta TL en función del tiempo de exposición.....	112
Figura 4.19 a) Decaimiento de la señal TL por efecto de la luz Solar (Muestra B2); b) respuesta TL en función del tiempo de exposición.....	113
Figura 4.20 Decaimiento de la señal TL. Muestra B1: a) Curvas de brillo por efecto del tiempo de almacenamiento; b) fading del polimineral de la papa.....	115
Figura 4.21 Decaimiento de la señal TL. Muestra B2: a) Comportamiento de las curvas por efecto del tiempo de almacenamiento; b) respuesta TL en función del tiempo de almacenamiento.....	115
Figura 4.22 Gráfico $\ln(I)$ vs $1/kT$, para determinar la energía de activación de la muestra 1B, a partir de las curvas TL obtenidas por el blanqueo térmico.....	119
Figura 4.23 Gráfico $\ln(I)$ vs $1/kT$, para determinar la energía de activación de la muestra 2B, a partir de las curvas TL obtenidas por el blanqueo térmico.....	119
Figura 4.24 Comportamiento PSL de los minerales de la cáscara de papa utilizando el método de luminiscencia fotoestimulada: a) Cuentas por segundo en función del tiempo, de muestras no irradiadas (fondo 1) e	

irradiadas (1 a 5000 Gy); b) acercamiento del comportamiento de los minerales sin irradiar (fondo 1) e irradiadas (1 a 100 Gy).....	121
Figura 4.25 Dosis-respuesta PSL: a) Cuenta final/s en función de la Dosis de minerales de cáscara de papa a partir de 1 hasta 5000 Gy; b) intervalo de linealidad (1 a 300 Gy) de los minerales.....	122
Figura 4.26 Muestra 1. Comportamiento PSL de los minerales por efecto de la luz Solar: a) Decaimiento de la respuesta PSL en función del tiempo de exposición; b) decaimiento de la cuenta final/s en función del tiempo de exposición.....	125
Figura 4.27 Muestra 2. Comportamiento PSL de los minerales por efecto de la luz Solar: a) Decaimiento de la respuesta PSL en función del tiempo de exposición; b) decaimiento de la cuenta final/s en función del tiempo de exposición.....	125
Figura 4.28 Decaimiento PSL, cuenta final/s en función del tiempo de almacenamiento, de muestras de cáscara de papa, CV = 11,31 %.....	127
Figura 4.29 Brotes de la papa a un mes de almacenamiento: a) Brote en posición apical; b) brotes múltiples.....	128
Figura 4.30 Papas irradiadas con un mes de almacenamiento. Lotes irradiados: a) 100 Gy; b) 150 Gy; c) 200 Gy; d) 300 Gy.....	130
Figura 4.31 Lote control. Papas sin irradiar con dos meses de almacenamiento.....	131
Figura 4.32 Papas irradiadas con dos meses de almacenamiento. Lotes irradiados: a) 100 Gy; b) 150 Gy; c) 200 Gy; d) 300 Gy.....	132
Figura 4.33 Lote control. Papas sin irradiar con tres meses de almacenamiento.....	133
Figura 4.34 Papas irradiadas con tres meses de almacenamiento. Lotes irradiados: a) 100 Gy; b) 150 Gy; c) 200 Gy; d) 300 Gy.....	134

INTRODUCCIÓN

De acuerdo con el Servicio Internacional para la Investigación Agrícola Nacional (ISNAR) y la detección de las cadenas productivas en México, se identificó a la papa dentro de los primeros 64 productos agroalimentarios y agroindustriales más importantes en el ámbito nacional, como un alimento con un alto valor nutricional y fuente generadora de empleo.

En la actualidad la papa se cultiva en 24 entidades estatales del territorio mexicano, los principales Estados productores en el 2014 fueron: Sonora con 25 %, Sinaloa 18 %, Puebla 11 %, Veracruz 10 %, Estado de México 9 %, y Nuevo León con 7 %. En total, se generó 80 % de la producción nacional de 1,588,300 toneladas (t) de papa, con rendimiento de 27,34 t/ha en 58,093 hectáreas (ha) de superficie cosechada. México, en este año, ocupó el lugar 14 en orden de importancia por superficie sembrada, el lugar 17 por su producción y el 7 por su valor de la producción. A pesar del crecimiento en producción de la papa, hoy en día existen problemáticas en la comercialización de esta, ya sea por las inconformidades de competencia desleal que enfrentan los productores mexicanos debido al aumento en la demanda de papa fresca o por pérdidas a causa de un mal manejo en su almacenamiento. Este trabajo pretende complementar la línea de investigación hacia la intensificación de la preservación y mejora de la papa mediante el uso de nuevas tecnologías como la irradiación del alimento, para apoyar a las prácticas postcosecha: almacenamiento y fitosanitario en la mejora del producto en los ámbitos mencionados.

La irradiación de la papa en México todavía no es una práctica común, sin embargo las fuentes de radiación utilizadas en la preservación de alimentos en países como la Unión Europea o Estados Unidos son cobalto 60 (^{60}Co) y Cesio 137 (^{137}Cs), quienes han considerado a estos isótopos como una alternativa viable para controlar o eliminar bacterias, hongos, parásitos e insectos. Además, interferir en la mejora positiva de los procesos fisiológicos causantes de deterioro del producto.

En este caso, se busca evitar la podredumbre de la papa causada principalmente por fusariosis, tizones y/o pie negro; su capacidad de brotación durante su almacenamiento para evitar pérdidas económicas y el encarecimiento del alimento.

También, dado que el mercado mundial de papa es muy grande, es importante para México adoptar la tecnología de radiación de alimentos para lograr una mejor exportación del producto. Debido a que solo exporta 27, 000 t de la producción de papa fresca a Belice y por el contrario, realiza la importación de grandes volúmenes (230,000 t en 2013 del cual solo 41 % es papa fresca) de países como Estados Unidos (75%) y Canadá (25%).

Actualmente en México es debatible la importación de la papa por el argumento de los productores mexicanos: “La papa llega con plagas”. Entonces esas plagas se pueden eliminar con radiación para su consumo en el país. La papa que se importa en México no es limpia sobretodo de plagas como insectos que pueden dañar seriamente a los cultivos en México y si se fumiga con químicos, el alimento puede ser potencialmente dañino al humano o al medio ambiente.

Hay varios ejemplos en el mundo donde los países irradian la papa, incluyendo Brasil y Argentina, pero si se importara papa de esos países donde su marco legal les permite sanitizarla es entonces importante contar con métodos de detección si el producto fue irradiado para evitar dosis acumuladas al mismo.

Todo ello, genera la necesidad de desarrollar un método confiable de detección, por ejemplo luminiscencia estimulada de la papa irradiada, como un control de la calidad al producto para evitar la re-irradiación y el aumento de la dosis impartida al producto que podría causar daño en la calidad nutricional del mismo. A México le convendría muy bien volverse productor de papa para exportación y revertir la tendencia de su importación debido a la depreciación del valor de la moneda mexicana, pero deberá tener listo los métodos de preservación, desinfestación, sanitización y detección del producto irradiado.

En esta tesis se plantea llevar a cabo el análisis de la identificación de la papa irradiada mediante los fenómenos de emisión luminiscente por calor (termoluminiscencia, TL) y luminiscencia fotoestimulada (PSL). Así como analizar sus propiedades tanto de termoluminiscencia y de luminiscencia fotoestimulada. De igual forma, observar la dosis que permita una mejor respuesta en la eliminación de brotes en la papa, sin afectar sus propiedades organolépticas y nutricionales.

Para el análisis por TL se separaron poliminerales (principalmente cuarzo y feldespato) de la cáscara de papa originaria de los Mochis, Sinaloa, adquirida en la Central de Abastos de la Ciudad de México. Se seleccionó el tamaño de grano entre 74 a 149 micras (μm) de los lotes de poliminerales. Se determinaron las siguientes propiedades TL: límite de detección, la respuesta a las dosis de radiación, y desvanecimiento de la señal TL por efecto de la temperatura de tratamiento térmico, decaimiento de las señales durante la exposición a la luz Solar utilizando una lámpara simuladora de Sol, y la detección durante el tiempo de almacenamiento de las muestras a temperatura ambiente. También, se analizaron las propiedades de luminiscencia fotoestimulada en la cáscara de papa: límite de detección, comportamiento de la dosis-respuesta y desvanecimiento de la respuesta PSL por efecto del tiempo de almacenamiento y ante la luz Solar. En cuanto al efecto de deterioro de la papa por radiación se encontró la dosis adecuada para su conservación en cuatro lotes con tres papas y fueron comparados con un lote control. El primer lote fue irradiado a 100 Gy, el segundo lote a 150 Gy, el siguiente irradiado a 200 Gy y el último lote a 300 Gy.

Para la irradiación de las muestras en el análisis TL, PSL y deterioro de la papa; se utilizaron tres irradiadores gamma, dos de cobalto y uno de cesio, localizados en el Instituto de Ciencias Nucleares, UNAM. Los datos obtenidos a partir de los análisis por luminiscencia TL y PSL ofrecerán la oportunidad de contar con un método de detección de papa mexicana tratada con radiación ionizante y los lotes de papa analizados, permitirán determinar la dosis que favoreció en mayor medida las características físicas del alimento después de haber permanecido en almacenamiento, determinando el tiempo real de deterioro de la papa mexicana.

OBJETIVOS

Objetivo general

Estudiar las propiedades termoluminiscentes y luminiscencia fotoestimulada de poliminerales presentes en la cáscara de papa (*Solanum tuberosum*) ionizada por radiación gamma.

Los *objetivos particulares* son los siguientes:

- Obtener los poliminerales de la papa mexicana usando como metodología de separación la diferencia de densidades entre la fracción inorgánica y orgánica e identificarlos por difracción de rayos X.

- Evaluar las siguientes propiedades termoluminiscentes de los poliminerales:
 - Estudiar la respuesta TL de poliminerales con un tamaño de partícula entre 74 y 149 micras.
 - Analizar la respuesta termoluminiscente en función de la dosis de radiación impartida por las fuentes de ^{60}Co y ^{137}Cs , determinar el intervalo de linealidad de la respuesta TL.
 - Obtener el límite de detección TL de la fracción polimineral expuesta a radiación ionizante gamma de ^{60}Co y ^{137}Cs .
 - Obtener la repetibilidad de la respuesta TL de la fracción polimineral con radiación gamma de ^{137}Cs .
 - Analizar el efecto de la temperatura y luz solar en la respuesta TL de los poliminerales irradiados con ^{137}Cs .
 - Analizar el decaimiento, en función del tiempo de almacenamiento, de la respuesta TL de los poliminerales expuestos a radiación gamma de ^{137}Cs .
 - Determinar los parámetros cinéticos de energía de activación (E) y factor de frecuencia (s) a partir de las curvas termoluminiscentes obtenidas por efecto de la temperatura.

-Analizar la respuesta de luminiscencia fotoestimulada de las muestras de cáscara de papa, irradiadas a diferentes dosis de radiación ionizante de ^{60}Co , para determinar el límite de detección, repetibilidad y decaimiento de la señal PSL por efecto de la exposición a luz Solar y tiempo de almacenamiento.

- Analizar el deterioro, a temperatura ambiente, en papas frescas irradiadas a 100 Gy, 150 Gy, 200 Gy y 300 Gy con radiación gamma de ^{60}Co , y determinar cuál de estas dosis inhibe en su totalidad los brotes, permitiendo mejores características organolépticas del alimento después de finalizar el tiempo de deterioro.

JUSTIFICACIÓN

A nivel mundial, en el 2015, la hortaliza de la papa ocupó el 5 lugar en el renglón alimentario [FDN, 2014], por ser un alimento balanceado al contener el aminoácido esencial lisina, haciéndola valiosa en dietas basadas en cereales, los cuales por lo general son deficientes en este aminoácido [Fueyo, 2007]. En México el cultivo de la papa alcanzó un valor cercano a los 11 mil millones de pesos, cifra que lo colocó como el 7 cultivo más importante en el país [FND, 2014].

La problemática que se ha observado a través de los años son las pérdidas post-recolección de este tubérculo por las condiciones y salud del producto en el momento de colocarlo en el almacén. La formación de brotes, la podredumbre y la transpiración son factores físicos y fisiológicos que contribuyen a daños y al deterioro cualitativo y cuantitativo en la papa. También, factores microbiológicos como formación de hongos y bacterias; y entomológicos por interferencia de la polilla de la papa (*Phthorimaea operculella*) [Molins, 2004].

La exposición de la papa a radiación ionizante gamma de ^{60}Co y ^{137}Cs se ha considerado como una alternativa viable para prevenir los factores fisiológicos, microbiológicos y entomológicos que afectan su producción y comercialización. Por lo que es importante implementar esta tecnología en México con el fin de mejorar la preservación de este alimento y comercialización con la exportación de la papa a países.

Debido a esto es importante contar con metodologías analíticas que permitan identificar si la papa ha sufrido un proceso de radiación para prevenir un manejo inadecuado de la misma y la dosis adecuada para su conservación.

1. ANTECEDENTES

En el presente capítulo se reseñan algunos acontecimientos históricos de la irradiación de alimentos y de la papa, desde sus orígenes hasta el siglo XX.

1.1 Acontecimientos históricos sobre el desarrollo del proceso de irradiación de alimentos y sus aplicaciones.

Las investigaciones sobre irradiación de alimentos iniciaron a finales del siglo XIX, un año después del descubrimiento de los rayos X por W. K Roentgen y el hallazgo de la radiactividad de H. Becquerel. A partir de este siglo y hasta finales de la Segunda Guerra Mundial se dieron a conocer numerosos descubrimientos en física nuclear que proporcionaron grandes avances en varios campos de la ciencia.

Estos avances permitieron a los investigadores implementar esta metodología en la preservación de alimentos. Por ejemplo, H. Minsh en 1896 y Lieber en 1905, sugirieron el uso de radiaciones ionizantes para conservar alimentos mediante la destrucción de microorganismos de deterioro. S.C. Prescott en 1904, realizó estudios en alimentos sobre el efecto bactericida. Lo anterior, permitió a J. Appleby y A. J. Banks expedir la patente británica nº 1.609 en 1905 referida a la utilización de la radiación ionizante en la esterilización de alimentos contaminados con bacterias, fundamentalmente cereales y derivados. Entre las ventajas ofrecidas fueron la sustitución de cualquier compuesto químico utilizado en la conservación de un alimento y la naturalidad del método, al considerarlo como una simple imitación de la naturaleza.

Pero, fue hasta 1921 cuando se realizó el primer intento serio de aplicar la radiación ionizante para la eliminación del escarabajo del tabaco. Las pérdidas económicas por el *Lasioderma serricorne* en el almacenaje y transporte del tabaco permitió la construcción del primer equipo de rayos X con utilidad en la industria en 1929. En 1947, Brash y Huber coinventores del acelerador de electrones, citan la

posibilidad de utilizar este tipo de radiación para irradiar carnes, huevo, leche y artículos de uso común.

En este tiempo, la Comisión de Energía Atómica de los Estados Unidos (USAEC) y la Armada Americana comenzaron un programa de investigación sobre la utilidad de la radiación gamma en la irradiación de alimentos, el principal logro fue la construcción de plantas específicas de ^{60}Co con la finalidad de irradiar alimentos y experimentar los efectos sobre ellos. Así, entre los años 1950 a 1960 Bélgica, Canadá, Francia, Países Bajos, Polonia, URSS, República Federal de Alemania y España iniciaron programas de investigación en este campo.

La primera irradiación de alimentos con fines comerciales tuvo lugar en la República Federal de Alemania en 1957, cuando un industrial decide mejorar las cualidades higiénicas de sus productos irradiándolos con un acelerador de Van de Graff. Pero, más tarde la máquina fue desmantelada cuando la legislación prohibió el tratamiento de los productos alimenticios con radiación ionizante [Calderón, 2000; Molins, 2004].

A pesar de estos avances en la irradiación de alimentos, paralelamente hubo preocupación por los efectos colaterales relacionados con la salud humana. En 1970 un grupo de 24 países, con el patrocinio del Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA), de la Organización para la Agricultura y Alimentación (FAO) y la Organización Mundial para la Salud (OMS), dieron lugar al Proyecto Internacional para la Irradiación de Alimentos (IFIP).

Los países miembros del IFIP aportaron recursos para llevar a cabo análisis químicos y estudios de alimentación en animales utilizando una gran variedad de alimentos irradiados con el fin de dar un veredicto sobre la seguridad de consumir dichos alimentos. Más tarde, en 1980 el comité conjunto FAO/IAEA/OMS estableció *“que la irradiación de cualquier tipo de alimento hasta una dosis máxima de 10 kGy no presenta riesgo para la salud humana, e incluye que tal tratamiento no presenta problemas nutricionales y microbiológicos para el consumidor”* [Calderón 2000].

Posteriormente, en 1983 la Comisión del Código Alimentario adoptó el *Código Estándar General Alimentario sobre Alimentos Irradiados* y el *Código Recomendado de la Práctica para la Operación del Uso de los Centros de Radiación para el Tratamiento de Alimentos* en forma de normas de carácter mundial. De esta manera, comienza la existencia legal para la aceptación de alimentos irradiados.

Después, a petición de Australia en el año de 1992, la OMS convocó un Comité de Expertos para reexaminar la seguridad de los alimentos irradiados. Reafirmando la conclusión de que los alimentos irradiados son seguros. En el transcurso de los años y para el 2000 se calculó que cada año se irradiaron y comercializaron más de 500,000 toneladas de alimentos irradiados (Calderón 2000; Cruz-Zaragoza 2004).

1.1.1 Acontecimientos históricos sobre la irradiación de la papa.

Las primeras irradiaciones de la papa se aprobaron en la Unión Soviética en el año de 1958, dos años después se aprobó en Canadá y en el año de 1973 Japón inició la irradiación del tubérculo a escala industrial. Con la finalidad de controlar el daño producido por insectos en la papa almacenada, así como el deterioro por la germinación se hicieron varias investigaciones para evitar pérdidas alimentarias post-recolección. En el año de 1936, Mentilisky observó la inhibición de brotes en hortalizas al utilizar radiación ionizante gamma. Después, en 1950 Sparrow y Christensen llevaron a cabo estudios con rayos X, confirmando la inhibición de brotes en papas. Desde entonces, con la disponibilidad de centros utilizando fuentes de isótopos de ^{60}Co y ^{137}Cs , se han realizado amplios estudios en varios países para establecer las condiciones óptimas en el tratamiento con radiación a diversas variedades de tubérculos bajo condiciones agroclimáticas variables. Continuaron los estudios y en 1986 Kader observó los efectos producidos en el tubérculo utilizando fuentes de ^{60}Co y afirmó que la dosis adecuada para evitar la germinación está entre 0,05 kGy a 0,15 kGy [Calderón 2000; Molins 2004].

2. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se resume las características de la papa, su anatomía, morfología, composición química, composición nutrimental, las características del cultivo para obtener una papa de calidad, el panorama mundial y del territorio mexicano: exportación e importación, situación actual de la papa; las causas de pérdidas y afectaciones después de la post-cosecha, la desinfestación y conservación de los tubérculos con tratamientos químicos como físicos. Se explica qué es la irradiación, la legislación de los alimentos irradiados y métodos para su detección. También se hace referencia a los minerales que contiene este alimento, su clasificación, caracterización y los defectos puntuales o electrónicos de los minerales para el entendimiento de cómo interactúa la radiación con el material.

2.1 Difusión de la papa

En 1534 el español Francisco Pizarro desembarcó en Sevilla por primera vez con una bolsa de papas procedentes del Perú. Cincuenta años más tarde, la papa ya se cultivaba en Londres, Francia y Países bajos. Pasaron casi 150 años en ser introducidas en América del Norte, tardó en difundirse por la dificultad de adaptarse al clima y por los arraigados hábitos alimentarios que predominaban. En este tiempo surgieron nuevas variedades de papa y se le dio un mayor valor al cultivo por dar seguridad alimentaria. Más tarde Federico el Grande de Prusia ordenó a sus súbditos cultivar papas como seguro contra las malas cosechas de los cereales, y el científico francés Parmentier logró que se declarara “comestible” la papa.

Posteriormente los agricultores europeos comenzaron a producir papas a gran escala, convirtiéndose en la reserva alimentaria de Europa durante las guerras napoleónicas y en 1815 ya era un alimento básico en el norte del continente. Para entonces, la revolución industrial transformaba la sociedad agraria del Reino Unido, desplazando a millones de habitantes del medio rural hacia las grandes ciudades.

En el nuevo entorno urbano la papa se convirtió en el primer “alimento fácil de preparar”, por su gran contenido de energía, por ser nutritiva, fácil de cultivar en zonas pequeñas, por ser barata y lista para cocinarse sin gran costo.

Pero el éxito de la papa terminó en los años de 1844 a 1845, cuando un moho patógeno, el tizón tardío, arrasó los cultivos de papa en toda Europa continental, desde Bélgica hasta Rusia. Lo que condujo a una hambruna en donde murieron millones de personas.

La catástrofe motivó la búsqueda de variedades más productivas y resistentes a las enfermedades. Los mejoradores de Europa y América del Norte, con nuevo germoplasma importado de Chile, produjeron muchas de las modernas variedades que sentaron las bases de la enorme producción de papa en ambas regiones durante la mayor parte del siglo XX.

Mientras tanto, el colonialismo, la emigración europea, los gobernadores de las colonias, los misionarios y los colonizadores llevaron el cultivo de la papa a todos los rincones del mundo [FAO, 2008].

2.2 Características y morfología

La papa (*Solanum tuberosum*) pertenece a la familia de floríferas de las solanáceas, del género *Solanum*. Es una planta herbácea, anual y dicotiledónea, consta de un sistema aéreo y subterráneo rizomatoso en donde se originan los tubérculos. Las partes que la conforman se observan en la Figura 2.1 y se describen a continuación.

-*Flores*. Las flores son pentámeros de colores del blanco al lila o morado. Disponen de un estilo y estigma simple, así como de un ovario bilocular. El número de flores por planta dependerá de las variedades de esta.

-*Tallos*. Los tallos aéreos son gruesos, fuertes y sólidos. Algunos de ellos pueden estar ramificados, generalmente son huecos y tienen alas rectas u

onduladas. El tallo principal se origina a partir de las yemas del tubérculo, alcanzando una altura aproximada entre 0,6 m a 1 m y estará constituido por ramas laterales denominados tallos secundarios. Los rizomas o estolones subterráneos y los tubérculos son tallos modificados y especializados para la reproducción. En los rizomas se producen las raíces adventicias y en su extremo se forman los tubérculos.

-Hojas. Las hojas son compuestas, formadas por nueve o más folíolos alternas o imparipinadas, es decir, culminadas por un folíolo de mayor tamaño que los demás. Los folíolos están en forma lateral, a lo largo del pecíolo y pueden ser intersticiales y terminales.

-Raíz. Las plantas provenientes de semillas sexuales desarrollan raíces delgadas. Las plantas que crecen directamente del tubérculo desarrollan raíces adventicias en los nudos del tallo a una profundidad de 40 a 50 cm, es decir, se desarrollan en la zona de los tallos comprendida entre el tubérculo utilizado como simiente y la superficie del terreno.

-Tubérculo. Los tubérculos son un engrosamiento del estolón. Son considerados como tallos modificados por la acumulación de reservas alimenticias y de reproducción asexual o sexual. Como tales, en su superficie se distribuyen los ojos, representando los nudos del tallo. Este se desprenderá del estolón al llegar el estado de madurez o al realizar el arranque de la cosecha.

-Brote. El brote es el inicio de un tallo y se forma en los ojos del tubérculo a partir de una yema. En un ojo puede haber tres o más yemas en las que se distinguen los estolones y tricomas. Las estructuras mencionadas anteriormente, la forma y color del brote son características genéticas para identificar el clon o una variedad [Rubio et. al., 2000].

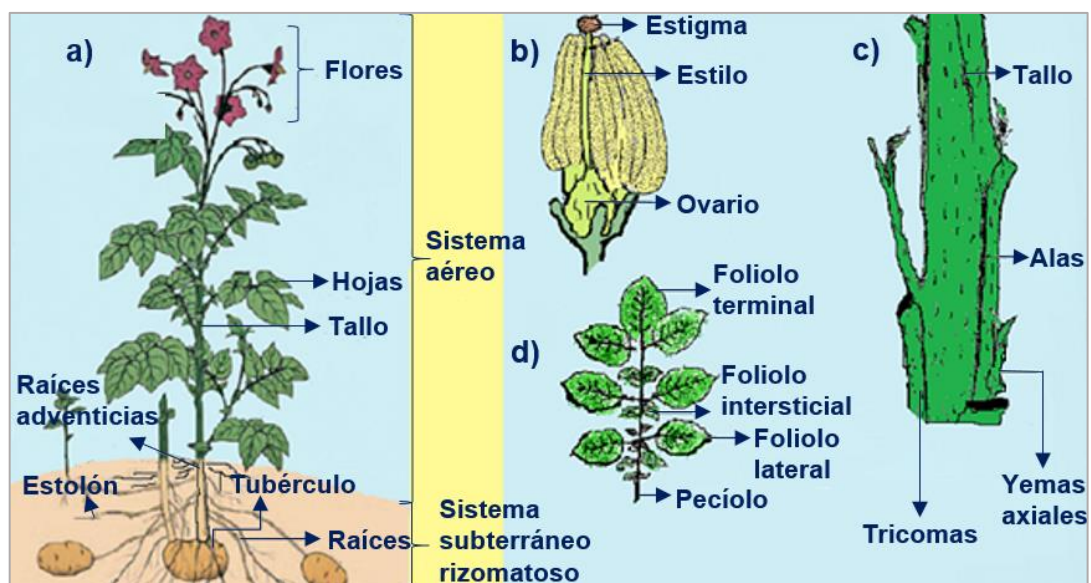


Figura 2.1 Partes de la planta de la papa: a) Planta de la papa, raíces y tubérculos; b) flor; c) tallo; d) hojas.

2.2.1 Morfología del tubérculo

Los tubérculos presentan diferentes formas, tamaños y colores dependiendo de la variedad. Generalmente, las papas tienen formas alargadas, redondas u oblongas; y pueden ser rosadas, blancas, amarillas o rojizas.

Cada tubérculo está constituido desde el exterior por una cáscara, lenticelas, nudos, yemas y un fragmento o cicatriz proveniente de la unión del estolón del cual se origina la papa (Figura 2.2). Mientras que en el interior, el tubérculo, está formado por una corteza, parénquima vascular de reserva, anillo vascular y tejido medular [Alonso et al., 2002].

La cáscara o epidermis es una capa delgada cubierta por una membrana cuticular que posee ceras naturales embebidas en ella y sobre la superficie. Esta epidermis le sirve de protección a daños mecánicos, ingreso microbiano y penetración de productos químicos, además de regular factores como el intercambio de gases metabólicos, transpiración de humedad, volatilización de compuestos aromáticos y resistencia a los daños por frío [Barreiro & Sandoval, 2006].

Ocasionalmente la continuidad de las células epidérmicas presenta discontinuidad en ciertas zonas donde existen otras estructuras, las estomas y las lenticelas.

Las estomas actúan como válvulas diminutas para el intercambio de gases a través de la epidermis y son importantes en los procesos de transpiración, respiración y maduración de los tubérculos.

Las lenticelas son regiones de la epidermis caracterizadas por un tejido de mayor espacio intercelular. También, permiten el intercambio de gases entre la atmósfera y las células subepidérmicas al contrario de las estomas, se encuentran permanentemente abiertas [Barreiro & Sandoval, 2006].

La yema se encuentra en la extremidad apical denominada *corona*. En el otro extremo, llamado *talón*, se encuentra el punto de unión del estolón conocido como el *ombligo*. En todo el largo del tubérculo se haya yemas axilares rebordeadas por la cicatriz de una escama, conocida como *ojos*.

Haciendo el corte longitudinal del tubérculo se puede observar (Figura 2.3), debajo de la epidermis, la corteza. La corteza es una banda delgada del tejido de reserva que contiene principalmente proteínas y almidones.

Después, se encuentra el sistema vascular que conecta los ojos del tubérculo entre sí con otras partes del tubérculo. A su vez, el parénquima es el tejido principal de almacenamiento y finalmente la médula constituye la parte central del alimento. Todos estos elementos, de la corteza a la médula, constituyen la carne del tubérculo [Flores, *et. al.*, 2007; Fueyo, 2007].

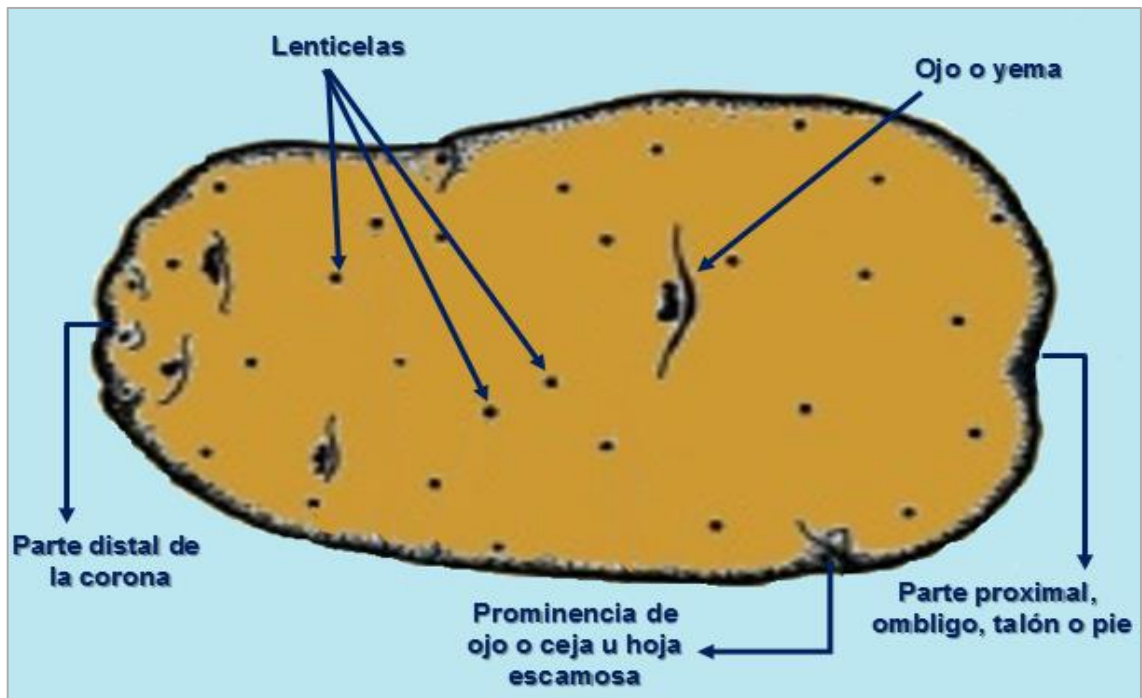


Figura 2.2 Morfología de la papa.

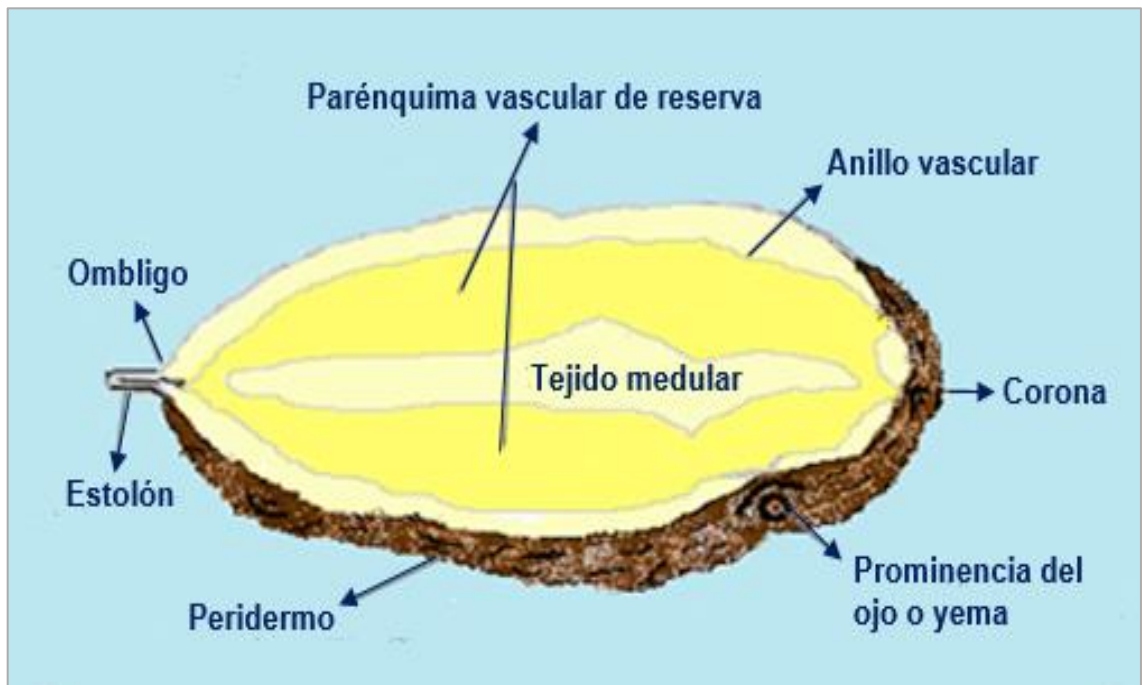


Figura 2.3 Identificación de las partes de la papa, corte longitudinal de corona a ombligo.

2.3 Composición química y nutricional

La papa recién cosechada contiene 80 % de agua y 20 % de materia seca. Entre 60 % y 80 % de esta materia seca son hidratos de carbono, de los cuales la mayor parte es almidón. Respecto a su peso en seco, el contenido de proteína es de 2 %, porcentaje similar a los cereales y el doble en comparación con otros tubérculos, por ejemplo, el camote. La importancia de estas proteínas es que son ricas en lisina, aminoácido esencial escaso en los cereales.

También, las papas, son bajas en grasas, contienen fibra y son abundantes en micronutrientes sobre todo vitamina C. Una papa de 150 g, consumida con piel, aporta casi la mitad de las necesidades alimenticias diarias de un adulto (100 mg) y fomenta la absorción del hierro. Los minerales que contienen son potasio, fósforo, hierro, magnesio y zinc. Aparte contienen antioxidantes, los cuales contribuyen a prevenir enfermedades relacionadas con el envejecimiento.

En la Figura 2.4 se muestra un esquema con los porcentajes aproximados de la composición química de la papa, así como de sus propiedades nutrimentales por cada 100 g de parte cruda comestible [FAO, 2008; Horton, 2000; Pamplona, 2015].

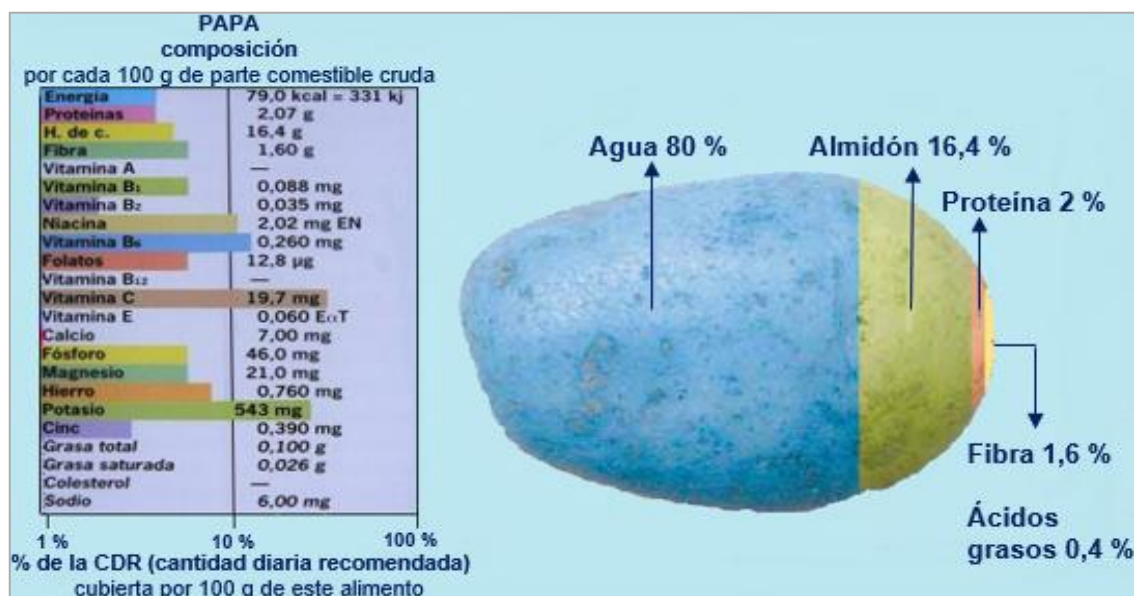


Figura 2.4 Composición química y nutrimental de la papa.

2.4 El cultivo

Los métodos de siembra varían de acuerdo a los estados, regiones o condiciones que presenten los terrenos donde se establecerá el cultivo, es por ello que se dará una breve descripción sobre la siembra para una buena producción del alimento.

-El suelo y preparación de la tierra. El cultivo de papa se desarrolla bien en suelos arenosos porque ofrece menos resistencia al crecimiento de los tubérculos, en suelos arcillosos o arena con arcilla, con un buen drenaje, materia orgánica y ventilación se observan mejores resultados. El cultivo de papa requiere de suelos libres de raíces de maleza y una profundidad mayor a 30 cm. Por lo general, es necesario arar tres veces para que el suelo quede suave, drenado y bien ventilado. El pH óptimo para un buen desarrollo, crecimiento y producción fluctúa entre 5,0 - 7,0. Se debe considerar que la papa es sensible a suelos compactados, es tolerante a la salinidad y requiere de más de 2 % de materia orgánica para su óptima producción [FAO, 2008; Rubio et. al., 2000].

-Pendiente del terreno. La pendiente del terreno tiene una relación con la capacidad de captación y retención del agua, con la profundidad de suelo y con la facilidad de usar maquinaria. La pendiente utilizada en el cultivo de papa es de 0,0 a 4,0 % para obtener una muy buena productividad, de 4,1 a 8,0 % para una mediana productividad y mayor a 8,0 % para una baja productividad.

-Siembra. La producción de papa se realiza por dos vías, la sexual en donde se usa una semilla botánica y la asexual o vegetativa conocida como papa semilla [Rubio et. al., 2000]. Comúnmente se siembra con esta última por lo que se hablará solo de ésta. La papa semilla son fragmentos del tubérculo, estos fragmentos son introducidos en la tierra a una profundidad de 5 a 10 cm ó 10 a 18 cm. Es importante que la semilla sembrada se encuentre en un ambiente favorable, puesto que el tubérculo es al mismo tiempo el producto final del crecimiento, desarrollo de la planta y el punto inicial de una nueva, de ahí la importancia de la sanidad de la semilla porque cada una guarda el perfil fitosanitario que tuvo durante su ciclo

vegetativo. Por lo tanto, el tubérculo semilla antes de la siembra debe estar desinfectada con algún fungicida como el Tecto 60 para prevenir enfermedades, tener buenos brotes y pesar de 30 a 40 g ó 50 a 60 g [FAO, 2008; Horton, 2000, Luque, 2013].

La densidad de cada hilera de papas depende del tamaño de los tubérculos y el espacio entre las hileras debe permitir el aporque del cultivo (Figura 2.5). Por lo general se siembran unas dos toneladas de papa semilla por hectárea. En las zonas áridas, el cultivo de papa en suelos planos produce cosechas más abundantes (gracias a una mejor retención de la humedad en el suelo), mientras que en condiciones de regadío la papa se cultiva principalmente en aporques o camellones [FAO, 2008].



Figura 2.5 Aporque o camellones del cultivo de la papa.

-Cuidado del cultivo. Durante cuatro semanas empieza el crecimiento del follaje de la papa y es necesario eliminar la maleza antes de iniciar la formación de los camellones o aporques. Éstos se forman amontonando tierra en torno al tallo principal. Los camellones son útiles para que la planta se mantenga vertical y la tierra éste suelta, así como evitar que las plagas de insectos lleguen a los tubérculos [FAO, 2008].

-Aplicación de abono y fertilizantes. Los macronutrientes para producir una tonelada (t) de papa por hectárea son nitrógeno (N), óxido de magnesio (MgO), óxido de potasio (K₂O) y óxido de fósforo V (P₂O₅) [Cámara et. al., 2005]. El uso de fertilizantes químicos depende de la cantidad de estos macronutrientes. Su aplicación debe ser calculada correctamente de acuerdo con la cosecha prevista, el potencial de la variedad, la utilización de la cosecha y el rendimiento obtenido en relación con los nutrientes del suelo. La finalidad de la fertilización es alcanzar los niveles de producción deseados y una cosecha de calidad. Las unidades fertilizantes UF que se debe aportar al suelo por tonelada de tubérculo producida son 4,94 unidades de N, 8,59 unidades de K₂O, 1,51 unidades de P₂O₅ y 0,94 unidades de MgO [Cámara et. al., 2005; FAO, 2008].

-Suministro de agua. El suelo debe mantener un contenido de humedad elevado. Las mejores cosechas, en cultivos de 120 a 150 días, se obtienen con 500 a 700 mm de agua. En general, la falta de agua hace disminuir la producción cuando se produce a mitad o fines del período de desarrollo [FAO, 2008].

-Temperatura. La temperatura del aire tiene un efecto sobre el período de crecimiento del cultivo y será variable de acuerdo a la etapa de desarrollo. La temperatura de suelo óptima para la producción del tubérculo debe ser 10 a 16 °C por la noche y 16 a 22 °C durante el día. Las temperaturas bajas del suelo durante los períodos de crecimiento del brote vegetativo reducen la tasa de crecimiento de raíces y la asimilación de nutrientes principalmente el fósforo. Las altas temperaturas aceleran el desarrollo de la planta y apresuran su senescencia (envejecimiento) [Rubio et. al., 2000].

-Plagas y enfermedades. Para combatir las enfermedades, algunas precauciones básicas pueden ayudar a evitar grandes pérdidas. Por ejemplo, la rotación de cultivos, el uso de variedades tolerantes y de tubérculos semilla saludables.

-*Cosecha*. Antes de efectuar la cosecha se debe asegurar que el 70 % de las papas haya alcanzado el tamaño deseado, después de esto, la recolección se realizará de forma manual o mecánica.

La cosecha consiste en eliminar el follaje de la planta dos semanas antes de sacar los tubérculos de la tierra. De acuerdo con el volumen de producción, las papas se cosecharán con tridente, arado o con cosechadoras comerciales de papa que extraen la planta del suelo y eliminan la tierra de los tubérculos por vibración o aplicación de aire. Es importante que las papas se pongan en el suelo para que la piel se haga más gruesa y así prevenir enfermedades [FAO, 2008; Rubio et. al., 2000].

-*Almacenamiento*. Es conveniente almacenar las papas después de la cosecha porque pospone el proceso de envejecimiento, evita pérdidas post-cosecha de papas destinadas para el consumo fresco o industria y evita la acumulación de clorofila bajo la piel, la cual se asocia a la solanina, alcaloide potencialmente tóxico.

Las condiciones de los tubérculos en el almacenamiento son temperaturas entre 6 y 8 °C, mantenerlas en un ambiente oscuro, una ventilación adecuada y con una humedad relativamente elevada, del 85 al 90 % [FAO, 2008; Inostroza y Méndez, 2005].

2.5 Variedades de la papa

Generalmente la papa se puede clasificar en tres grupos de acuerdo al color y tipo de cáscara. Estos grupos son color rosado, cáscara lisa y de color blanco o amarillo, y color rojo (Figura 2.6).

El grupo de color rosado se produce en México en zonas de temporal. Este grupo comprende regiones de Puebla, Estado de México, Hidalgo, Veracruz y Tlaxcala. El grupo de cáscara lisa, de color blanco o amarillo se siembra con más

frecuencia en las regiones del país y se destina a los mercados para consumo en fresco e industrial. Los estados productores de este tipo de papa son Sinaloa, Nuevo León, Sonora, Guanajuato, Coahuila, Chihuahua, Estado de México, Puebla, entre otros. El grupo de color rojo aún no se siembra en el país, pero en Estados Unidos se establecen variedades en las que destacan Nordonna, Red Norland y Red Pontiac, las cuales, registran buenos rendimientos y comúnmente son destinadas al mercado industrial.

En México, las variedades para consumo en fresco más utilizadas son las del grupo cáscara lisa, de color blanco o amarillo como la Alpha, Adora, Bintje, Cardinal, Diamante, Escord, Felsina, FL1867, Furore, Greta, Giant, Mundial, Prevalent, Procura, entre otras. En Sinaloa las variedades más utilizadas son Alpha, Atlantic, FL1867, Fianna, César, Giant y Mundial.

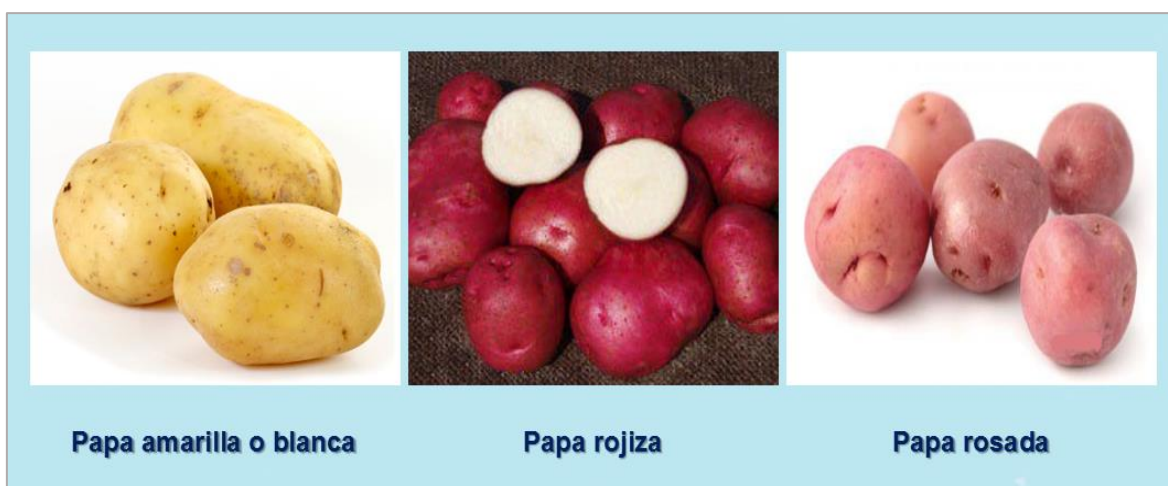


Figura 2.6 Variedades de la papa.

2.6 Panorama mundial de la papa

La papa es uno de los cultivos más importantes a nivel mundial. Ocupa el cuarto lugar en producción para consumo humano por ser una fuente de alimentación muy importante para la sociedad por su alto valor nutricional. Además, de ser uno de los alimentos más eficientes que otros cultivos básicos para convertir los factores agroecológicos, el capital y la mano de obra en un producto de alto valor económico.

Las cifras de los principales países productores de papa en el 2012 fueron China con 85,900,000 t , India con 45,000,000 t y Rusia con 29,500,000 t. México se colocó en el lugar 35 en producción con 1,801,610 t. Consecuentemente, Asia y Europa son las principales regiones productoras de papa del mundo y suministran alrededor del 80 % de la producción mundial [CNSPP, 2012; FAO 2012].

Sin embargo, la producción de la papa en los países desarrollados, especialmente en Europa y en países de la Ex Unión Soviética, ha disminuido en promedio 1 % al año en los últimos 20 años, en cambio en los países en desarrollo ha aumentado en promedio 5 %. Los países asiáticos en particular China e India, han impulsado este crecimiento [Luque, 2012].

En cuanto al consumo del tubérculo, Asia consume casi la mitad del suministro mundial de la papa, no obstante, por su enorme población el consumo anual por persona no rebasa los 25 kg. Los mayores consumidores de la papa son los europeos, principalmente Bielorrusia y Montenegro, con un consumo superior a los 170 kg/persona/año. Los continentes de menor consumo son África y América Latina [FAO, 2012]. En México, aún con el conocimiento de su gran valor alimenticio y a pesar que se produce prácticamente todo el año, el consumo apenas llega a los 14 kg por persona [Luque, 2012].

2.6.1 Panorama de la papa en México

De acuerdo con el Servicio Internacional para la Investigación Agrícola Nacional (ISNAR) y la detección de las cadenas productivas, se identificó a la papa dentro de los primeros 64 productos agroalimentarios y agroindustriales más importantes en el ámbito nacional, por ser un alimento con un alto valor nutricional y por su fuente generadora de empleo.

En la actualidad la papa se produce en todo el año, garantizando una oferta permanente de papa fresca al sembrar en los dos ciclos productivos de primavera-verano (abril a septiembre) y otoño a invierno (de octubre a marzo). Ésta se cultiva

en 24 entidades estatales del territorio mexicano. Sin embargo, hay algunos estados en los que se establece únicamente el ciclo otoño-invierno, debido a las condiciones climatológicas que predominan, como en Sinaloa, donde la época de siembra abarca desde octubre hasta noviembre [Luque, 2012].

En el 2014 los principales productores de papa fueron Sonora (25 %), Sinaloa (18 %), Puebla (11 %), Veracruz (10 %), Estado de México (9 %) y Nuevo León (7 %). Cada una de estas entidades generaron 80 % de la producción nacional de 1,588,300 t (Figura 2.7), con rendimiento de 27,34 t/hectárea (ha) en 58,093 ha de superficie cosechada (SIAP). Porcentajes que la llevaron a ocupar el lugar 14 en orden de importancia por superficie sembrada, el lugar 17 por su producción y el 7 lugar por su valor de producción. Estos indicadores económicos del cultivo fueron determinados por la participación de 8 mil 700 productores, que beneficiaron a 20 familias, generando 17 mil 500 empleos directos y 51 mil 600 empleos indirectos [Luque, 2012].

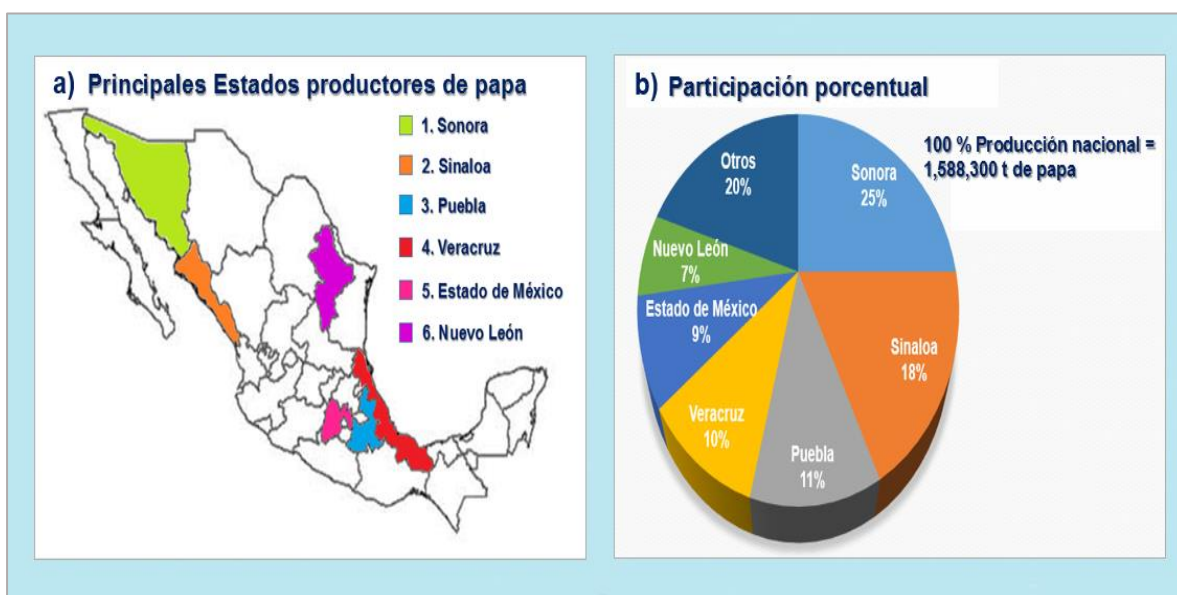


Figura 2.7 Producción de papa (SIAP, 2014): a) Principales estados productores; b) participación porcentual.

Esta producción se destina principalmente al consumo en fresco, equivalente al 56 % de la producción nacional de papa, el resto se destina con 29 % de la

producción a la industria procesadora y 15 % se utiliza como tubérculo-semilla en siembras del siguiente ciclo [CONPAPA, 2015].

Con respecto a las importaciones de papa en México, éstas superan por mucho a las exportaciones. En 1999 se observó un crecimiento constante en las importaciones cuando las compras al exterior alcanzaron 51,587 t, aproximadamente 17 millones de dólares (MDD). A partir del siguiente año, empezaron a decrecer hasta ubicarse en 17,974 t en el año 2002. Durante 2003 se reactivaron (31,928 t; 11,4 MDD) y en el 2013 se importaron más de 230,000 t de papas congeladas (54 %), frescas (41 %) y papas preparadas sin congelar (5 %). El 75 % de las importaciones provienen de Estados Unidos y el 25 % restante de Canadá.

En cambio, las exportaciones de papa han tenido un comportamiento variado en los últimos años, presentando una disminución significativa a partir del 2001 cuando se registraron ventas al exterior por tan sólo 96,000 dólares y de 31,000 dólares en 2003. En 2013, sólo cerca de 27,000 t (1,6 % de la producción) se destinaron al mercado de exportación: Papas preparadas sin congelar (93 %) y papas frescas (6 %). El 90 % de las exportaciones se han dirigido a Belice, 6 % a los Estados Unidos y 4 % a otros países.

Sin embargo, desde el 2003 se han presentado problemáticas en el ámbito comercial que han causado una baja en la producción y comercialización de la papa. Los problemas aún vigentes que se han discutido son los siguientes:

- *Organización y desarrollo empresarial:* Falta de capacidad organizativa, deficiente planeación y escasa iniciativa empresarial.
- *Insumos, maquinaria y equipo:* Apoyo en la modernización de infraestructura en laboratorios, invernaderos, almacenes, entre otros. Apoyo a regiones aisladas o marginadas donde el abasto de insumos no llega a tiempo.

- *Producción y tecnología:* Falta de información del uso de suelo y condiciones climáticas, intensificación de los sistemas de producción, programas de producción de semillas, programas fitosanitarios.

- *Procesamiento, empaque y presentación:* Dar un valor agregado al producto de papa con el fin de alcanzar mayor competitividad en el mercado interno y externo porque se ha visto que 2 % de la producción se destina al mercado de la exportación y el resto (98 %) a la importación.

- *Financiamiento:* Necesidad de evaluar la equidad de la aplicación de recursos económicos de Programas de Gobierno y programas de obtención de créditos oportunos, bajas tasas de interés a los productores asociados o independientes para modernizar su unidad de producción e incorporarse a la cadena productiva.

- *Asistencia técnica, capacitación y asesoría:* Orientación desde la producción primaria, aspectos fitosanitarios, inocuidad durante el proceso y mercado de producción.

- *Comercialización:* Enfrenta problemas como falta de semilla certificada, incidencia de plagas y enfermedades, así como condiciones agroecológicas adversas (pH alcalino del suelo, temperaturas extremas y altas probabilidades de granizo y sequía) y bajos niveles de consumo del tubérculo (~17 %).

Además de manifestarse un reclamo de inconformidad con relación al tratado de Libre Comercio, el cual ha creado condiciones de competencia desleal, es decir, no hay equidad en los tratados comerciales porque los productores extranjeros pueden comercializar su producto a precios más bajos en la frontera con México y a los productores mexicanos no se les permite hacerlo, generando poca competitividad, menor demanda del producto nacional y por tanto precios bajos [CONPAPA, 2015; Alianza para el campo, 2003].

2.7 Causas de pérdidas y daños de la papa en el cultivo y almacenamiento.

Las principales causas de pérdidas de las papas en la recolección están asociadas, en mayor medida, al empleo de maquinaria agrícola, dado que produce importantes daños mecánicos en la superficie del tubérculo. También, debido a los bajos recursos y falta de conocimientos en las técnicas empleadas para conservar adecuadamente al alimento, las plagas y enfermedades se han hecho más resistentes, lo que implica un mayor uso de insumos como fungicidas e insecticidas que elevan los costos de producción. Mientras que, en los métodos tradicionales de distribución de la papa, las pérdidas se dan porque se utilizan sacos de cáñamo los cuales, son susceptibles a la filtración o infestación por insectos.

Consecuentemente, los daños de la papa son ocasionados principalmente por causas biológicas, microbiológicas, bioquímicas y fisiológicas. A continuación se describen aquellas que causan un deterioro significativo en la papa y en consecuencia repercusiones económicas a los productores [Rubio et. al., 2000].

2.7.1 Causas biológicas

Las causas biológicas se relacionan con el consumo directo del tubérculo por insectos, produciendo pérdidas de peso en el producto. Las principales plagas producidas por insectos se describen a continuación, las cuales afectan en el campo y si no son tratadas adecuadamente las plagas, pueden afectar al producto hasta el almacenamiento.

-*Gusano de alambre (Agriotes sp.)*. Los gusanos de alambre son larvas de 15 a 25 mm de longitud, delgados, cilíndricos, de color amarillo brillante y cuerpo resistente. Su importancia está basada en el daño causado en los tubérculos porque pierden su valor comercial. Estos gusanos pasan el invierno como larvas y adultos principalmente. Los adultos ovipositan alrededor de las raíces en pastizales o en terrenos cultivados, para su desarrollo requieren de unos cuantos días o

semanas. Las larvas se alimentan de raíces o haciendo perforaciones en el tubérculo.

-*Palomilla de la papa (Phthorimaea operculella)*. La palomilla de la papa es un lepidóptero o mariposa de unos 12 mm de longitud de color marrón. Por lo general, inician el ciclo con la puesta de huevos en los tubérculos recién cosechados y en los órganos aéreos de las plantas. Los huevecillos son ovalados, miden 0,5 mm de longitud y 0,32 mm de ancho. Estos, son depositados individualmente o en grupo al envés de las hojas, tallo, brotes, yemas de los tubérculos y en depósitos utilizados para el almacén. Una vez que emergen las larvas penetran en los tubérculos a través de sus yemas y excavan galerías en su interior depreciando su valor comercial. Normalmente estas heridas son aprovechadas por patógenos oportunistas como bacterias y virus provocando la podredumbre del tubérculo [Rubio et. al., 2000].

2.7.2 Causas microbiológicas

Se hace referencia a causas microbiológicas a la evidencia de microorganismos fúngicos y bacterianos. Estos microorganismos pueden dañar a tal grado al tubérculo haciéndolo inaceptable al consumidor debido al desarrollo de podredumbre y otros defectos. Las principales enfermedades producidas por hongos y bacterias se describen a continuación.

-*Tizón tardío (Phytophthora infestans)*. Es una enfermedad que afecta a todas las zonas geográficas de producción, especialmente a las de mayor humedad. Los síntomas se inician con pequeñas manchas de color verde claro en los bordes de los folíolos más próximos del suelo. Posteriormente la enfermedad avanza, causando necrosis a través del pecíolo hasta alcanzar los tallos.

En condiciones de almacenamiento frío y húmedo las lesiones se desarrollan lentamente. Se observa en la parte externa del tubérculo áreas irregulares y hundidas, la cáscara toma un color castaño a rojizo y dentro del tubérculo la

coloración se extiende hasta una profundidad de 15 mm. Finalizada la infección se puede producir invasiones secundarias por organismos secundarios (hongos y bacterias), que completan la desintegración del tubérculo.

-*Pudrición seca (Fusarium sp.)*. Esta enfermedad afecta a los tubérculos en almacenamiento y a las semillas propagativas. Las lesiones se hacen evidentes alrededor de un mes de almacenaje, donde la infección se va extendiendo lentamente causando en el peridermo lesionado hundimiento y arrugas, formando a veces anillos concéntricos a medida que el tejido se va secando.

La parte interna del tubérculo toma un color castaño oscuro, con bordes ligeramente necrosados. Del peridermo muerto pueden emerger pústulas que contienen micelio y esporas, los tubérculos podridos se arrugan y finalmente mueren. Cuando la humedad relativa de almacenaje se aproxima o alcanza el punto de saturación, los tubérculos son invadidos por *Erwinia sp.* Como infección secundaria a través de las lesiones causadas por *Fusarium*, deteriorando por completo al tubérculo. El líquido remanente, producto de la pudrición blanda, pone en peligro los tubérculos circundantes.

El tubérculo-semilla se infecta durante el almacenamiento a través de las heridas o durante la siembra. Después de una semana de almacenaje las porciones de tubérculos fraccionados muestran abigarraduras de color castaño o negro. En dos semanas presentan depresiones o concavidades en donde se desarrolla el micelio en las superficies hundidas y bajo condiciones favorables de humedad se vuelven mucilaginosas por el desarrollo bacteriano, acelerando la pudrición.

En el campo puede pasar desapercibido el arrugamiento del tubérculo, las lesiones se observan en la superficie con una coloración castaño y por debajo del tejido necrótico presentan concavidades atrayentes de insectos y larvas como la mosca de la semilla de maíz que es un vector de *Erwinia sp* [Fueyo, 2007].

2.7.3 Daños fisiológicos y bioquímicos

Los daños fisiológicos y bioquímicos se dan principalmente después de la recolección, generalmente en el almacenamiento. Algunos de estos daños son ocasionados por luz, ausencia de oxígeno y calor o frío excesivo [Morton, 1997]. Estos daños son importantes porque reducen el valor de comercialización del tubérculo.

Por ejemplo, una temperatura excesiva y con luz ocasiona en el tubérculo una coloración verdosa por el aumento del contenido de clorofila y de glicoalcaloides. Estos glicoalcaloides (solanina y chaconina) son compuestos tóxicos para el ser humano; por lo que deberán ser eliminados cortando las partes verdes de las papas afectadas antes de consumirlas [FAO, 2008].

Por otra parte, si el oxígeno disponible fuera insuficiente, el daño provocado es el ennegrecimiento interno del tubérculo o también conocido como corazón negro [Fueyo, 2007]. Esta enfermedad se presenta por una respiración acelerada, es decir, requiere de una gran demanda de oxígeno que conlleva a la liberación de altas concentraciones de dióxido de carbono (CO_2). En estas condiciones la respiración es tan intensa que las células interiores del tubérculo no pueden obtener suficiente oxígeno y no pueden eliminar el exceso de CO_2 , provocando la muerte de las células [INIA, 2015]

También, la respiración produce otros daños en el alimento, algunos de ellos son causados por la formación de subproductos y la transpiración. Los subproductos formados por la ausencia de oxígeno son alcoholes, aldehídos y cetonas, los cuales, imparten mal olor y mal sabor al tubérculo. Por otra parte, la transpiración fomenta a la pérdida de vapor de agua a través de los poros fisiológicos (lenticelas), que provoca una disminución de peso y calidad del alimento. Dado que, el resultado de la respiración es la conversión de los carbohidratos de reserva presentes en el tubérculo a dióxido de carbono, vapor de

agua y energía en forma de calor. Es por ello, que se debe tomar en cuenta el oxígeno circundante y la temperatura empleada en el almacenamiento.

Otra incidencia presente es la brotación en los tubérculos, la cual, inicia al término de la fase de latencia o dormancia, es decir, es la ausencia del crecimiento visible de los brotes. Esta brotación es observada en las yemas de la papa y cada vez que progresa causa disminución de peso. El brote por sí solo es una pérdida directa de materia seca porque incrementa la superficie de exposición para la evaporación de agua y aumenta la tasa de respiración de los tubérculos [INIA, 2015], reduciendo así, su valor de comercialización.

El período de dormancia puede durar un mes o varios meses dependiendo de la variedad, condiciones de cultivo y la temperatura de almacenamiento del alimento. Una temperatura mayor a 10 °C provocará el término de la dormancia e inicio de la brotación.

En cuanto a los daños por frío, estos se manifiestan de diversas formas. Algunas de estas afectaciones son las picaduras, lesiones superficiales, ruptura del tejido y pérdida de agua, oscurecimiento interno de la pulpa y desordenes en el proceso de maduración. Estos daños inician cuando los tubérculos son almacenados a temperaturas menores a 4 °C [Barreiro & Sandoval, 2006].

Independientemente de las consideraciones realizadas, el descenso de la temperatura favorece, principalmente, al incremento del contenido de los azúcares como la glucosa y fructuosa de los tubérculos. Temperaturas inferiores a partir de los 6 °C puede condicionar la calidad de las papas en cuanto al sabor y color, haciéndolas más dulces o presentando una coloración más oscura después de ser freídas. Entonces, el contenido de azúcares dependerá de la temperatura, la variedad, el grado de maduración en la recolección de la papa y de la duración en el almacenamiento.

Sin embargo, si llegara a descender la temperatura de refrigeración a la de congelación, las papas, tienden a desarrollar podredumbre húmeda por *Erwinia caratovora*. El líquido que emana las papas podridas es altamente contaminante, debido a su elevada carga microbiana y normalmente la podredumbre se propaga en forma rápida a través de las lenticelas de la epidermis [Barreiro & Sandoval, 2006].

Por todos los daños descritos y causas de pérdidas en el apartado anterior es importante conocer los métodos de desinfestación y conservación de este alimento. A continuación se explicará algunos métodos que se han utilizado a lo largo de este tiempo para mantener en buen estado las características organolépticas de los tubérculos.

2.8 Desinfestación y conservación de la papa

La desinfestación es un proceso físico o químico que se utiliza para eliminar microorganismos patógenos e insectos nocivos de plantas infestadas en los cultivos o papas afectadas después de la recolección. A su vez, la conservación son métodos utilizados para mantener en buen estado las propiedades organolépticas, de la papa por un largo período de tiempo.

Existen varios métodos para desinfestar a los alimentos, sin embargo se hablará únicamente de los tratamientos químicos que son utilizados en el cultivo y de las papas afectadas en el almacenamiento. En cuanto a la conservación del tubérculo se describirá brevemente, cuáles son las condiciones óptimas de refrigeración para alargar la vida de anaquel y qué productos químicos son utilizados para inhibir los brotes, así como, de la irradiación de alimentos.

2.8.1 Tratamientos químicos

Los productos químicos utilizados para la desinfestación se usan de forma cada vez más restringida debido a su alta peligrosidad porque pueden producir daños a

la salud humana o al medio ambiente [CIP, 1996]. Sin embargo, siguen en continuidad por su eficacia en el control de plagas y enfermedades, por la facilidad de aplicación, disponibilidad y estabilidad.

En la tabla 2.1 se mencionan los productos químicos más utilizados para combatir al gusano de alambre, palomilla de la papa, el tizón tardío y la pudrición seca; porque estas plagas y enfermedades, son las más comunes en el cultivo y almacenamiento. Cada uno de estos productos químicos se aplican antes de que se planten los cultivos o en el almacenamiento en condiciones de cierre hermético.

Tabla 2.1 Productos químicos recomendados en el control de plagas y enfermedades en la papa.			
Plagas / Enfermedades	Producto técnico	Nombre comercial	Dosis de producto comercial en suelo y semilla
Gusano de alambre (<i>Agriotes sp.</i>)	Cadasufos 10 % p/p	RUGBY-10 G	40-60 Kg/ha
Palomilla de la papa (<i>Phthorimae operculella.</i>)	Metil Azinfos 3 % p/p	PROBEL G-3, ACIFON-3P	20-30 Kg/ha
Tizón tardío (<i>Phytophthora infestans.</i>)	Captan 80 % p/p	MERPAN 80 WDG	0,15 – 0,25 %
Pudrición seca (<i>Fusarium sp.</i>)	Tiabendazol	Tecto 60	3 Kg
	Benomilo	Benlate 50 %	2 Kg

2.8.2 Conservación de alimentos con temperaturas de refrigeración y productos químicos

Generalmente los tubérculos son conservados a bajas temperaturas para alargar su vida de anaquel puesto que disminuye la actividad enzimática de procesos como la respiración, brotación y maduración.

Los factores que se utilizan para el establecimiento del rango deseado de temperaturas de conservación son el destino de la papa y el periodo de almacenamiento, el cual, debe considerarse inferior a cuatro meses.

Estas temperaturas de conservación, permiten mantener al alimento en buenas condiciones. Por ejemplo, las papas semillas son almacenadas a temperaturas de 2 a 4 °C, papas para uso doméstico se mantienen a temperaturas entre 6 y 7 °C, aquellas que serán utilizadas para prefrito (llamadas en México como “papas a la francesa”) son almacenadas a 7 u 8 °C y papas destinadas para tostar deben estar a 9 ó 10 °C [Fueyo, 2007].

De esta forma se puede reducir la velocidad de reacción de las enzimas, pero nunca detenerlas, por consiguiente, un producto puede deteriorarse por vía enzimática durante refrigeración o congelación por largos periodos, debido a que la actividad enzimática, a pesar de ser lenta, es existente [Barreiro & Sandoval, 2006].

Además, al paso de unas semanas de almacenamiento los tubérculos entran en la fase de brotación y emiten brotes más intensos a medida que se prolonga su almacenamiento. Por ello, en periodos largos de almacenamiento resulta imprescindible controlar este proceso mediante el empleo de sustancias químicas con efecto inhibidor de la brotación.

Los productos químicos utilizados son el Clorprofam y la Hidracida Maleica. El Clorprofam es un producto clasificado dentro del grupo de los herbicidas y se recomienda no utilizarlo en papas de siembra. A su vez, la Hidracida Maleica es un fitorregulador de acción sistémico que controla la división celular pero no su alargamiento.

Este producto se debe aplicar a papas destinadas al consumo o industrias para almacenar o conservar y recomiendan no aplicar a papas tempranas que se comercializan sin someter a conservación, ni a la papa de siembra.

A pesar de sus efectos benéficos en la inhibición de los brotes, estos productos químicos producen toxicidad. El Clorprofam en sus diferentes concentraciones existentes, son peligrosas para el medio ambiente y mientras más concentrados estén, provocan irritación al ser humano. Mientras que la Hidracida Maleica en sus dos concentraciones existentes los clasifican como corrosivos [Fueyo, 2007].

Ante este escenario es muy importante para México adoptar medidas tecnológicas alternativas como la irradiación. También por estas razones, países como Estados Unidos o de la Unión Europea han optado por irradiar este alimento para inhibir eficazmente los brotes, por ello, es importante describir este método para la conservación de la papa.

2.9 Exposición de alimentos a radiación ionizante

La irradiación de alimentos es un método de conservación, comparable con la pasteurización, enlatado o congelación. El proceso consiste en exponer el producto a la acción de radiaciones ionizantes durante un cierto tiempo, proporcional a la cantidad de energía necesaria para sanitizar el alimento. Esta cantidad de energía por unidad de masa de producto se define como dosis absorbida y su unidad es el Gray (Gy). El Gray se define como la absorción de un Joule de energía por kilogramo de masa irradiada [Martin y Harbison, 1979].

La radiación es considerada como la emisión y propagación de energía a través del espacio o de un medio material en forma de ondas o partículas. El término radiación o energía radiante se refiere a la radiación electromagnética y es clasificada según su frecuencia como en ondas de radio, microonda, infrarroja, visible, ultravioleta, rayos X, rayos cósmicos y gamma.

Los principales objetivos de la irradiación de alimentos consisten en controlar formas de vida indeseables como bacterias, hongos, parásitos e insectos, interferir

en procesos fisiológicos causantes de deterioro y modificar propiedades tecnológicas.

Entre sus aplicaciones y dosis requeridas para su conservación se encuentra la inhibición de brotes en bulbos, tubérculos y raíces (0,05 – 0,15 kGy); la esterilización de plagas de interés fitosanitario (0,15 – 0,5 kGy); el retraso de la maduración y senescencia de frutas tropicales y algunas hortalizas (0,2 – 0,5 kGy); la muerte de insectos y artrópodos (1 – 2 kGy); la prolongación del tiempo de comercialización de alimentos frescos por reducción de contaminación microbiana (2 – 4 kGy); el control de microorganismos patógenos no esporulados causantes de enfermedades en el hombre (1 – 7 kGy); la modificación de propiedades de interés tecnológico (10 – 20 kGy) y en la esterilización comercial de alimentos (25 – 50 kGy). Además, la irradiación es el único tratamiento que puede aplicarse a los alimentos envasados sea cual fuere el material de envase.

El efecto biocida de la irradiación se debe principalmente a daños en el ácido desoxirribonucleico (ADN) que se esté replicando en las células microbianas, células germinales o en las gonadales de artrópodos. Sin embargo, para que el método de conservación de alimentos de resultados óptimos, es indispensable una adecuada manipulación del método [Narvaiz, 2008].

Las fuentes de radiación ionizante utilizadas en la irradiación de alimentos son fotones gamma provenientes de cobalto-60 o cesio-137, rayos X (radiación electromagnética) generados por máquinas que emiten una energía no mayor de 5 MeV y las máquinas generadoras de haces de electrones (partículas cargadas), que emiten una energía no mayor de 10 MeV [CODEX STAN 106-1983, Rev.1-2003].

En este trabajo de tesis, la fuente de radiación gamma utilizada fue proveniente de los irradiadores Gammacell-3000 con ¹³⁷Cs, Gammabeam 651PT y Gammacell-200 con ⁶⁰Co. Estos dos isótopos son los más utilizados en la actualidad, aunque es más comercial el de ⁶⁰Co por su alta energía.

El isótopo ^{60}Co es fabricado a partir de la purificación del ^{59}Co no radiactivo, el cual, se comprime herméticamente en pequeñas pastillas y son encajadas en tubos limpios aproximadamente de 20 cm de largo. Estos tubos son colocados en un reactor nuclear donde se les bombardea constantemente con neutrones aproximadamente durante un año. Este proceso de atrapamiento de un neutrón por cada átomo del cobalto natural origina ^{60}Co purificado en pastillas. El isótopo ^{137}Cs se obtiene extrayendo y reprocesando las barras de combustible gastadas de los reactores nucleares [Morton, 1997].

La duración de las fuentes radiactivas depende de la vida media de los isótopos. Esta vida media se define como el tiempo que tarda en reducirse su actividad a la mitad, antes de desintegrarse. Esta inestabilidad con el tiempo es debida a que cada isótopo decae o se transforma en otro.

Para el isótopo de ^{60}Co , el tiempo de decaimiento radiactivo es de 5,26 años. Donde se emite una partícula beta con un neutrino y luego dos fotones gamma secuenciales de 1,17 y 1,33 MeV (Figura 2.8a). En el caso del ^{137}Cs , el tiempo de decaimiento es de 30 años. La mayoría de las veces emite una partícula beta negativa con un neutrino y luego un fotón gamma de 0,662 MeV. En pocos casos, el ^{137}Cs emite únicamente una beta con neutrino, de un total de energía de 1.17 MeV (Figura 2.8b).

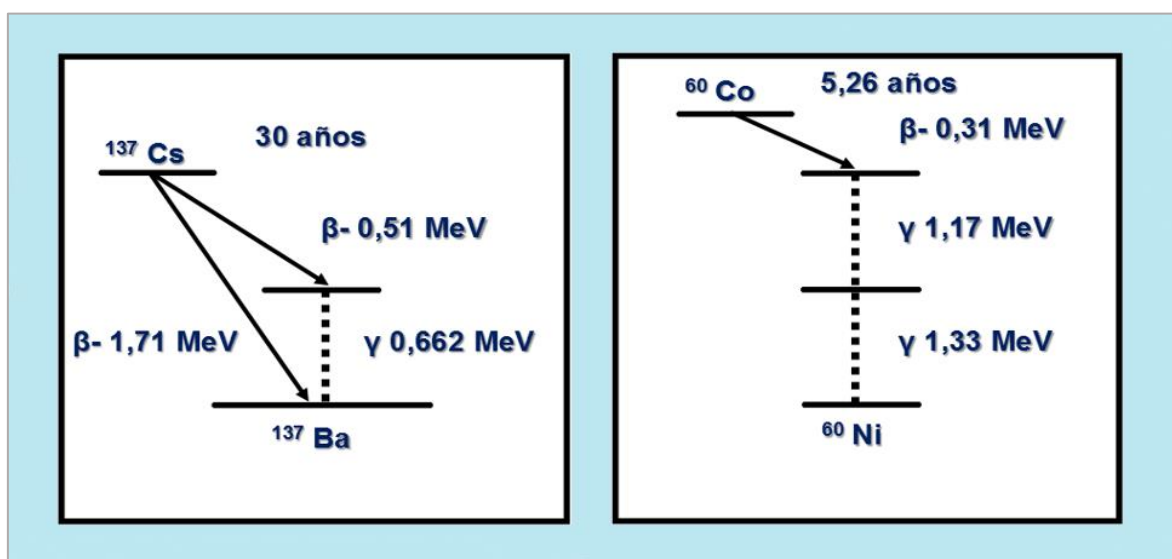


Figura 2.8 Esquema de decaimiento: a) Cobalto-60, vida media 5,26 años; b) cesio-137, vida media 30 años.

2.9.1 Irradiación de las papas y sus efectos

La dosis preferible para inhibir los brotes en los tubérculos es de 70 a 150 Gy, independientemente de la variedad de la papa y temperatura de almacenamiento [Molins, 2004]. Pero, si se requiere alargar la vida de anaquel y mantener al alimento con buenas características organolépticas, los tubérculos deberán estar a 10 y 15 °C después de haber sido irradiados. Entonces, para un almacenamiento exitoso a largo plazo de la papa irradiada es preciso utilizar tubérculos con buena calidad inicial, es decir, sin magulladuras, con la epidermis completamente desarrollada y haber sido curados o secados adecuadamente.

Normalmente la inhibición de la formación de brotes inducida por la radiación está relacionada a un efecto sobre el metabolismo de las hormonas endógenas del crecimiento, particularmente auxinas, giberelinas, citoquinas y ácido abscísico; las cuales, están relacionadas con el final de latencia y el inicio de la formación de brotes en la papa. No obstante, también es asociado a la supresión de la síntesis del ácido nucleico de los tejidos del meristemo (brote) de los tubérculos.

También se encontró que las papas irradiadas son más resistentes al enverdecimiento inducido por la luz debido a la formación de clorofila. Por ejemplo, papas Russet Burbank irradiadas a dosis de 50 y 150 Gy presentaron inhibición de clorofila en un 62 y 67 % cuando se iluminaron durante tres días después de la irradiación [Molins, 2004].

De igual forma, se ha informado que la irradiación a dosis de inhibición de brotes de 100 Gy evitó la incubación de huevos y la emergencia de adultos de la palomilla en papas infestadas y almacenadas en condiciones ambientales tropicales.

Por otra parte, los efectos producidos por la irradiación se observa en los componentes nutritivos de la papa, puesto que algunas variedades han presentado acumulación temporal en el contenido de azúcares inmediatamente después de la

irradiación, pero a menudo retorna a sus niveles normales durante el almacenamiento.

El aumento en la acumulación de azúcares ha sido relacionado con el cambio de actividad de varias enzimas asociadas con el metabolismo de los hidratos de carbono, particularmente, uridina difosfato (UDP)-glucosa-fructosa glucosil transferasa, invertasa y fosforilasa [Molins, 2004].

Los aminoácidos, presentes en las papas, al ser irradiados producen cambios en los aminoácidos libres y no en los aminoácidos de las proteínas; ya sea por el aumento o disminución de éstos.

Sin embargo, estudios sobre la calidad nutritiva de las proteínas de papa basado en el balance de nitrógeno en las velocidades de crecimiento, en el contenido de aminoácidos y en la lisina disponible no mostraron efectos significativos en la digestibilidad (utilización neta de proteínas) o en el valor de la proteína biológica cuando las papas fueron irradiadas a 80 Gy [Molins, 2004].

Conforme a las vitaminas, se han realizado estudios para ver la estabilidad de la vitamina C; en general investigadores han reportado a esta vitamina como estable durante y después de la irradiación. Aunque han observado una reducción, menor al 15 %, durante el período inicial de almacenamiento, siguiente a la irradiación su contenido en los tubérculos almacenados es comparable o incluso más alto que en los tubérculos no irradiados bajo condiciones idénticas [Molins, 2004].

Considerando las ventajas de la irradiación como un método de conservación, se debe tomar en cuenta que, para tener una irradiación exitosa a escala comercial es importante realizar una buena manipulación del tubérculo y buenas prácticas de gestión del almacenamiento [Crisci, 1992; FAO, 2017]. Por ello, es sustancial saber la normatividad sobre la irradiación de los alimentos.

2.9.2 Legislación y normatividad

La legislación de los alimentos irradiados a nivel mundial está regulada por el Grupo Consultivo Internacional sobre Alimentos Irradiados establecido en 1984, bajo el patrocinio de la FAO/OIEA/OMS y normalizada por el Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios y Contaminantes de los Alimentos (CCFAC).

Tras varios años de investigación el CODEX *Alimentarius* publicó la *Norma General para Alimentos Irradiados* [CODEX STAN 106-1983, REV. 1-2003] presentando de manera general los requisitos del proceso, los requisitos tecnológicos y envasado del alimento. En cuanto a la higiene de los alimentos irradiados e instalaciones de irradiación, la norma hace referencia a ajustarse al *Código Internacional Recomendado de prácticas para el Funcionamiento de Instalaciones de Irradiación Utilizadas para el Tratamiento de los Alimentos* [CAC/RCP 19-1979, REV.1].

En la actualidad las legislaciones han permitido la aceptación del proceso de irradiación de alimentos y modificaciones de estas en más de 40 países. Por ejemplo, en Estados Unidos se llevó a cabo la clasificación de especias e ingredientes aromáticos deshidratados, fruta fresca, vegetales, carne de cerdo, aves de corral, carnes rojas, huevo en cascarón y enzimas para alimentos.

En Canadá la legislación no ha cambiado desde 1989, desde la reclasificación de la irradiación como un proceso adicional. En la Unión Europea no se han realizado cambios debido a la resistencia de Alemania. En contraste, Holanda, Bélgica y Francia realizan la irradiación de grandes cantidades de alimentos en forma rutinaria. Incluso en algunos países todavía está prohibido o no tienen normas vigentes, principalmente en los países subdesarrollados.

En México, la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios dio aviso de la cancelación de la Norma Oficial Mexicana NOM-033-SSA1-1993, *Bienes y Servicios. Irradiación de Alimentos. Dosis permitidas en*

alimentos, materias primas y aditivos alimentarios el 6 de septiembre del 2005 porque argumentaba que la irradiación de alimentos no aportaba condición alguna a la reducción de riesgos sanitarios, no existían metodologías analíticas para demostrar si el producto había sido irradiado y aseguraban que el proceso de irradiación enrancia a los alimentos. A pesar de esta situación, hoy en día en México se siguen irradiando más de 14, 000 t de alimentos conforme a la Norma del CODEX [Cruz-Zaragoza, 2004] debido a la necesidad de consumo cada vez mayor en el país.

En la actualidad se comercializan alrededor de 700,000 toneladas por año de alimentos irradiados en el mundo. Los productos que se irradian con más frecuencia son las especias y otros alimentos deshidratados. Los principales países que aplican la tecnología son, en orden aproximado de volúmenes decreciente: China, Estados Unidos, República de Sudáfrica, Holanda, Japón, Vietnam, Indonesia, Francia , Hungría, Bélgica, Corea , India , México, Canadá, Brasil, Croacia, Argentina, República Checa, Dinamarca, Polonia, Turquía, Egipto, Finlandia, Indonesia, Israel, Irán, Inglaterra, Noruega, Tailandia, y Chile [CNEA, 2004; Kume, et al., 2009].

En consecuencia, el Comité Conjunto de Expertos para la Irradiación de Alimentos (JECFI) ha trabajado para normar la uniformidad del etiquetado entre 188 países miembros del Codex, a fin de facilitar el comercio internacional y brindar información a los consumidores como beneficio a la elección de los productos irradiados.

Por esta razón, los productos irradiados deben ser identificados con el símbolo de *Radura* (Figura 2.9) y con la leyenda *Tratado con radiación o Irradiado*. Además de incluir el motivo y beneficio de la irradiación. En algunos países la etiqueta se convirtió en un símbolo de alta calidad para los productos tratados con este proceso, si los ingredientes irradiados representan más del 10 % del producto deberán incluirse como *irradiados* en la lista de ingredientes [FAO, 2016].

Después de revisar que el producto cumpla con las especificaciones del *CODEX*, es imprescindible contar con metodologías para determinar y asegurar una buena manipulación del método de irradiación, a continuación se describe alguno de los métodos de detección de los alimentos irradiados que se utilizan hoy en día.

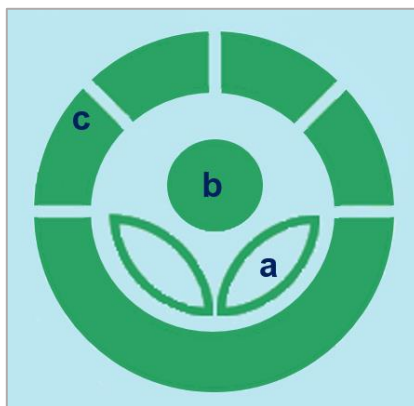


Figura 2.9 Radura el símbolo internacional de los alimentos irradiados: a) Representa a los alimentos; b) representa la fuente de irradiación; c) ilustra la radiación emitida por la fuente de energía.

2.10 Métodos de detección de alimentos irradiados

Los métodos actualmente disponibles para la detección de alimentos irradiados están basados en cambios físicos, químicos, biológicos y microbiológicos inducidos en el alimento por el proceso de irradiación. Estos métodos de detección son clasificados en función a su metodología y campo de conocimiento (Tabla 2.2). Por ejemplo, los métodos del ADN representan un conjunto de estrategias para medir parámetros fisicoquímicos o biológicos que se produce en el ADN como consecuencia de la irradiación.

Los métodos biológicos y microbiológicos tienen como objetivos determinar si hubo una esterilización de insectos, parásitos o reducción de poblaciones bacterianas en los alimentos tratados con radiación. Los métodos químicos tienen en común la búsqueda de “trazadores químicos” específicos, es decir, aquellos compuestos formados en un alimento que haya sido irradiado y que no esté presente en un alimento no irradiado. Por último, los métodos físicos son clasificados de acuerdo a las características del alimento irradiado, si están o no hidratados [Calderón, 2000].

Idealmente, todos los métodos deben ser precisos, rápidos y fáciles de realizar. Las características a considerar en la selección de un método de detección son la selectividad para detectar ingredientes irradiados mezclados con alimentos no irradiados, la composición del alimento, la dependencia del resultado con las variables del proceso como la razón de dosis, temperatura, etc; la dependencia con las variables de almacenamiento antes y después de la irradiación, la precisión y la reproducibilidad.

Tabla 2.2 Clasificación de los métodos para la detección de alimentos irradiados	
Métodos del ADN	Métodos físicos
<p>Cambios básicos:</p> <ul style="list-style-type: none"> -CG-EM -HPLC -Fluorescencia. <p>Cambios de naturaleza del ADN:</p> <ul style="list-style-type: none"> -Espectrofotometría. -Reactividad química. <p>Detección de subproductos del ADN:</p> <ul style="list-style-type: none"> -Ensayo de precipitación del ADN. -Electroforesis. -Resonancia magnética nuclear. 	<p>Sistemas hidratados</p> <ul style="list-style-type: none"> -Medidas de viscosidad. -Medidas de la impedancia eléctrica. <p>Sólidos</p> <ul style="list-style-type: none"> -Resonancia de spin de electrón (ESR). -Luminiscencia.
Métodos químicos	Métodos Biológicos y Microbiológicos
<ul style="list-style-type: none"> -Análisis de hidrocarburos volátiles. -Determinación de o-tiroxina. -Determinación de ciclobutanonas. -Determinación de carbohidratos. -Espectroscopias de Resonancia Magnética Nuclear (RMN). 	<ul style="list-style-type: none"> -Medidas de epifluorescencia. -Test específicos: ELISA -Métodos histoquímicos. -Resistencia a la oxidación. -Bacterias resistentes a la radiación y radiosensibilidad.

El objetivo de este trabajo es utilizar un método de detección para determinar las propiedades de los minerales presentes en el alimento, por esta razón se explicará brevemente los métodos físicos y con mayor detalle aquél método que cumpla con las características de análisis en minerales de silicato.

2.10.1 Métodos físicos

Los métodos físicos se basan en los cambios físicos que se producen en el alimento después de ser irradiados. Estos métodos se dividen en dos grupos de acuerdo a la composición del alimento, en sistemas hidratados y sólidos. Dentro del sistema hidratado se encuentra el método de detección de medida de viscosidad y medida de impedancia eléctrica. En el grupo de los sólidos se encuentra el método de resonancia de spin de electrón (*ESR*) y luminiscencia.

a) Sistemas hidratados:

-Medida de la viscosidad. En 1985 Mohr y Wichmann fueron los primeros en informar sobre el uso de la viscosidad como un marcador para el proceso de irradiación. Ellos observaron que al someter el alimento a radiación ionizante la estructura de los polisacáridos y proteínas son modificadas por hidrólisis, resultando un cambio en la viscosidad. La magnitud del cambio depende de la dosis de radiación, temperatura, contenido de agua, condiciones de almacenamiento y de la atmósfera. Entonces si un producto ha sido irradiado probablemente tendrá un aumento en su viscosidad. En las últimas décadas esta medida se realiza en pimienta, almidones, pescados y mariscos.

-Medida de la impedancia eléctrica. La membrana de los tejidos vivos tiene la característica de tener permeabilidad selectiva en el transporte de iones y ser modificada al variar su concentración. Considerando lo anterior, el fundamento de este proceso se basa en la variación de las propiedades eléctricas del tejido, causada por dosis altas de radiación. A su vez, los tejidos presentarán resistencia

al paso de la corriente alterna, la cual, está relacionada específicamente con la membrana celular y el protoplasma.

Varios investigadores como Schertz Hayashi y Kawashima utilizaron la medida de la impedancia eléctrica para observar el efecto descrito con anterioridad en papas irradiadas. Estos investigadores observaron una mayor conductividad eléctrica en las papas irradiadas y en menor medida en las no irradiadas, e indicaron que las mejores condiciones para una mayor detección de muestras irradiadas son a temperaturas entre 22 a 25 °C, una corriente alterna de 1 mA y una relación de magnitud de impedancia de 05:50 kHz [Kumari, et. al., 2009].

b) Sólidos:

-*Resonancia de spin de electrón (ESR)*. La resonancia de spin de electrón es un método espectroscópico que permite la observación de electrones no apareados, especialmente los radicales libres inducidos por la radiación. El *ESR* es utilizado en productos con un alto contenido de materia seca, por ejemplo, ostras y semillas.

-*Medida de luminiscencia*. La medida de luminiscencia se realiza en minerales excitados o ionizados, los cuales, después de ser expuestos a radiación y bajo estimulación térmica u óptica pueden emitir fotones detectables, es decir, son capaces de emitir luz, tiempo después de retirar la fuente de estimulación. La luminiscencia se clasifica en *fluorescencia* y *fosforescencia* dependiendo del tiempo que dura la emisión de luz [Kumari, et. al., 2009; Cruz-Zaragoza, et al., 2012].

La *fluorescencia* ocurre durante la excitación, la luz es emitida por el material en menos de 10^{-8} s después de la absorción de la radiación. Esto significa que la fluorescencia es un proceso luminiscente en el cual, la luz persiste mientras continúa la excitación del material. El tiempo de decaimiento es independiente de la temperatura y es determinado por la probabilidad de transición de un nivel excitado al estado fundamental (Figura 2.10) [Furetta, 2003].

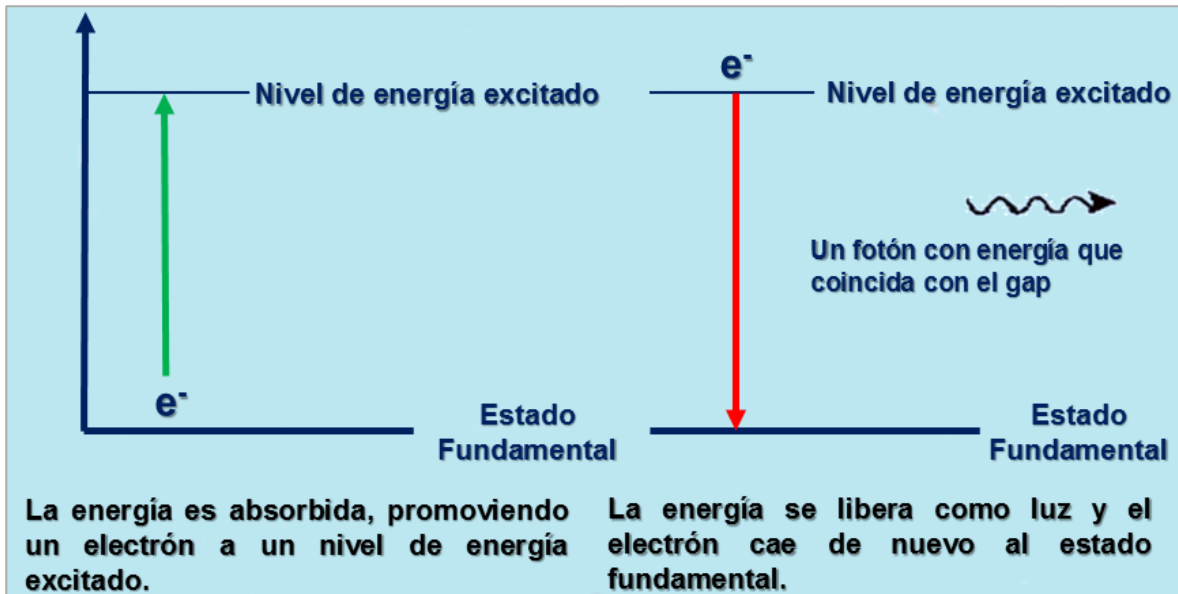


Figura 2.10 Proceso de la fluorescencia.

La *fosforescencia* ocurre cuando la luz es emitida en tiempos más largos de 10^{-8} s y es observable aún después de retirar la fuente de excitación. El tiempo de decaimiento de la fosforescencia es dependiente de la temperatura. El proceso de fosforescencia (Figura 2.11) inicia cuando un electrón es excitado por radiación ionizante, pasando del estado fundamental al estado metaestable (trampa del electrón) donde quedará atrapado por largo tiempo hasta que una nueva estimulación lo libere de la trampa y regrese nuevamente al estado fundamental emitiendo un fotón de luz visible [Furetta, 2003].

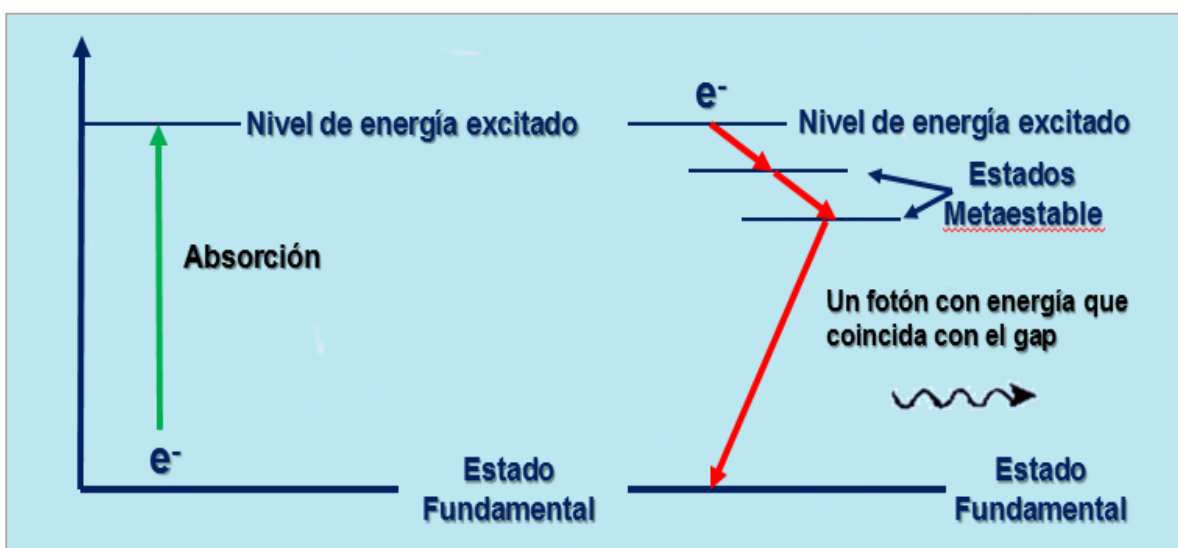


Figura 2.11 Proceso de fosforescencia.

Hoy en día el método de luminiscencia es utilizado como método de detección de los alimentos irradiados de acuerdo al INFORME DE LA 24ª REUNIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS [2002], el Comité ratificó varios métodos de análisis en normas para productos en diferentes trámites del procedimiento y propuso otros varios para aditivos, contaminantes y la detección de alimentos irradiados para su aprobación como métodos generales del Codex. Específicamente para alimentos irradiados que contengan minerales de silicato, recomiendan la detección por el método de termoluminiscencia como se describe en la Norma Europea (EN) 1788:2001 y en la EN 13751:2002 con el principio de luminiscencia fotoestimulada.

Actualmente, los métodos de luminiscencia asistida por calor, por luz como la luminiscencia ópticamente estimulada y la foto-estimulada están siendo investigados por varios grupos en el Mundo, en particular en el laboratorio de luminiscencia en el ICN UNAM y buscando fines de aplicación tanto en dosimetría de alimentos como en su detección entre otras aplicaciones [Kume, et al., 2009; Correcher y García-Guinea, 2011; Cruz-Zaragoza, et al., 2013; Marcazzó, et al., 2015; IAEA, 2002]

2.11 Termoluminiscencia

La termoluminiscencia es un método de detección de alimentos irradiados y se utiliza en hierbas, especias, tubérculos, verduras, cereales, mariscos y frutas que contengan minerales de silicato (cuarzo y feldespatos). En general, la respuesta termoluminiscente de estos minerales es originada por la cantidad presente en el alimento [EN 1788, 2001; Cruz-Zaragoza, et al., 2012].

El método de termoluminiscencia consiste en la emisión de luz cuando se calienta un material irradiado hasta una temperatura inferior a la temperatura de incandescencia. Para que el fenómeno pueda ser observado, el compuesto debe ser preferiblemente un sólido cristalino, un aislante o un semiconductor. Este fenómeno de termoluminiscencia se asocia con la ionización y calentamiento del

material (Figura 2.12). En el caso del polimineral inorgánico del alimento vegetal es un policristal.

Ionización. a) La energía proveniente de la radiación ionizante genera pares electrón-hueco (e-h) por la remoción de electrones de los orbitales atómicos del material. b) El electrón viaja por la banda de conducción hasta quedar atrapado en algún defecto cristalino denominado trampa, estas trampas son proporcionadas por defectos en la red o impurezas. Las trampas relacionadas con algún tipo de defecto, están localizadas en la zona prohibida (banda *gap*) y su posición de energía respecto a la banda de conducción (energía de activación E), puede estar más o menos alejada de las correspondientes bandas de conducción y valencia. A menor energía E , es mayor la probabilidad de que el electrón se libere de esa trampa a temperatura ambiente.

Calentamiento. c) Cuando el electrón es activado térmicamente abandona la trampa y viaja por la banda de conducción hasta d) recombinarse con huecos atrapados. Esta recombinación produce e) fotones de luz detectables en el equipo TL. En esta situación el centro con un hueco atrapado se conoce como centro de recombinación [Calderón, 2000].

La intensidad de luz emitida puede medirse en función de la temperatura aplicada y es detectada como una curva de brillo con máximos localizados a diferentes temperaturas. La curva de brillo será característica del material examinado. Para conocer si un material ha sido irradiado se deberá comparar la respuesta de dos medidas TL, una sin el material irradiado (1) y la otra con el material irradiado (2). Si dividiendo la intensidad 1 entre la 2 el resultado obtenido es mayor a 1 la muestra estará irradiada y generalmente menor a 1 la muestra no lo estará.

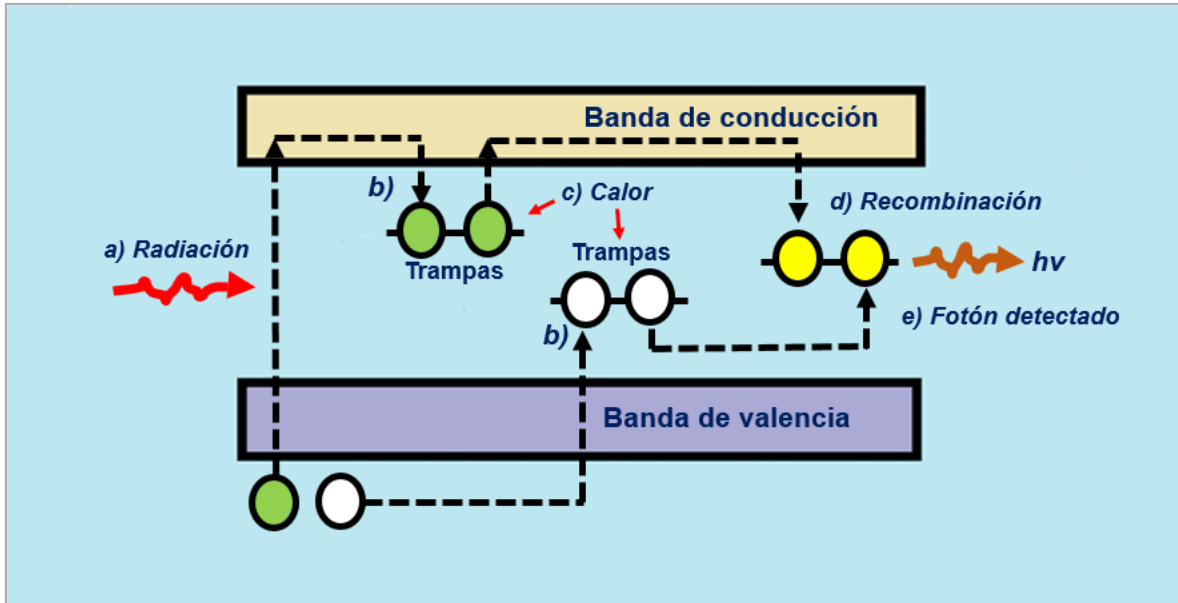


Figura 2.12 Proceso de termoluminiscencia (círculo verde representa al electrón y círculo blanco al hueco).

2.12 Fotoluminiscencia

La luminiscencia fotoestimulada (PSL, por sus siglas en Inglés) es similar a la termoluminiscencia, excepto que se utiliza luz en lugar de calor para estimular ópticamente a los electrones atrapados en las trampas. En la Figura 2.13 se muestra el fenómeno de fotoluminiscencia.

Por ejemplo, considerando a un material semiconductor, este tendrá una banda de valencia llena, una banda *gap* o prohibida y una banda de conducción vacía. Si el material semiconductor es irradiado (a) la radiación ionizará al material y generará electrones y huecos en la banda de valencia, los electrones se excitarán hacia un nivel de mayor energía quedando atrapados en una trampa o defecto de la banda *gap* para estabilizarse.

Estos permanecerán en las trampas hasta adquirir suficiente energía para escapar hacia la banda de conducción, la energía será impartida por luz (b), los electrones liberados de las trampas viajarán por la banda de conducción y se combinarán en los centros de recombinación, emitiendo luz como señal detectable

en el equipo PSL. Entonces la intensidad PSL será proporcional a la cantidad de luz detectada durante la foto-estimulación y estimada con el recuento de fotones.

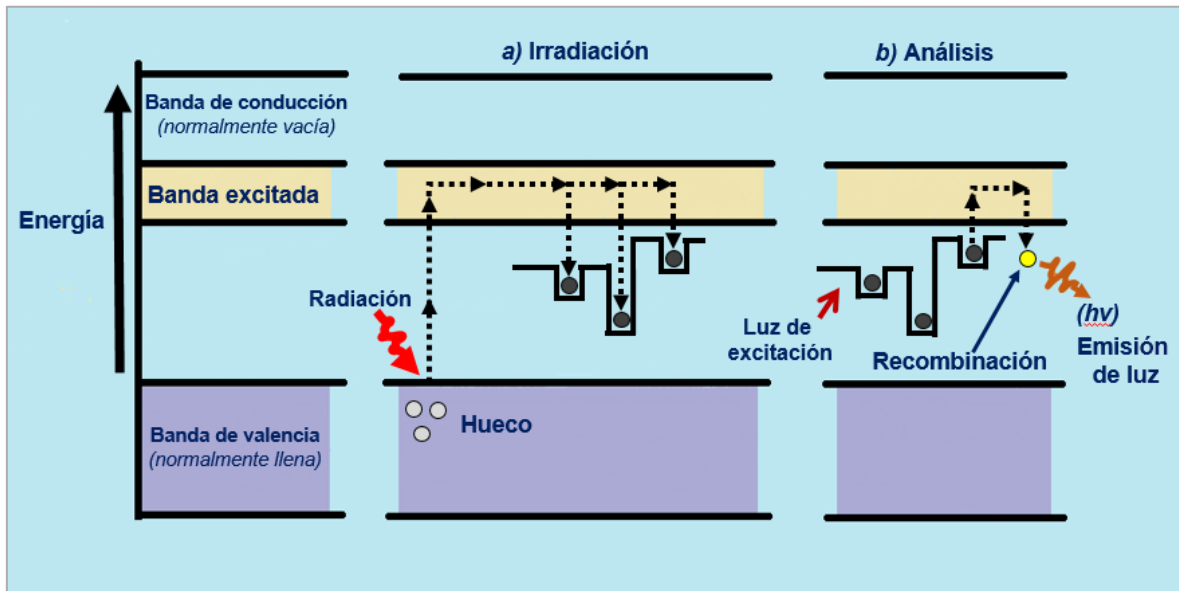


Figura 2.13 Principio del método PSL.

Este método se aplica en la detección de alimentos irradiados que contengan minerales de silicato (cuarzo y feldspatos) y materia bio-inorgánica como la calcita presente en conchas o exoesqueletos, o hidroxipatitas de huesos y dientes.

Sanderson (1991) propuso el método PSL para resolver las limitaciones prácticas del método TL ya que, no requiere de la separación previa de los minerales contenidos en el alimento, sino que utiliza muestras enteras o mezclas de materiales orgánicos e inorgánicos [Belotserkovsky and Ostaltsov, 2012; EN 13751, 2002; Cruz-Zaragoza, et al., 2012; ICGFI, 2002].

Por ello, debemos considerar los defectos intrínsecos tales como de valencia posibles de algunos iones dopantes e intersticiales, pares electrónicos (e^-h), y electrones atrapados en vacancias (centros de color o centros F) que pueden formarse en los minerales al ser irradiados. Estos defectos puntuales son portadores de información útiles para establecer parámetros que sirvan en la discriminación de alimentos irradiados [Spooner, et al., 1998; Cruz-Zaragoza, et al.,

2004; Rodríguez Lazcano, et al., 2013]. A continuación se describe más sobre estos defectos.

2.13 Imperfecciones de los sólidos

Las propiedades de los sólidos aparecen como consecuencia de imperfecciones o defectos presentes en los mismos. Estos dos términos son equivalentes para denotar cualquier impureza química (iones dopantes) o imperfección estructural, haciendo que el sólido se desvíe del estado de cristal químicamente puro y estructuralmente perfecto, es decir, en la realidad no existen cristales perfectos.

Las imperfecciones en un cristal pueden ser intrínsecas o nativas y son producidas como consecuencia de cambios térmicos en el cristal en equilibrio a temperaturas por encima de 0 K. Las principales imperfecciones que aparecen en los minerales en estudio son electrones-hueco y defectos puntuales, los cuales, se describen a continuación.

-Defectos puntuales. Los defectos puntuales son imperfecciones estructurales que implican un solo átomo o una posición de la red cristalina. Existen dos tipos de defectos puntuales: el primero es el átomo *intersticial* que ocupa una posición en la red cristalina no ocupada normalmente como se muestra en la Figura 2.14a. La red sufrirá distorsión alrededor del átomo intersticial y la magnitud de esta distorsión dependerá de la energía repulsiva y del espacio existente en los intersticios de la estructura.

El segundo defecto es una *vacancia* en la red con un átomo omitido en una posición de la red normalmente ocupada (Figura 2.14b). La combinación de un átomo intersticial y una vacancia es un *defecto Frenkel*, esta vacancia tiene carga de signo opuesto al intersticial. La combinación de una vacancia de anión con otra de catión es un *defecto Schottky* [Brown, 1970; Hannay, 1971].

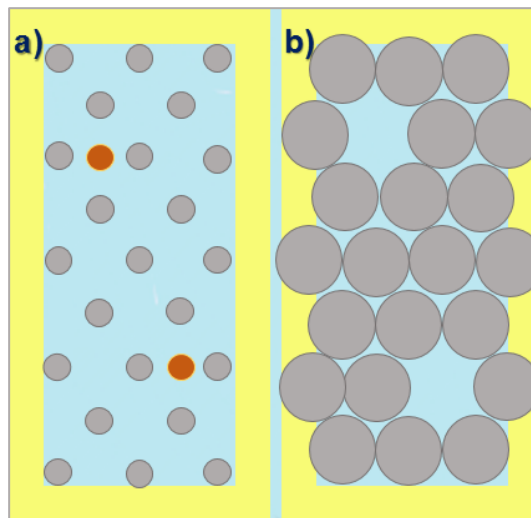


Figura 2.14 Defectos: a) Iones intersticiales; b) vacancias en la red del cristal.

Electrones-hueco. Los electrones-hueco, se pueden describir y comprender mejor de la siguiente forma. En un cristal ideal a 0 K, se espera encontrar a todos los electrones en sus estados permitidos de menor energía, de acuerdo con la ley de distribución de Fermi-Dirac.

A temperaturas mayores a 0 K, la agitación térmica elevará un número mayor de electrones hasta un nivel de energía superior, dependiendo de la distribución de energía de los estados permitidos y de la temperatura.

Por ejemplo, si consideramos al cristal covalente de silicio; a 0 K todos los electrones de valencia estarán en una banda completamente llena y el enlace covalente entre cada par de átomos de silicio también se encontrará llena. Entonces, por encima de 0 K algunos de estos electrones serán excitados térmicamente y transferidos de dichos enlaces, quedando libres para circular a través del cristal. A estos se les denominarán como *electrones de conducción*.

Los electrones transferidos térmicamente, aportarán un mecanismo para la conductividad eléctrica del sólido, ya que por tener bandas completamente llenas y vacías el silicio se considera como un aislante. La posición vacante que queda en

los enlaces covalentes se denomina *hueco positivo* y también proporcionará un mecanismo para la conductividad eléctrica (Figura 2.15).

Los saltos sucesivos de los electrones de valencia a las posiciones vacías producen un movimiento opuesto del hueco en dirección del campo eléctrico. De aquí el término de hueco positivo para indicar que la entidad se mueve en un campo como si tuviera carga positiva, es decir, sucede el desplazamiento de los electrones de valencia en la dirección opuesta. Los electrones-hueco pueden estar presentes en breves períodos cuando se utilizan medios apropiados, tales como la absorción de luz [Hannay, 1971].

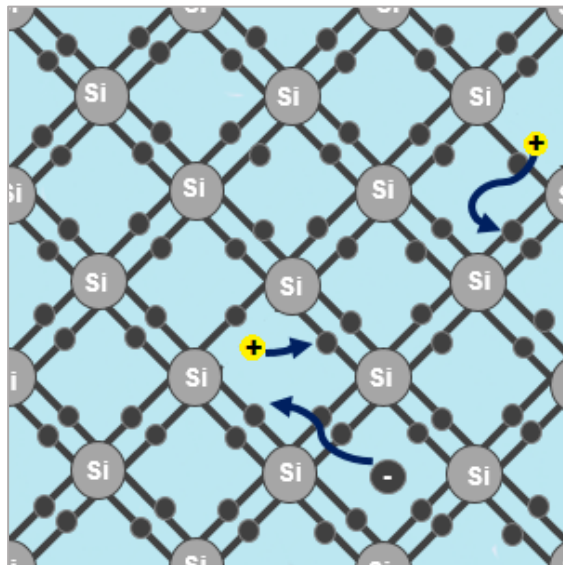


Figura 2.15 Conductividad eléctrica del silicio debida al movimiento de electrones y huecos.

2.14 Minerales en los alimentos

Los minerales son producidos por procesos de naturaleza inorgánica, con una composición química característica y una estructura cristalina. Se encuentran en formas muy diversas en la naturaleza y pueden ser de un sólo elemento, como el azufre nativo, oro, plata, cobre, o una combinación de varios, como el cuarzo, que está formado por silicio y oxígeno. De acuerdo con la composición química, los minerales se dividen en clases según el anión o grupo aniónico dominante, por

ejemplo, en sulfuros, sulfatos, óxidos, hidróxidos, haluros, carbonatos, nitratos, boratos, fosfatos, cromatos, tungstenos, molibdenos y silicatos.

Los silicatos son de nuestro interés porque están presentes en la cáscara de papa, esta clase de mineral, se clasifica de acuerdo al tipo o unidad estructural que forma las unidades tetraédricas como los Nesosilicatos por sus tetraedros aislados, Sorosilicatos por sus tetraedros dobles, Ciclosilicatos por sus tetraedros cíclicos, inosilicatos por sus cadenas simples o dobles, filosilicatos por sus tetraedros planos y Tectosilicatos por sus tetraedros tridimensionales (Figura 2.16) [SGM, 2013].

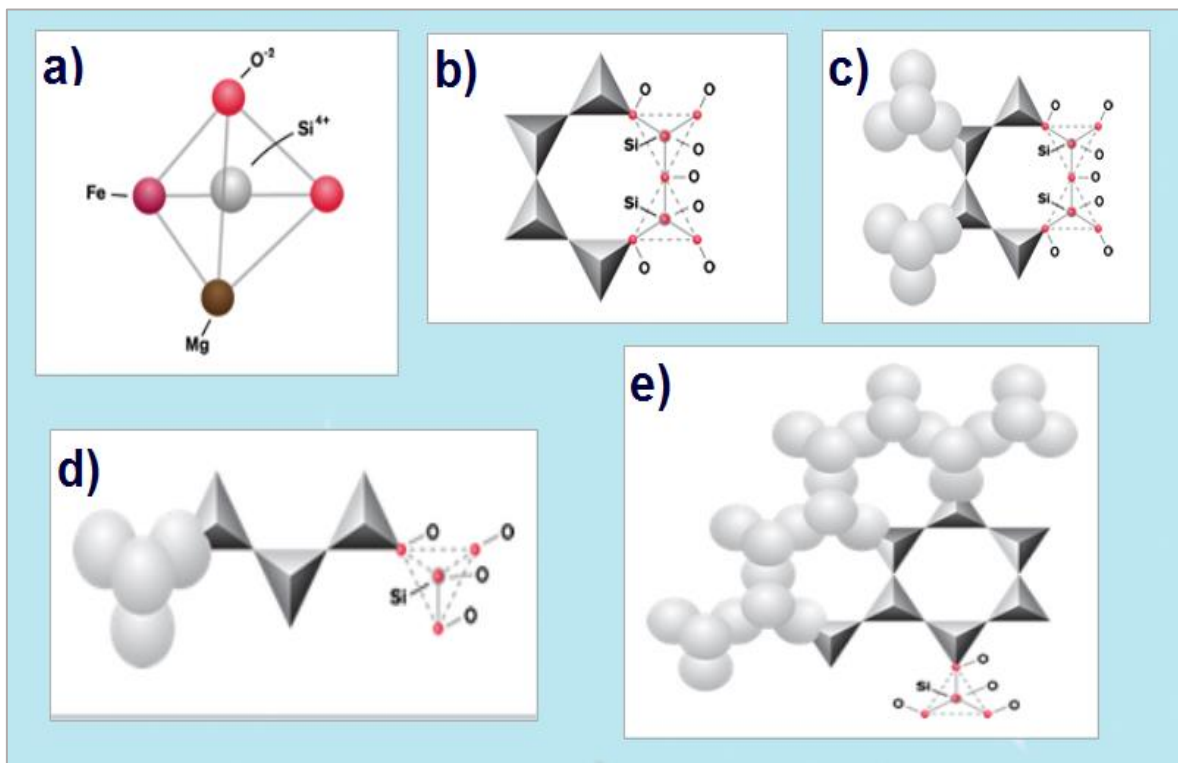


Figura 2.16 Clasificación de los Tectosilicatos: a) Nesosilicatos; b) ciclosilicatos; c) inosilicatos piroxenos; d) inosilicatos anfíboles y e) filosilicatos (Imágenes obtenidas por la Guía interactiva de Rocas y Minerales, <http://www2.montes.upm.es>).

2.14.1 Tectosilicatos

El 64 % de la corteza terrestre está constituida por minerales formados de un armazón tridimensional de tetraedros de SiO₄ enlazados, estos minerales pertenecen a la clase de los Tectosilicatos (Tabla 2.3), en los que todos los iones

oxígeno de cada tetraedro SiO_4 están compartidos con los tetraedros vecinos, dando lugar a una estructura con enlaces fuertes con una relación Si:O de 1:2. [Hurlbut and Cornelius, 1997].

Tabla 2.3 Tectosilicatos	
Grupo SiO_2	Grupo de los feldespatoides
Cuarzo } Tridimita } SiO_2 Cristobalita }	Leucita----- KAlSi_2O_6 Nefelina----- $(\text{Na.K})\text{AlSiO}_4$ Sodalita----- $\text{Na}_8(\text{AlSiO}_4)_6\text{Cl}_2$ Lazurita----- $(\text{Na.Ca})_8(\text{AlSiO}_4)_6(\text{SO}_4,\text{S,Cl})_2$ Petalita----- $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$
Ópalo----- $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	
Grupo de los feldespatos	Serie de las escapolitas
<i>Serie de los feldespatos potásicos</i> Microclina } Ortosa } KAlSi_3O_8 Sanidina }	Marialita----- $\text{Na}_4(\text{AlSi}_3\text{O}_8)_3(\text{Cl}_2,\text{CO}_3,\text{SO}_4)$ Meionita----- $\text{Ca}_4(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_8)_3(\text{Cl}_2,\text{CO}_3,\text{SO}_4)$ Analcima----- $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$
<i>Feldespatos plagioclasias</i> Albita----- $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ Anortita----- $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_6$	Grupo de las zeolitas Natrolita----- $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Chabazita----- $\text{CaAl}_2\text{Si}_4\text{O}_{12} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Heulandita----- $\text{CaAl}_2\text{Si}_7\text{O}_{18} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Estilbita----- $\text{NaCa}_2\text{Al}_5\text{Si}_{13}\text{O}_{36} \cdot 14\text{H}_2\text{O}$

Dentro de los principales grupos de los Tectosilicatos mencionados, los minerales en estudio son del grupo SiO_2 , principalmente el cuarzo y la serie de los feldespatos. A continuación se describe cada uno de ellos.

-*Grupo SiO_2* . El armazón SiO_2 , en su forma más simple, es eléctricamente neutro y no contiene ninguna otra unidad estructural. Sin embargo, existen nueve formas diferentes en que se constituye este armazón. Estas formas de distribución geométrica corresponden a nueve polimorfos conocidos del SiO_2 . Cada uno de estos polimorfos tiene su propio grupo espacial, sus dimensiones de celda, su morfología característica y su energía reticular.

Las consideraciones energéticas son las que determinan principalmente cuál de los polimorfos es estable, siendo las temperaturas de formación más elevada y con mayor energía reticular las que poseen estructuras más dilatadas, lo que refleja un menor peso específico y menor índice de refracción.

Los polimorfos de SiO₂ pertenecen a tres categorías estructurales como cuarzo bajo, con menor simetría y red más compacta; tridimita baja, con mayor simetría y estructura más abierta y cristobalita baja, con simetría más elevada. Cada uno de estos tres tipos de estructura posee una inversión alta-baja.

Entre los minerales, el cuarzo es el más próximo a compuestos puros y tiene propiedades físicas constantes: Silicio (Si) 46,7 % y Oxígeno (O) 53,3 %. El cuarzo bajo (α) a 573 °C y a presión atmosférica se transforma a cuarzo alto (β). Ambas estructuras tienen simetría hexagonal. La transformación de desplazamiento de cuarzo bajo a alto implica sólo ajustes atómicos, sin la ruptura de los enlaces Si-O [Hurlbut & Cornelius, 1997].

-*Grupo de los Feldespatos*. El nombre de feldespatos corresponde a una variedad de minerales formados por silicatos de aluminio combinados en sus tres formas: Potásica, sódica y cálcica. Cuando la relación entre aluminio y silicio es en la misma proporción, el feldespato se clasifica como feldespatoide, cuando la relación tiene mayor porcentaje de silicio, el mineral mantiene la clasificación de feldespato [CGM, 2014; Mendoza, et.al., 2010].

Los feldespatos forman un grupo de tres componentes, los feldespatos potásico, albita y anortita. Los minerales mixtos con una composición entre el feldespato potásico y la albita se denominan *feldespatos alcalinos*, los minerales mixtos compuestos por albita y anortita forman el grupo de los *feldespatos plagioclasas*. Las relaciones entre ellos se representan en el sistema ternario de los feldespatos (Figura 2.17).

En los extremos de este triángulo están expresados los tres componentes de los feldespatos. Además, los nombres específicos de los miembros de ambos grupos y en medio del triángulo la zona de desmezcla o laguna de miscibilidad. Una composición que se sitúe en esta zona no forma ningún cristal feldespático homogéneo, sino, da lugar a dos cristales de composición diferente, donde uno es rico en feldespato potásico (pertitas) y el otro en plagioclasas (antipertitas).

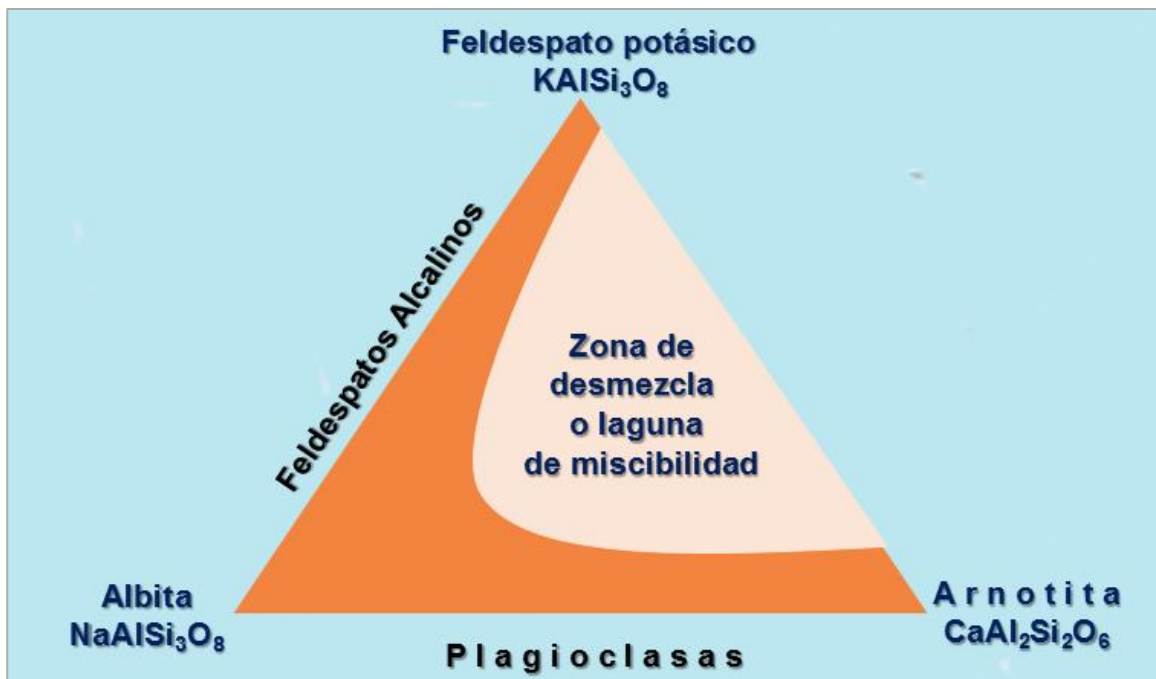
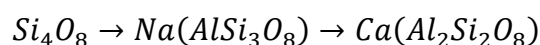


Figura 2.17 Sistema ternario de los feldespatos.

La estructura de los feldespatos consta de una red infinita de SiO_4 y de tetraedros AlO_4 . Puede considerarse como una estructura derivada de las estructuras de SiO_2 por incorporación de aluminio (Al) en la red tetraédrica y de Na^+ o K^+ o Ca^+ en los huecos disponibles. Cuando sólo un Si^{4+} , por unidad de fórmula de feldespato, es sustituido por Al^{3+} , la estructura se neutraliza por incorporación de un K^+ o un Na^+ . De igual modo, cuando dos Si^{4+} , por unidad de fórmula de los feldespatos, son sustituidos por Al^{3+} , la carga electrostática puede equilibrarse por un catión divalente como el Ca^{2+} . Por ejemplo, esto se puede expresar del modo siguiente:



En la estructura de plagioclasa la cantidad de Al tetraédrico varía en proporción a las cantidades relativas de Ca^{2+} y Na^+ , de modo que se mantenga la neutralidad eléctrica; a más Ca^{2+} , mayor cantidad de Al^{3+} .

La caracterización específica de un feldespato requiere el conocimiento de la composición química y del estado estructural de la especie. El estado estructural se refiere a la distribución de aluminio y silicio en las posiciones tetraédricas, que estarán en función de la temperatura de cristalización y la historia térmica de un feldespato. En general los feldespatos que se enfriaron rápidamente después de la cristalización a alta temperatura muestran una distribución desordenada de Al-Si (estado estructural elevado). Aquellos que se enfriaron lentamente desde temperaturas altas o que cristalizaron a bajas temperaturas muestran una distribución Al-Si (estado estructural bajo).

En el siguiente apartado se explica brevemente la Difracción de rayos X como método utilizado para la caracterización de los poliminerales de la papa.

2.15 Difracción de Rayos X

La difracción de rayos X en polvos (DRX) es un método de análisis estructural, permite identificar los minerales por su estructura cristalina. Esta estructura cristalina consiste en la repetición periódica de la celda del mineral. La celda es una unidad en forma de paralelepípedo, que repetida e idénticamente llena todo el espacio del mineral (átomos, iones, moléculas) y proporciona toda la información de la estructura cristalina.

La información que aporta la celda son los parámetros del paralelepípedo, tres aristas y tres ángulos que denominamos a , b , c , α , β , γ ; así como, la disposición de los átomos en la celda. Cada mineral se caracteriza por estos parámetros, sin embargo, si dos minerales distintos tienen parámetros de celda casi idénticos, para distinguirlos se toma en cuenta la disposición de los átomos en la celda: qué átomos los componen y como se distribuyen.

También, la estructura cristalina está formada por planos reticulares espaciados con diferentes orientaciones, los cuales se denotan mediante tres enteros " h, k, l ". El espaciado de cada sucesión de planos paralelos hkl se indica mediante el símbolo d_{hkl} y se conoce como distancia interplanar.

La ley de Bragg de la difracción permite obtener para cada mineral los valores de sus espaciados y de este modo poder identificarlos. Esta ley establece que los rayos X se reflejan sobre los planos reticulares de los cristales según su ángulo θ que depende del espaciado d_{hkl} .

Entonces, si por dos de estos planos de la estructura se hace incidir un haz de rayos X, el fenómeno que se da, es el siguiente. Si el frente de ondas se difracta por el primer plano lo hará con un ángulo θ , el frente de ondas del segundo plano también se va difractar con un ángulo θ , con esta nueva trayectoria, si los dos frentes no están en fase ocurre una interferencia destructiva y se anula uno al otro, pero si los dos salen en fase, hay una interferencia constructiva y el haz difractado no se anula y es detectable, esto ocurre cuando la diferencia de recorrido entre los dos frentes es un múltiplo de la longitud de onda λ y matemáticamente $2d \sin \theta = \lambda$. Donde λ es la longitud de onda de los rayos X.

Como cada familia de planos tiene una distancia d , se detectan esos planos a diferentes ángulos y los resultados serán diferentes según la estructura del mineral que se esté midiendo, por lo que se puede caracterizar las fases que componen la muestra en base a los diferentes "picos" de detección que son en realidad las reflexiones de los planos de cada fase, ya que, cada mineral está caracterizado por una serie de valores de d_{hkl} . Estos valores son conocidos y tabulados en una base de datos. De este modo, mediante los valores obtenidos en la experiencia de difracción y consultando la base de datos, se identifica el mineral.

Aunque, puede ocurrir que dos minerales poseen parámetros de celda casi idénticos y en consecuencia los espacios d_{hkl} serán casi iguales. En estos casos se debe tomar en cuenta la intensidad con la que cada plano reticular refleja los rayos

X, pues la intensidad depende de la estructura y distribución de los átomos de la celda. Mientras que los espaciados reticulares de los minerales dependen de los espacios de la estructura cristalina. Así, la identificación de minerales mediante difracción utiliza, primero, los valores de los espaciados y, en segundo, las intensidades reflejadas; dando lugar al difractograma [Melgarejo, et.al., 2010].

El difractograma es un gráfico, en donde la abscisa indica el ángulo de difracción y la ordenada la intensidad correspondiente. El instrumento para la medida del difractograma es el difractómetro de polvo. Éste consiste en una fuente productora de rayos X, un portamuestras montado sobre un goniómetro giratorio y un detector (Figura 2.18).

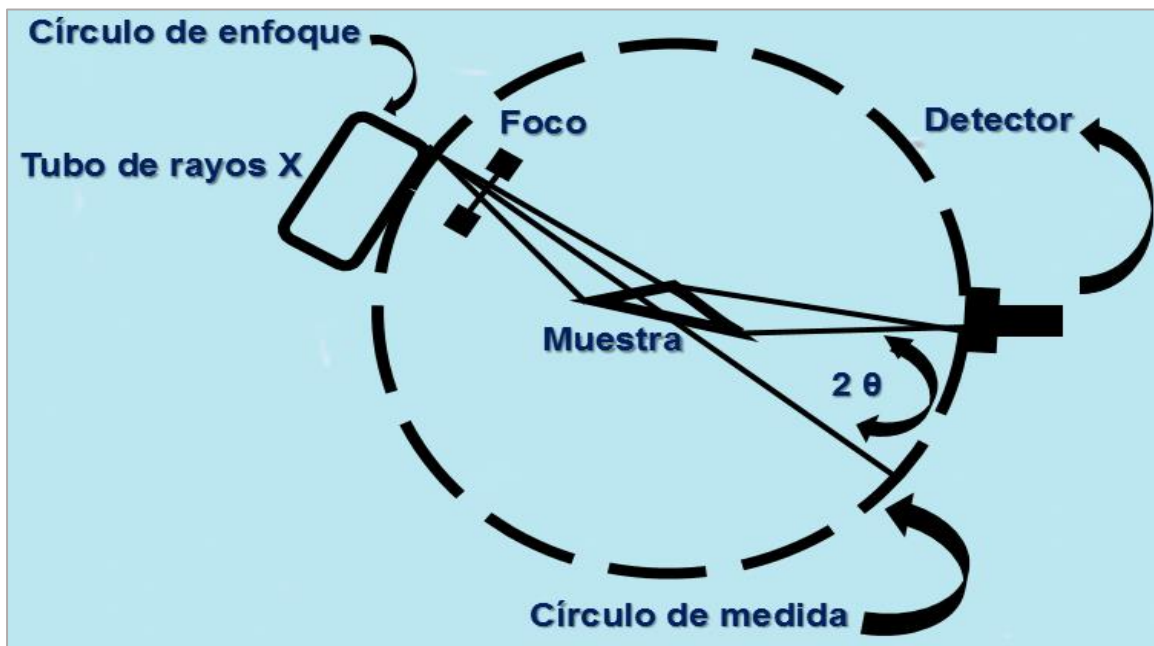


Figura 2.18 Difractómetro de rayos X.

La fuente generadora de rayos X es un dispositivo conocido como tubo de rayos X (Figura 2.19). Este consiste de un cátodo con un filamento de Wolframio (W), el cual emite electrones acelerados bajo vacío por un voltaje de 30 kV aplicado a lo largo del tubo. El haz de electrones incide sobre un blanco metálico, ánodo o anticátodo, habitualmente de cobre o molibdeno donde se emite el espectro de rayos X. El portamuestras tiene una profundidad de 1 mm y es donde se coloca el

polvo mineral, cuyas partículas no deben exceder los 10 micrómetros. La pulverización de la muestra ayuda a obtener un número elevado de cristales, los cuales pueden reflejar los rayos X si están orientados respecto del haz de rayos X.

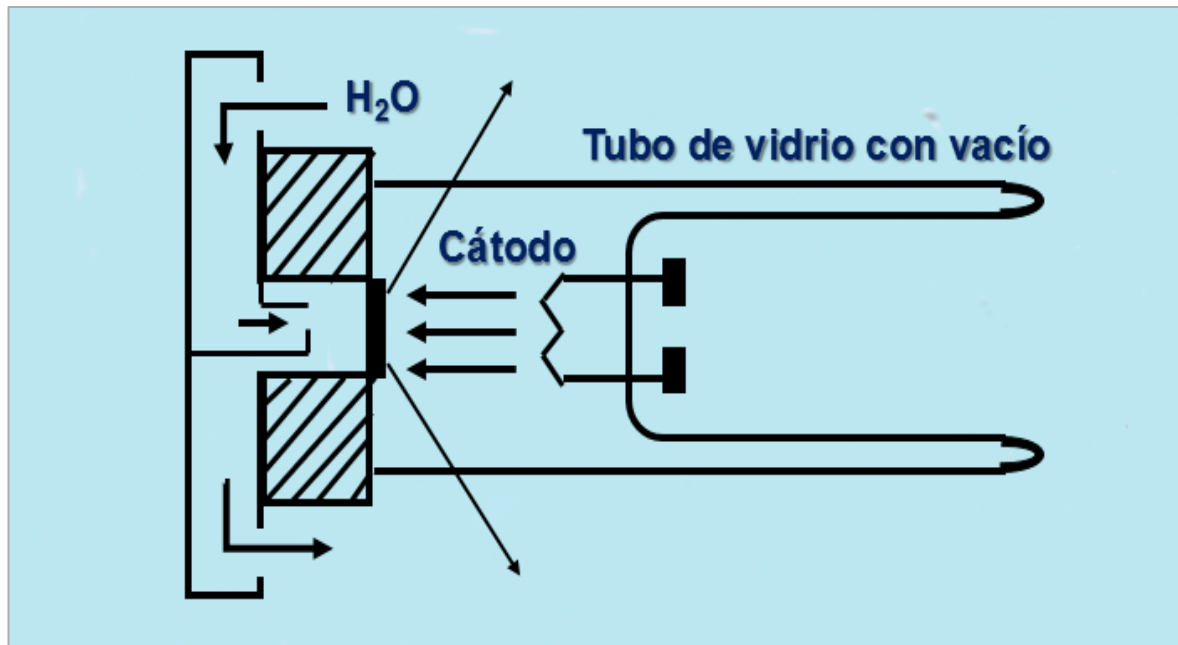


Figura 2.19 Tubo de rayos X.

El detector utilizado, se basa en la capacidad de los rayos X para ionizar átomos y puede ser un gas (proporcionales) o un sólido (semiconductores). Los detectores proporcionales consisten en un cilindro metálico lleno con un gas que contiene un fino alambre metálico (ánodo) a lo largo de su eje. La mayor parte de los rayos X que entran en el cilindro es absorbida por el gas, el cual, se ioniza y produce electrones que se mueven por la acción del campo eléctrico hacia el ánodo mientras que los iones positivos se mueven hacia el cátodo obteniéndose una pequeña corriente eléctrica.

Los detectores semiconductores son aquellos que utilizan silicio o germanio. Los rayos X causan excitación originando electrones libres en la banda de conducción y huecos en la banda de valencia, manteniendo un voltaje entre las caras opuesta del cristal se crea un pequeño pulso en un circuito externo que es amplificado hasta el orden de mili voltios.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este apartado se describe el desarrollo experimental del trabajo de investigación: desde la metodología utilizada en la obtención de los poliminerales de la papa mexicana (*Solanum tuberosum L.*), las condiciones en las que se realizaron las irradiaciones y medidas termoluminiscentes (TL), las preparaciones de muestras de cáscara de papa, sus irradiaciones y medidas de luminiscencia fotoestimulada (PSL).

3.1 Muestras, reactivos, equipos y material de laboratorio

El alimento en estudio son papas Alphas originarias de los Mochis, Sinaloa. Esta variedad fue seleccionada debido a su aceptación en el mercado mexicano y por ser producida en uno de los estados con mayor producción de papa a nivel nacional. Los resultados de este trabajo fueron obtenidos con los siguientes equipos, materiales de laboratorio y reactivos (Tabla 3.1).

Tabla 3.1 Equipos, materiales de laboratorio y reactivos		
Material	Equipos	Reactivos
- Probeta graduada de 1000 mL. - Vasos de precipitados de 1000 mL y 500 mL. - Espátula. - Vidrio de reloj. - Varilla de vidrio. - Agitador magnético. - Piseta. - Discos de aluminio de 5 mm. - Tamices con malla para 250 μm , 149 μm y 74 μm . - Tubos de ensaye.	- Parrilla eléctrica con agitación magnética <i>Stable Temp, Colen-Parmer</i> . - Equipo de termoluminiscencia Harshaw modelo TLD 3500. - Equipo fotoluminiscente SURRC PPSL <i>Irradiated Food Screening System</i> . - Irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT ^{60}Co . - Irradiador autoblandado Gammacell-200 de ^{60}Co . - Irradiador Gammacell-3000 de ^{137}Cs . - Horno Thermolyne © F2113s	- Agua bidestilada. - Etanol. - Peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30 %. - Ácido clorhídrico (HCl) al 37 %. - Acetona.

3.1.1 Descripción de los equipos de irradiación

Los irradiadores utilizados están instalados en la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica del Instituto de Ciencias Nucleares, UNAM. A continuación se describe, de manera general, las partes que componen a estos irradiadores y sus fuentes de radiación.

-*Gammabeam 651PT*. El irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT (Figura 3.1) consta de una cámara de irradiación blindada, con paredes de concreto con una densidad de 2,36 gm/cm³, para evitar la propagación al exterior de la radiación gamma proveniente de fuentes de ⁶⁰Co.

Estas fuentes están ensambladas con doble barra de acero inoxidable tipo C-188 y se encuentran sumergidas en una piscina de 5,2 m de profundidad con agua desionizada, blindada con concreto y acero inoxidable.

El equipo está monitoreado para su seguridad de acuerdo con el Manual de Procedimientos de Seguridad Radiológica y de emergencia del ICN. Consta de detectores de radiación e incendios, cables manuales de emergencia, interruptores para flotador del nivel de agua, dispositivo para control de tope de cables de acero, interruptor de llave de seguridad y del tapón del techo de la cámara de irradiación.

Además, cuenta con extractores de ozono, filtros para ventilación, luz de advertencia de presencia de alto nivel de radiación, indicador de nivel de radiación y alarma L118 exterior, interruptores de llave y fuente radiactiva de prueba, puerta de acceso con cerrado automático e interruptores de movimiento de las fuentes.

También, tiene un sistema de cómputo que incluye un servidor exclusivo para el manejo y almacenamiento de datos con claves de seguridad de acceso para el control del irradiador.

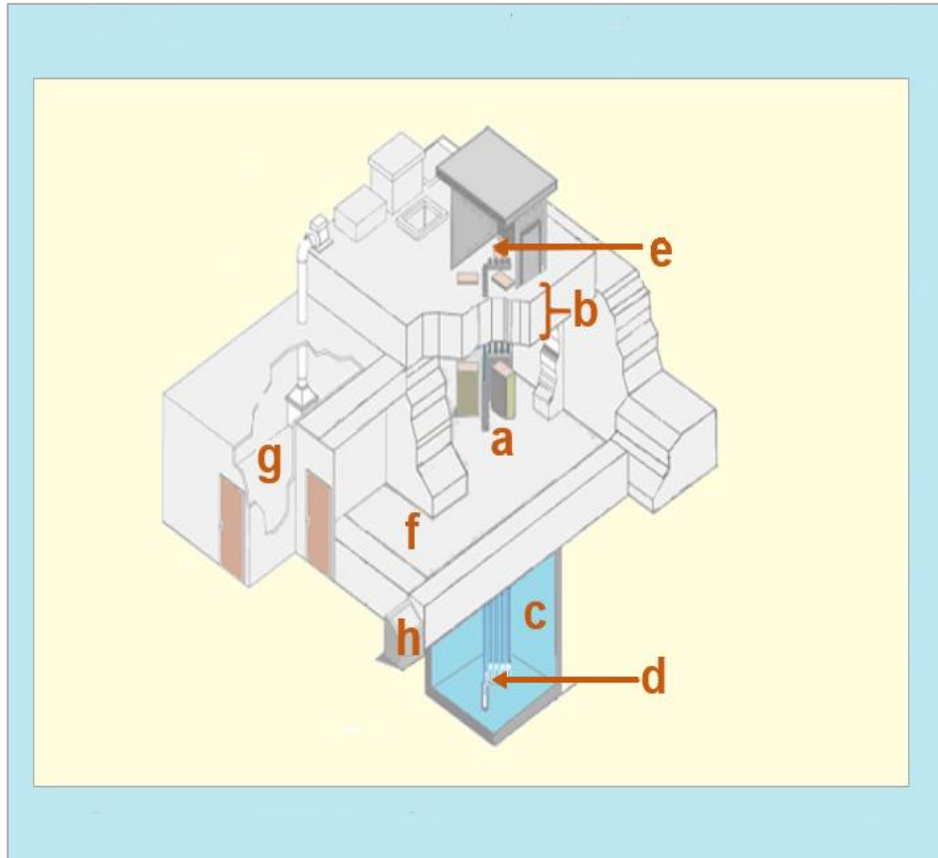


Figura 3.1 Irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT: a) Cuarto de irradiación; b) muro de concreto; c) piscina profunda; d) fuentes de ^{60}Co protegidas; e) control del sistema neumático y válvulas de las fuentes radiactivas; f) laberinto de acceso en forma de "L" y piso falso de seguridad; g) compresores de aire, extractor de aire y desionizador del agua; h) sistema de control del irradiador y las fuentes.

-*Gammacell-3000 Elan*. Este es un irradiador autoblandado, utiliza fuentes de ^{137}Cs , las cuales están selladas con acero inoxidable y blindado con plomo para evitar la exposición de la radiación hacia el exterior. Como se observa en la Figura 3.2, la muestra es colocada en el portamuestra e introducida en el interior del irradiador, esta se mueve hasta colocarse en frente de la fuente radiactiva y el tiempo de radiación es programado en una computadora, una vez finalizado el tiempo de exposición de la muestra se retira el portamuestra de la posición de irradiación a la posición de salida.



Figura 3.2 a) Irradiador autoblandado Gammacell-3000; b) cámara de irradiación para colocación del portamuestra.

-Gammacell-200. Este irradiador, Figura 3.3, fue diseñado para irradiar muestras de investigación. Está constituido por 24 varillas de ^{60}Co con una longitud de 13,97 cm ubicados en el centro del cilindro de plomo del irradiador. Las muestras son colocadas en un émbolo que baja a la posición de irradiación por medio de un sistema de poleas.

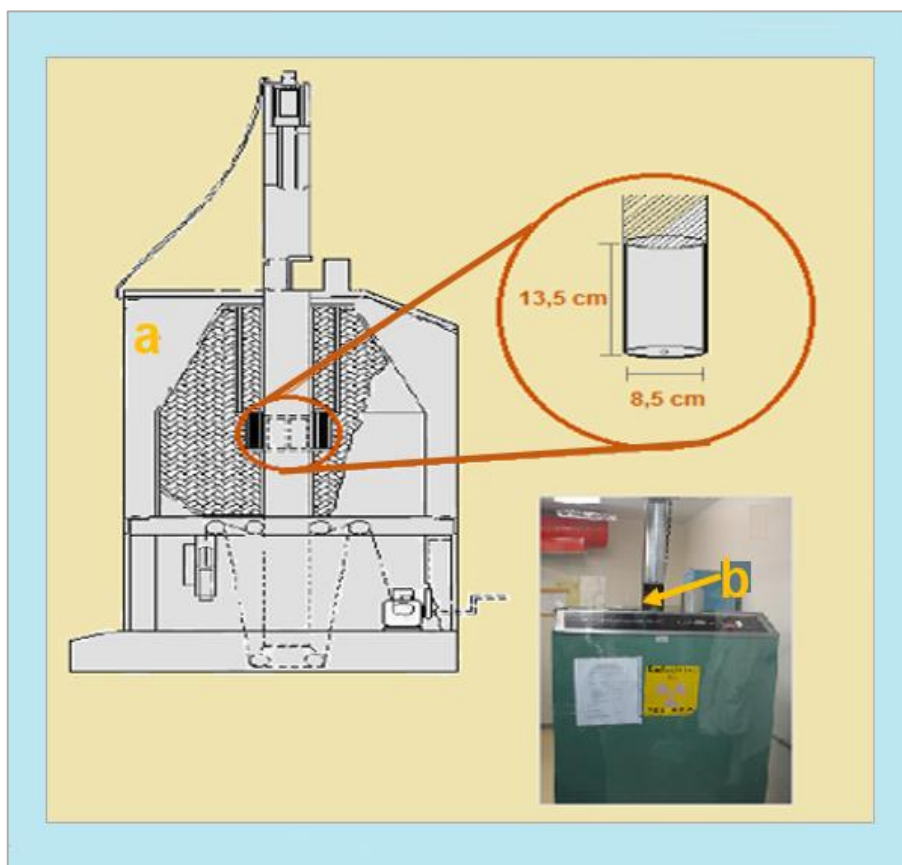


Figura 3.3 a) Irradiador Gammacell-200; b) cámara de irradiación para colocación de las muestras.

3.2 Obtención de poliminerales

La metodología utilizada para la separación de poliminerales de la papa fue la siguiente: La cáscara de papa fue deshidratada a temperatura ambiente. Al término del período, se pesaron tres lotes diferentes, cada uno con una masa de 25 g. Dos lotes se colocaron en diferentes vasos de precipitado de 1000 mL con soluciones de etanol-agua en proporciones de 60:40 y 40:60. El tercer lote se incorporó en un vaso con 500 mL de agua bidestilada.

Posteriormente se sometieron a agitación constante por 4 h en una parrilla eléctrica con agitación magnética (*Stable Temp, Cole- Parmer*). Al término del período la muestra se dejó sedimentar 24 h con el fin de separar la fase orgánica e inorgánica, una vez obtenida la parte inorgánica por decantación se agregó agua bidestilada para retirar el reactivo utilizado.

A continuación, se agregaron 30 mL de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30 % por 4 h para la eliminación de materia orgánica y se enjuagó con agua bidestilada, se hicieron tres repeticiones hasta observar la ausencia de dióxido de carbono (CO_2). Los minerales obtenidos se colocaron en un vidrio de reloj con ácido clorhídrico (HCl) al 37 % hasta cubrir la muestra para eliminar la materia orgánica residual. Por último, se lavaron con agua bidestilada y acetona para conseguir poliminerales limpios y secos (Figura 3.4).



Figura 3.4 Poliminerales de la papa.

3.2.1 Preparación de muestras para TL

Una vez obtenida la fracción inorgánica se seleccionó un tamaño de grano entre 74 y 149 μm , con la finalidad de obtener una mayor respuesta TL. Esta porción se

obtuvo tamizando la fracción polimineral en tres cribas con diferente número de malla, No. 60 para 250 μm , No. 100 (149 μm), y No. 200 (74 μm).

Posteriormente, por duplicado se pesaron 8 mg de poliminerales, se colocaron de manera homogénea en discos de aluminio con un diámetro de 5 mm y se les agregó una gota de acetona para compactar y evitar pérdidas en la manipulación de estas. Los discos se colocaron en una pequeña caja con papel aluminio para prevenir la exposición de las muestras a la luz del medio ambiente y evitar pérdida de señales TL. La fracción inorgánica sobrante fue guardada en un pellet para su posterior caracterización.

3.3 Caracterización de las muestras

Considerando los diferentes tipos de minerales presentes en la cáscara de papa las muestras fueron analizadas por Difracción de Rayos-X (DRX) en el equipo Brunker D2 Phaser ubicado en el laboratorio de nanomateriales del Departamento de Química Inorgánica y Nuclear de la Facultad de Química, UNAM.

3.4 Medidas de termoluminiscencia de fondo

Las muestras antes de ser irradiadas se midieron en el equipo TL para obtener medidas de referencia (fondo), estas medidas de referencia son las respuestas iniciales de los poliminerales dado que originalmente fueron expuestos a la radiación ionizante ambiental. Por lo que, se pesaron 8 mg de poliminerales en dos discos de aluminio y se analizaron en el equipo TL Harshaw TLD 3500 a una razón de calentamiento de 2 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ desde 37 ± 2 $^{\circ}\text{C}$ hasta 400 $^{\circ}\text{C}$, para obtener una buena resolución de las curvas de brillo.

Las medidas de referencia se realizaron dos veces, la primera medida se realizó con la finalidad de observar la respuesta natural de los minerales mediante la liberación de electrones atrapados en las trampas existentes, es decir, la TL debida al fondo ambiental, y la segunda medida se realizó para asegurar que el

material no presentará alguna respuesta residual. Obtenidos los resultados, se prosiguió a irradiar las muestras para continuar con el estudio y análisis de las propiedades TL.

El equipo Harshaw TLD 3500 cuenta con una plancheta individual (Figura 3.5), donde es colocada la muestra. La plancheta con la muestra es calentada por una corriente, la cual, es controlada por un termopar hasta alcanzar la temperatura final establecida, para evitar la incandescencia de la muestra y tener una atmósfera inerte se hace llegar gas nitrógeno. Mientras la muestra es estimulada por el calor, ésta emite luz y es detectada por un tubo fotomultiplicador, el cual, se encuentra conectado a un amplificador para ampliar la señal eléctrica en unidades de carga. Los datos obtenidos son enviados al software para capturar la intensidad TL en función de la temperatura de calentamiento y generar curvas de brillo características de las muestras analizadas.



Figura 3.5 a) Equipo de termoluminiscencia Harshaw TLD 3500; b) plancheta de calentamiento.

3.5 Exposición de los poliminerales a radiación ionizante gamma

Las muestras, por duplicado, fueron expuestas a radiación gamma proveniente de una fuente de ^{137}Cs contenida en el irradiador Gammacell-3000 y una fuente de

^{60}Co del irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT. Estos dos irradiadores fueron utilizados a dosis bajas y altas, respectivamente, para el análisis de las propiedades termoluminiscentes de las muestras.

El irradiador Gammacell-3000 impartía una razón de dosis de 10,82 Gy/min el 8 de enero del 2016 y el irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT con una razón de dosis de 13,933 Gy/min el 22 de junio del 2015 en la posición de la muestra.

3.6 Medidas de termoluminiscencia

Después de la irradiación de las muestras se realizó sólo una medida de los poliminerales en el equipo Harshaw TLD 3500 a una razón de calentamiento de 2 °C/s desde 37 ± 2 °C a 400 °C, para cada una de las dosis establecidas del análisis de las propiedades TL de los poliminerales.

3.7 Propiedades TL

Las propiedades TL fueron realizadas para observar el comportamiento de la emisión luminiscente de los poliminerales de las papas irradiadas. Las propiedades TL que se enfatizaron son dosis-respuesta, límite de detección, repetibilidad de la respuesta TL y decaimiento de la respuesta TL.

3.7.1 Dosis-Respuesta

Generalmente los minerales presentan una respuesta TL proporcional con la cantidad de radiación absorbida. Para observar este comportamiento los poliminerales se irradiaron por duplicado desde 4 hasta 1500 Gy en el irradiador Gammacell-3000 y a partir de 15 a 5000 Gy en el irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT. Al término de la irradiación, las muestras fueron medidas en el equipo TL.

3.7.2 Límite de detección

El objetivo del límite de detección es determinar el umbral mínimo de radiación detectable de los poliminerales presentes en la cáscara de papa, previamente irradiados. Por esta razón, únicamente se tomó en cuenta las medidas de termoluminiscencia de las muestras irradiadas a partir de 4 hasta 20 Gy.

Las medidas obtenidas en el límite de detección fueron comparadas con las de referencia (medidas de fondo) empleando un cálculo matemático. El cálculo realizado consiste en dividir el valor de las muestras irradiadas (TLi) entre la medida de las muestras no irradiadas (TLni) o de fondo para obtener un valor. Si el valor era mayor a 1 entonces a esa dosis de radiación los poliminerales fueron considerados como irradiados.

3.7.3 Repetibilidad de la respuesta TL

Todo método de detección para alimentos irradiados necesita confiabilidad en las medidas TL para asegurar que las muestras no sufren algún daño en su respuesta termoluminiscente por las continuas irradiaciones. Por tal razón, los poliminerales se sometieron por duplicado a 10 ciclos de irradiación, en el irradiador Gammacell-3000 a 60 Gy, y medida, en el equipo TL. Esta dosis fue establecida porque se encuentra en el intervalo lineal de dosis-respuesta.

3.7.4 Decaimiento de la respuesta TL

Los poliminerales después de ser irradiados presentan pérdida de la respuesta TL por efecto de la temperatura, exposición con la luz solar y por el tiempo de almacenamiento. A continuación, se describen las condiciones utilizadas para cada efecto.

-Decaimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura (blanqueo térmico). El siguiente procedimiento se realizó para determinar la estabilidad

térmica de las curvas de brillo, así como la pérdida de la respuesta TL a diferentes temperaturas de blanqueo térmico. Dado que la curva de brillo de los poliminerales de la papa es muy amplia, no se observó con claridad cuantos picos TL están constituyendo dicha curva.

Entonces, la muestra al ser tratada térmicamente a diferentes temperaturas, permite despoblar trampas localizadas a temperaturas menores y observar aquellas más estables. Por lo que, se analizaron por duplicado muestras de poliminerales previamente irradiados a 60 Gy, los cuales, fueron calentados en un horno horizontal Thermolyne ® F2113s durante 3 min y medidos en el equipo TL. Las temperaturas de blanqueo térmico utilizadas fueron 50, 100, 150, 200, 250 y 300 °C.

-Decaimiento de la respuesta TL por luz solar. Para determinar si la respuesta TL disminuye por efecto de la luz, las muestras fueron irradiadas a 60 Gy y expuestas a luz Solar durante 1, 2, 5, 10, 20, 30 y 60 min en una lámpara simuladora de luz Solar (Figura 3.6) y medidas en el equipo TL.

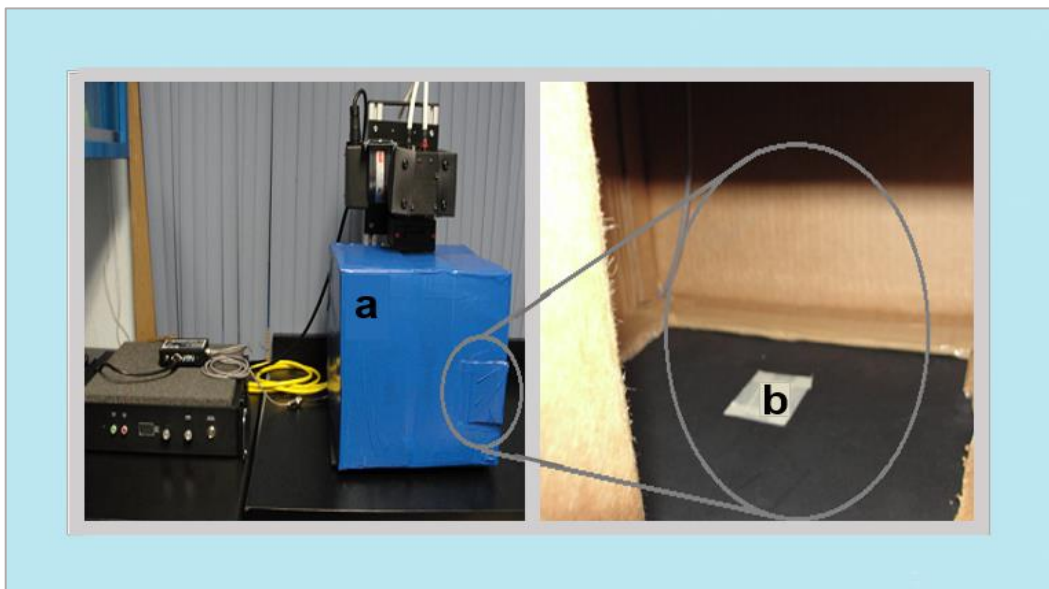


Figura 3.6 a) Lámpara simuladora de luz Solar; b) posición de la muestra.

-Decaimiento de la respuesta TL por el tiempo de almacenamiento. Para analizar la pérdida de la respuesta TL con el paso del tiempo de almacenamiento, los poliminerales, por duplicado, se irradiaron a 60 Gy y fueron almacenados por un mes bajo condiciones normales de temperatura ambiente (≈ 20 °C) y oscuridad en el laboratorio. Transcurrido el tiempo de almacenamiento se realizaron las medidas TL.

3.8 Parámetros cinéticos: energía de activación (E) y factor de frecuencia (s)

La energía de activación es la energía necesaria para que los electrones atrapados en trampas superficiales o profundas sean liberados cuando la red del mineral es calentada. Generalmente las trampas más profundas necesitarán mayor temperatura que las trampas superficiales para liberar dichos electrones. Por ello, para determinar la energía de activación se realizó cálculos usando las curvas de brillo obtenidas en el experimento de decaimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura (blanqueo térmico).

La energía de activación se determinó de acuerdo al método de levantamiento inicial (Initial Rise) de la curva de brillo, en el cual, se utilizan los primeros datos hasta un valor alrededor del 15 % de la intensidad máxima de la curva. Para el cálculo se considera la ecuación de tipo Arrhenius:

$$I = e^{-\frac{E}{kT}}$$

La cual se resuelve gráficamente haciendo el logaritmo natural de la intensidad TL ($\ln I = -E/kT$) y el inverso de la temperatura de la curva de brillo generando una recta y partir de la pendiente se obtiene la energía de activación (E). El factor de frecuencia (s) está relacionado con el número de veces por segundo que un electrón interactúa con la red para escapar de su trampa. Este parámetro se determinó considerando una cinética de primer orden, de acuerdo a la siguiente ecuación [Kitis, et.al., 1998]:

$$\left[\frac{\beta E}{kT_M^2} \right] = s \exp \left[- \frac{E}{kT_M} \right]$$

Donde β corresponde a la velocidad de calentamiento del equipo TL, T_M es la temperatura máxima en la curva de brillo, k es la constante de Boltzman ($8,6 \times 10^{-5}$ eV/K) y E es la energía de activación.

3.9 Preparación de muestras, irradiación y medidas PSL

La preparación de muestras analizadas por luminiscencia fotoestimulada (PSL) consistió en deshidratar un lote de cáscara de papa a temperatura ambiente. Una vez deshidratada, la cáscara fue cortada en trozos pequeños de aproximadamente 1 cm. Después se pesaron 10 muestras, cada una con 2 g de cáscara. Estas muestras fueron guardadas en bolsas de plástico envueltas en papel aluminio para su posterior irradiación.

Las muestras fueron expuestas a radiación gamma, proveniente de ^{60}Co , desde 1 Gy hasta 5000 Gy. Para una dosis de 1 y 2 Gy se utilizó el irradiador Gammacell-200 con una razón de dosis de 0,1632 Gy/min, del 20 de septiembre del 2015. Dosis de 8 a 14 Gy se irradiaron con una razón de dosis de 7,41 Gy/min, del 1 septiembre del 2015. Dosis de 15 a 30 Gy se irradiaron a la razón de dosis de 13,933 Gy/min y finalmente de 50 a 5000 Gy se irradiaron con una razón de dosis de 25,21 Gy/min en el irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT. Las medidas se realizaron por duplicado en el equipo SUERRC PPSL (*Irradiated Food Screening System*), véase Figura 3.7.

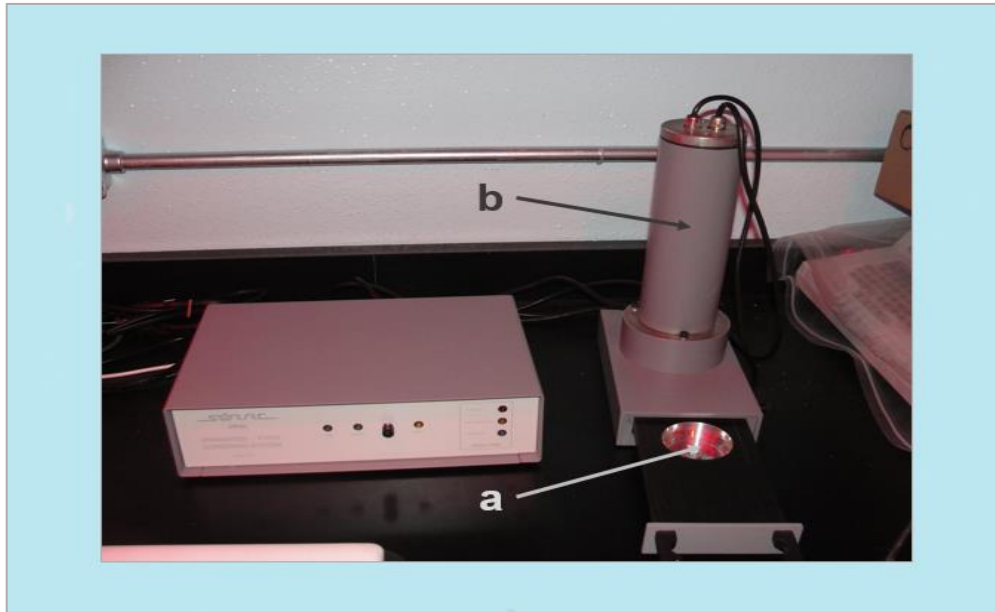


Figura 3.7 Equipo PSL: a) Portamuestra; b) tubo fotomultiplicador.

Este equipo cuenta con un portamuestra para el análisis de alimentos enteros. Para estimular a la muestra, el equipo tiene un arreglo de fotodiodos que emite un haz de luz en el infrarrojo cercano a 840 nm para liberar los electrones atrapados en las trampas y llevar a cabo la recombinación principalmente del par electrón-hueco para producir fotones de luz. Estos fotones de luz son detectados por el fotomultiplicador y son ampliados por el amplificador del equipo. Los datos obtenidos son traducidos por un software acoplado para obtener gráficos que relacionan el conteo de fotones en función del tiempo.

Las posibles respuestas que proporciona el equipo es considerar si el alimentos está o no irradiado. Por ejemplo, si la muestra emite un límite de cuentas de fotones mayor a 5000 dará un resultado Positivo, indicando que la muestra fue irradiada; cuando el valor obtenido se encuentra entre 700 a 5000 el resultado será Intermedio, es decir, habrá incerteza si la muestra fue irradiada o no y para valores de cuentas menores de 700 el resultado será Negativo el cual indica que la muestra no fue irradiada.

3.10 Análisis de las propiedades PSL

Las propiedades PSL a considerar son dosis-respuesta, límite de detección y decaimiento de la respuesta PSL por luz solar y tiempo de almacenamiento.

-Dosis-Respuesta. Para observar la linealidad de la respuesta PSL, con respecto a la radiación absorbida de los poliminerales en la cáscara de papa, se irradiaron las muestras a partir de 1 Gy hasta 5000 Gy como se describe en el apartado 3.9.

-Límite de detección. El límite de detección se encontró a partir de los resultados, obtenidos en el equipo PSL, de muestras irradiadas de 1 a 5000 Gy. La dosis impartida presentó el primer valor positivo en el equipo PSL y fue considerada como el umbral de detección. Con la finalidad de determinar si el límite de detección es el correcto se irradiaron por duplicado cuatro muestras, a la razón de dosis de 13, 933 Gy/min, en el irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT y fueron medidas en el equipo PSL.

-Decaimiento de la respuesta PSL por efecto de la luz solar y el tiempo de almacenamiento. Para observar el efecto de la luz Solar en los poliminerales, contenidos en la cáscara de papa y previamente irradiados a 100 Gy, se realizaron por duplicado ocho medidas PSL de acuerdo con el tiempo de exposición de las muestras en la lámpara Solar. Los tiempos aplicados en las muestras fueron 1, 2, 5, 10, 20, 30, 60 y 120 min.

En el caso de la pérdida de la respuesta PSL por el tiempo de almacenamiento, doce muestras irradiadas a 100 Gy fueron almacenadas hasta por 3 meses y medidas en el equipo PSL de acuerdo al tiempo establecido. Los días establecidos para realizar las medidas fueron: 1, 15, 30, 45, 60, 75 y 90.

3.11 Análisis del efecto de la radiación en la maduración de la papa

Las papas frescas durante el almacenamiento presentan tres períodos fisiológicos: curación, dormición y brotación. Con la finalidad de analizar el deterioro por brotación a cuatro lotes, con 3 papas frescas, fueron expuestos a radiación gamma en el irradiador semi-industrial Gammabeam 651PT, con razón de dosis de 13,933 Gy/min. Las dosis utilizadas fueron 100, 150, 200 y 300 Gy. En la figura 3.8 se muestra la posición de irradiación de los lotes de papa fresca.

De igual forma, se comparó cada lote irradiado con un lote control (papas frescas sin irradiar) para observar las diferencias entre cada uno de ellos.

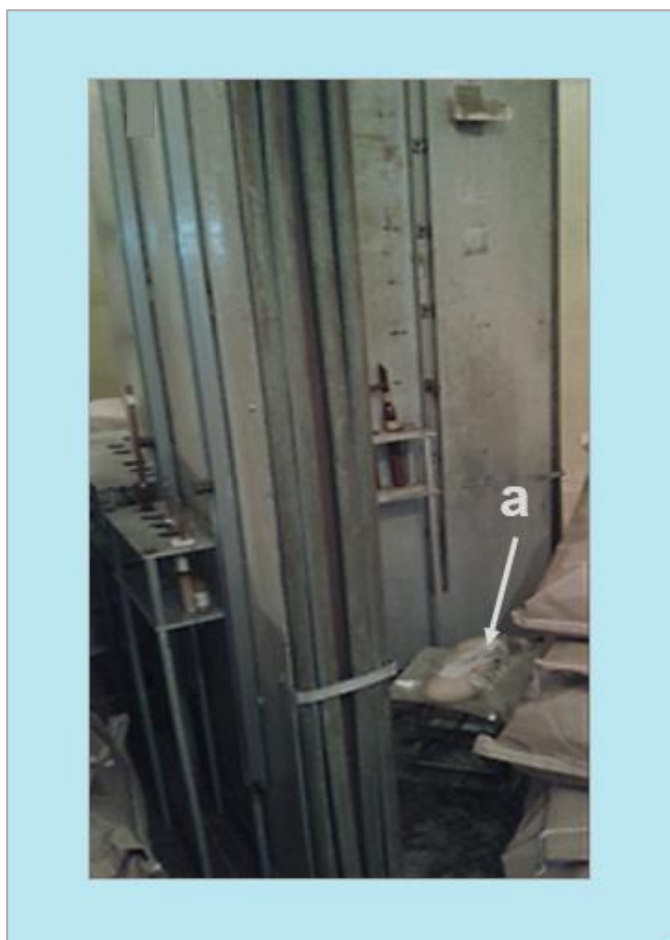


Figura 3.8 Cámara de irradiación del Gammabeam 651 PT: a) Posición de irradiación de las muestras de papa por triplicado.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presenta el rendimiento e identificación de los poliminerales de la papa mexicana. La discusión de las propiedades termoluminiscentes y de las propiedades PSL de los poliminerales de la cáscara del tubérculo.

4.1 Obtención de los poliminerales

El procedimiento utilizado para la separación de los poliminerales de la papa se basa en la diferencia de densidades. Este procedimiento ha sido empleado por varios autores en la separación de minerales de silicato en alimentos previamente irradiados, para su análisis termoluminiscente [EN 1788; Cruz-Zaragoza et al., 2012].

Las disoluciones que se emplearon como medio de reposo de la cáscara de papa fueron mezclas de etanol y agua. Las variaciones en las proporciones de las disoluciones (60:40 y 40:60 de etanol-agua) fueron realizadas con el fin de obtener un mayor rendimiento de los minerales. La disolución que permitió un rendimiento del 0,06 % (300 mg) a partir de 50 g de cáscara de papa fue la proporción 60:40, mientras que la disolución 40:60 de etanol-agua no permitió la separación de los poliminerales.

Por consiguiente, se realizó el mismo procedimiento a una tercera muestra, utilizando únicamente agua como medio de reposo de la cáscara para determinar si ésta es la sustancia que condiciona la separación de los minerales. Al término de la metodología no se logró obtener minerales separados. Esto se relacionó con las propiedades o mecanismos de acción que esta solución puede hacer al interactuar con los componentes de la cáscara de papa. Puesto que la cáscara contiene celulosa, residuos de almidón u otra materia orgánica. Sin embargo, se debe realizar más experimentos para hacer válida esta aseveración.

Una vez obtenidos los poliminerales, estos fueron tamizados en tres cribas con diferente número de malla. El tamaño de grano seleccionado para el análisis termoluminiscente se encuentra entre 74 y 149 μm . Este tamaño de partícula fue considerado para lograr una buena homogenización de las muestras y evitar que las medidas varíen. Dado que la emisión TL dependerá del tipo y cantidad de los poliminerales. Estudios realizados en minerales de cuarzo y feldespato presentes en muestras de orégano y chile guajillo, con un tamaño de partícula de 10, 53, 74 y 149 μm han puesto de manifiesto la tendencia de la sensibilidad de estos minerales con la emisión TL. Los minerales con un tamaño de partícula de 53 y 149 μm fueron los óptimos para el estudio de las propiedades termoluminiscentes [Teuffer, 2005].

4.2 Caracterización de los poliminerales

La forma e intensidad de la curva de brillo TL, está relacionada con los minerales que conforman la muestra en estudio. Para la identificación de los poliminerales de la papa con un tamaño de partícula entre 74 y 149 μm se utilizó la técnica por difracción de rayos X.

Las fases mayoritarias identificadas en el difractograma fueron compuestos de feldespato y cuarzo (Figura 4.1a). Los picos relacionados con los feldespatos están comprendidos entre 20 y 32° (2θ). De los cuales, entre los ángulos 2θ de 20,9 y 21,5° pertenecen a feldespatos potásicos y ángulos 2θ de 21,5 y 22,2° corresponden a feldespatos sódicos. Sin embargo, si existe un solapamiento por cuarzo, que es el caso de esta muestra, se debe buscar a los feldespatos potásicos en el pico característico del cuarzo en el ángulo 2θ de 27,5° y para confirmar su existencia, que no debe confundirse con los feldespatos cálcicos y sódicos deben buscarse a 27,7° - 28,1° (2θ) como una sola reflexión más o menos clara [Sánchez, et.al.,1991]. En el caso del cuarzo, el ángulo 2θ de 26, 75° ó cercano al 27° indica la presencia de este mineral [Moreno, 1985].

El difractograma de los polimierales de la papa mostró picos de cuarzo en el ángulo 2θ de 27° y de la presencia de feldespatos en los ángulos 2θ de $27,5$ y $28,1^\circ$. Por lo que podemos decir, que probablemente se tenga la presencia de feldespatos potásicos y cálcicos, como se observa en la Figura 4.1b, las bandas rojas corresponden al cuarzo y las bandas azules a los feldespatos. No obstante, el difractograma de los poliminerales de papa fue medido a partir de 25° hasta 70° (2θ). Por lo que no se asegura la presencia de feldespatos sódicos. (Figura 4.1b). Una manera de corroborar la existencia de estos minerales y la presencia de los feldespatos sódicos, es realizar estudios complementarios como la Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y Espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) para saber la composición de la muestra.

En cuanto a los picos que conforman el difractograma entre los ángulos 2θ de 26 y 31° , recuadro verde de la Figura 4.1a, también indican la simetría de los compuestos de feldespato. Partiendo de los feldespatos potásicos el desdoblamiento de este mineral aparece entre 29 y $30,5^\circ$ (2θ). Si éste es monoclinico, aparecerá en $29,7$ y $29,8^\circ$ (2θ). Si es triclinico, se produce un desdoblamiento entre $29,4$ y 30° (2θ). Si el feldespato es sódico y es natural, será triclinico, pues no se ha encontrado monoclinicos naturales. Entonces el feldespato sódico estará desdoblado entre $30,3$ y $31,2^\circ$ (2θ); o en $30,1^\circ$ (2θ) [Sánchez, et.al., 1991]. En este trabajo, si consideramos la presencia de feldespato potásico, podemos decir que su simetría es triclinica

Sin embargo, la existencia de varias simetrías en la misma muestra, sea porque existen varias especies o por estructuras complejas con diferentes dominios estructurales, da lugar al ensanchamiento y solapamiento de líneas de difracción, sea el caso de este difractograma. Además la interferencia o ruido que presenta el difractograma se debe a la presencia de otros compuestos, ya sea que estén presentes en esta muestra, como óxidos de hierro libres, óxidos de magnesio, carbonatos o materia orgánica [Justo & Morillo, sin año].

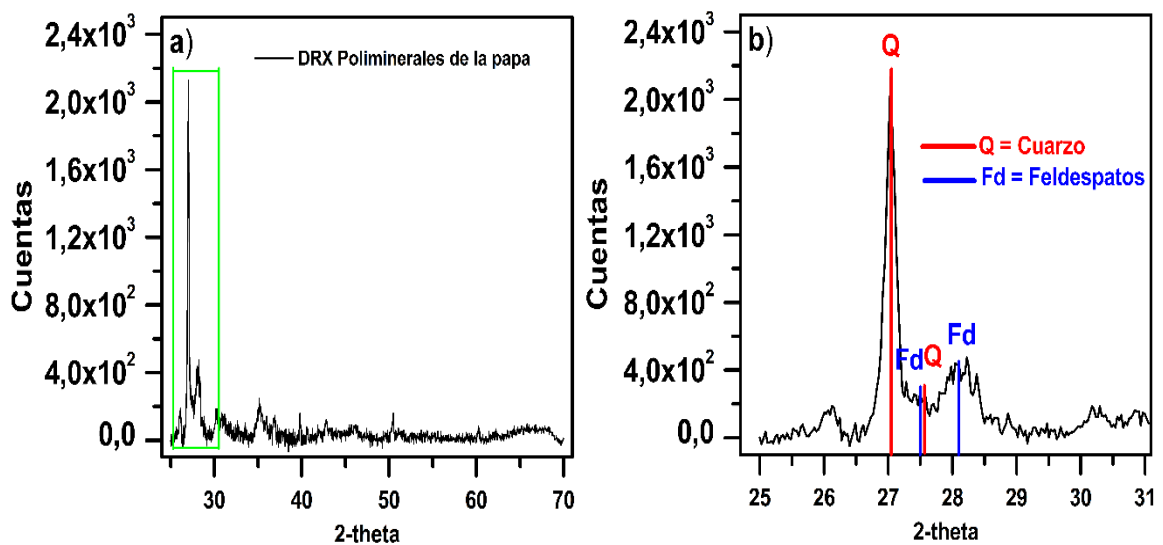


Figura 4.1 Difracción de rayos X: a) Difractograma de los poliminerales de la papa, tamaño de partícula entre 74 -149 μm ; b) acercamiento del difractograma a partir de 25° a 31° (2θ).

4.3 Medidas de fondo por termoluminiscencia

Se realizaron cuatro medidas termoluminiscentes a dos muestras con un tamaño de partícula entre 74 y 149 μm , cada una con 8 mg de poliminerales contenidas en discos de aluminio de 5 mm de diámetro. Estas medidas permitieron conocer la emisión TL natural característica de los minerales de la papa mexicana al haber permanecido expuesta a la radiación ambiental durante y después de la cosecha.

Las emisiones TL obtenidas se muestran en la Figura 4.2, ambas muestras presentaron el mismo comportamiento de la curva de brillo con dos máximos, el primero se observó aproximadamente a 169 $^{\circ}\text{C}$ para la muestra A, a 155 $^{\circ}\text{C}$ en la muestra B y el segundo a 315 $^{\circ}\text{C}$ y a 310 $^{\circ}\text{C}$ respectivamente. Estos máximos están relacionados con las emisiones del cuarzo y feldespato, de acuerdo con otros autores [Spooner et al., 1988].

Los máximos a 310 y 315 $^{\circ}\text{C}$ fueron observados por Know et al., [2002] en el estudio TL de poliminerales de papa sin irradiar. Estos poliminerales fueron separados de papas recolectadas en cuatro diferentes áreas de producción en Corea y fueron atribuidos a la presencia de minerales de cuarzo y feldespatos

potásicos. Sin hacer mención de la masa y tamaño de grano de las muestras estudiadas.

De igual forma, estudios realizados por Soika y Delincée en minerales puros de feldespatos potásicos y cuarzo, tamizados en tela nylon con un tamaño de poro de 125 μm y 250 μm , respectivamente, y con variaciones entre 0,4 y 4,0 mg de muestra. También han puesto en manifiesto la presencia del segundo máximo para feldespatos irradiados de forma natural. Pero no reportaron este pico para el cuarzo, probablemente, debido al riguroso tratamiento térmico (1080 °C por 20 a 30 min), impartido en la muestra por Merck Darmstard antes de ser analizada en el equipo TL [Soika y Delincée, 2000a].

Por otra parte, los primeros máximos, 169 y 155 °C, no han sido observados en las dos investigaciones anteriores, sin embargo Kaixuan Tan y colaboradores [2009] reportaron la presencia de un máximo TL a la temperatura de 170 °C en veinticuatro muestras de cuarzo naturales provenientes de Altay Orogenic belt, al norte de Xinjiang, China. Por lo tanto, se consideró que los máximos encontrados a estas temperaturas pueden ser debido a la presencia del cuarzo en las muestras de poliminerales de la papa.

Estos máximos fueron observados en las curvas TL debido al fenómeno de luminiscencia de los poliminerales. Este fenómeno es causado por los pares electrón-hueco que se encuentran retenidos en trampas profundas, más estables térmicamente, de la banda prohibida del *gap*; y al ser estimulados térmicamente, en el equipo TL, los pares electrón-hueco se recombinan emitiendo fotones de luz, los cuales forman la curva de brillo característica de los poliminerales contenidos en la papa.

Por tales razones, esta primera medida conocida como fondo 1, ha sido tomada como referencia para futuros estudios por termoluminiscencia a realizarse en las muestras. Sin embargo, es importante realizar la medida de un segundo fondo para corroborar que el material ha sido borrado completamente, es decir,

liberar todos los electrones atrapados en las trampas para no presentar alguna respuesta residual que afecte la respuesta TL. Por ello, en esta segunda medida no se observó una emisión TL relacionada con la recombinación de pares electrón-hueco (curva morada y azul).

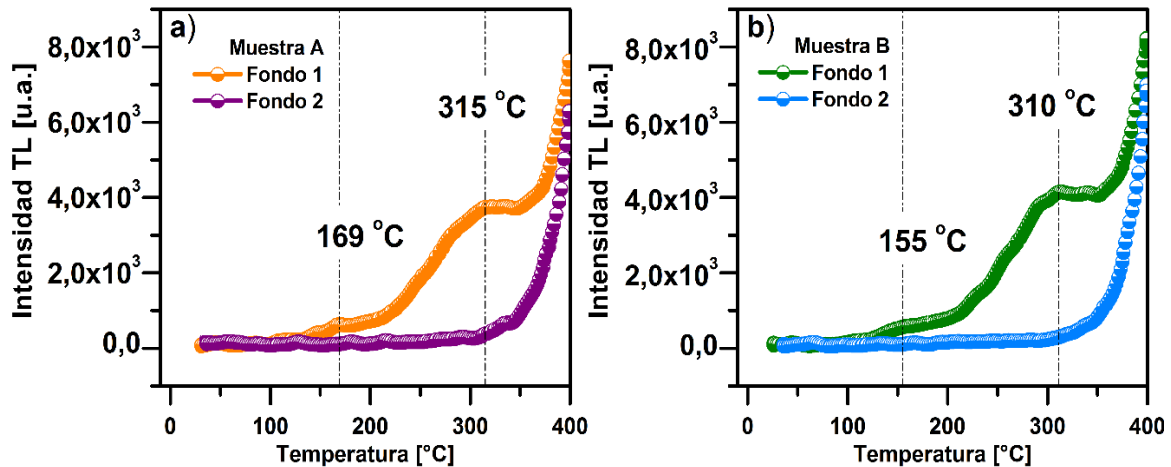


Figura 4.2 Medidas TL a muestras con un tamaño de partícula entre 74 -149 μm : a) Fondos de la muestra A, como se espera cuando una muestra no está irradiada intencionalmente, sino debido a la radiación de fondo terrestre. Fondo 1 con dos máximos en 169 °C y 315 °C (curva anaranjada) y fondo 2 sin emisión TL (curva morada); b) fondos de la muestra B. fondo 1 con dos máximos en 155 °C y 311 °C (curva verde) y fondo 2 sin emisión TL (curva azul).

4.4 Análisis de las propiedades TL

Las muestras analizadas en el apartado 4.3 fueron expuestas a diferentes dosis de radiación ionizante gamma de fuentes de ¹³⁷Cs y ⁶⁰Co, con el fin de determinar sus propiedades termoluminiscentes como dosis-respuesta, límite de detección, repetibilidad de la respuesta TL, decaimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura, luz solar y tiempo de almacenamiento. A continuación, se discuten los resultados obtenidos.

4.4.1 Comportamiento termoluminiscente de los poliminerales irradiados y el efecto de la dosis en la respuesta TL

Las muestras A y B irradiadas con ^{137}Cs , desde 4 Gy hasta 1500 Gy, mostraron una curva amplia desde 60 a 270 °C con dos máximos de temperatura (Figura 4.3). El primer máximo se observó a 97 °C y el segundo fue localizado alrededor de 135 °C para ambas muestras (gráfico a y b). Diversos investigadores han determinado que estos picos son característicos de las emisiones luminiscentes del cuarzo y feldespato previamente irradiados. Generalmente los máximos alrededor de 100 y 240 °C son atribuidos al cuarzo y el máximo a 140 °C lo relacionan con los feldespatos [Kitis et al., 2005; Ahn, et.al., 2012a; Know, et.al., 2002].

En este trabajo se observó el máximo TL cercano a 100 °C formado por las emisiones del cuarzo, pero no se observó el pico a 240 °C en la muestra A y B. Esto debido a un probable traslape de la respuesta TL de los feldespatos que presentó el máximo a 135 °C. Este traslape se observa a partir de 60 hasta 270 °C (Figura 4.3) y es producido porque los feldespatos tienen una mayor sensibilidad a la irradiación que los minerales de cuarzo, siendo su respuesta TL más intensa y predominante en las curvas de brillo, como lo reportó Ahn, et.al., 2012b.

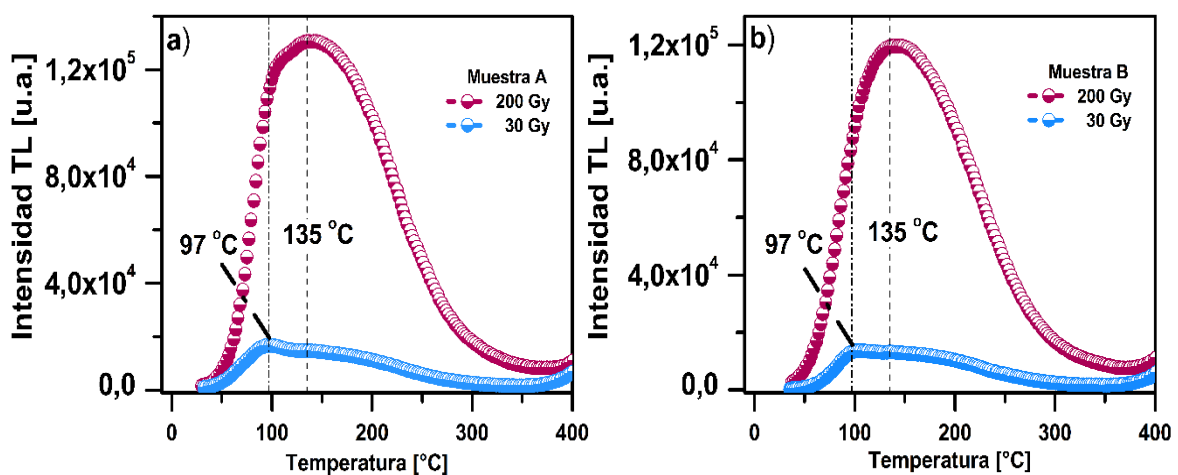


Figura 4.3 Curvas de brillo de los poliminerales de la papa irradiados con ^{137}Cs a 30 y 200 Gy: a) Muestra A; b) muestra B.

Las emisiones producidas por los poliminerales irradiados con ^{60}Co presentaron el mismo comportamiento que las muestras irradiadas con ^{137}Cs . El primer máximo se observó a $97\text{ }^{\circ}\text{C}$, sin embargo, el segundo máximo para la muestra A fue localizado a $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ y en la muestra B a $137\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figura 4.4). Este segundo pico es más parecido al reportado para los feldespatos ($140\text{ }^{\circ}\text{C}$) en comparación con el obtenido en las muestras irradiadas con ^{137}Cs . Esta diferencia en la posición de los máximos en las curvas TL es debido a que las investigaciones antes mencionadas utilizaron únicamente muestras irradiadas con ^{60}Co , además se observó diferencia en las intensidades TL de aproximadamente de un orden de magnitud. Lo anterior es atribuido principalmente al efecto de la razón de dosis y en menor medida al tipo de radiación o fuente utilizada, donde se ha observado un cambio en la intensidad TL, posición de los máximos o forma de las curvas de brillo [Guzmán, 2013].

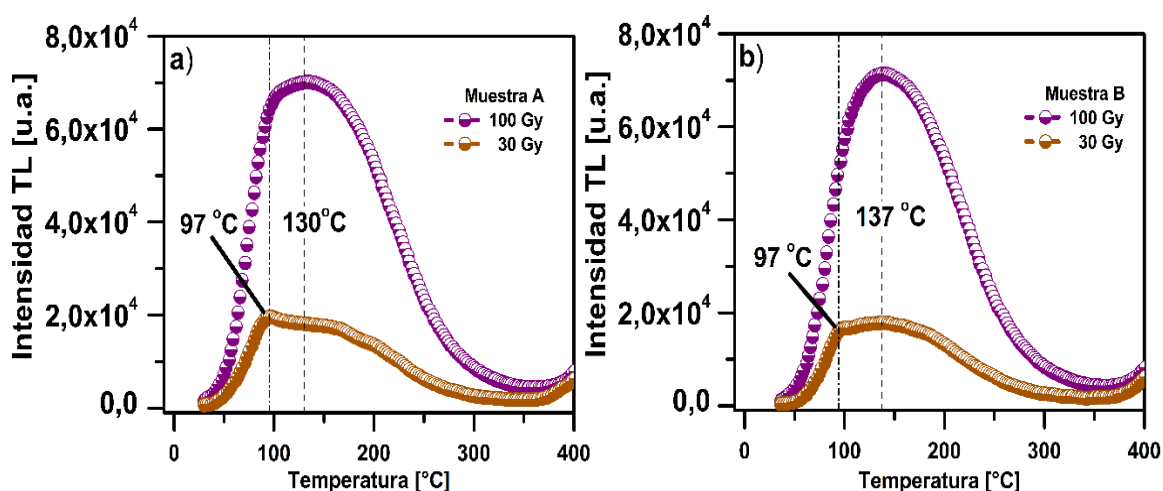


Figura 4.4 Curvas de brillo de los poliminerales de la papa irradiados con ^{60}Co a 30 y 200 Gy: a) Muestra A; b) muestra B.

En la Figura 4.5 se observa con mejor detalle este efecto al comparar las envoltentes a 30 y 200 Gy. Comparando la muestra A irradiada con ^{137}Cs y ^{60}Co (incisos a y c), el primer máximo fue localizado a $97\text{ }^{\circ}\text{C}$ pero al aumentar la dosis el máximo se recorrió a $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ para la muestra irradiada con ^{137}Cs y, a $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ para la muestra irradiada con ^{60}Co . La muestra B, también tuvo el mismo comportamiento incluso en la misma posición para la primera muestra y en la

segunda varió. Para poliminerales irradiados con ^{137}Cs el máximo se presentó en 135 °C y aquellos irradiados con ^{60}Co , el máximo se localizó a 137 °C.

Guzmán, [2013] reportó el mismo comportamiento en su investigación en el estudio del efecto de la razón de dosis en minerales de cuarzo y feldspatos provenientes de la flor de jamaica y pimienta negra. Estos poliminerales fueron expuestos a dosis bajas, 1 a 500 Gy, y a dosis altas, 0,1 a 60 kGy, de ^{60}Co con diferente razón de dosis, 0,509 Gy/min y 122,27 Gy/min, respectivamente. Donde observó un corrimiento del pico TL a mayores o menores temperaturas en las muestras irradiadas a una misma dosis.

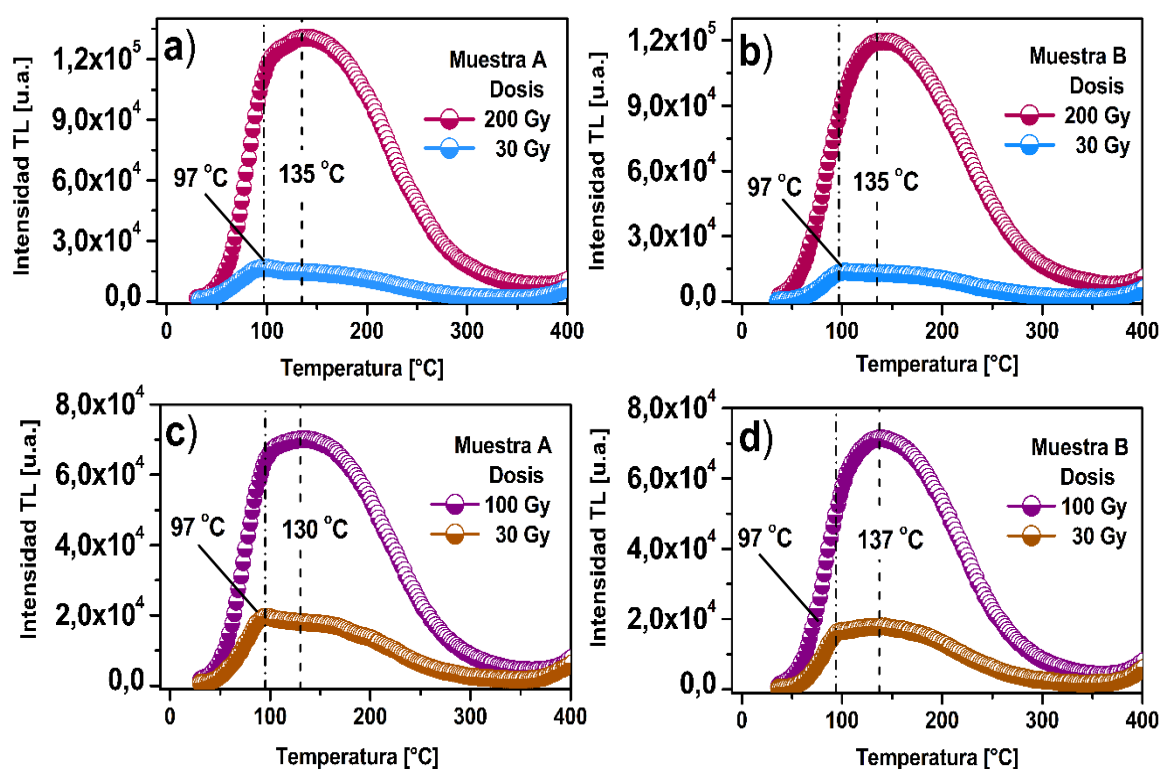


Figura 4.5 Medidas TL: a) Muestra A y b) muestra B irradiadas con ^{137}Cs a 30 Gy y 200 Gy. Curvas TL con dos máximos en 97 °C y 135 °C. c) muestra A y d) muestra B irradiadas con ^{60}Co a 30 Gy y 100 Gy. Curva TL con dos máximos en 97 °C y 130 °C (137 °C Muestra B).

Comparando las intensidades de los poliminerales irradiados con ^{137}Cs y ^{60}Co a 1000 Gy (Figura 4.6) se observó que la intensidad TL es mayor para los minerales irradiados con ^{60}Co ($9,5 \times 10^5$ u.a.) respecto a los de ^{137}Cs ($7,6 \times 10^5$ u.a.).

Esto puede ser atribuido a la diferente energía gamma de las fuentes. La energía gamma del ^{60}Co es de 1,17 y 1,33 MeV (energía promedio de 1,25 MeV) y del ^{137}Cs es de 0,66 MeV. En consecuencia, la fuente de ^{60}Co permite una mayor ionización de los átomos (mayor concentración de electrones libres) en los poliminerales generando así, mayores defectos electrónicos en éste, los cuales contribuyen en la emisión de fotones de luz a diferentes temperaturas.

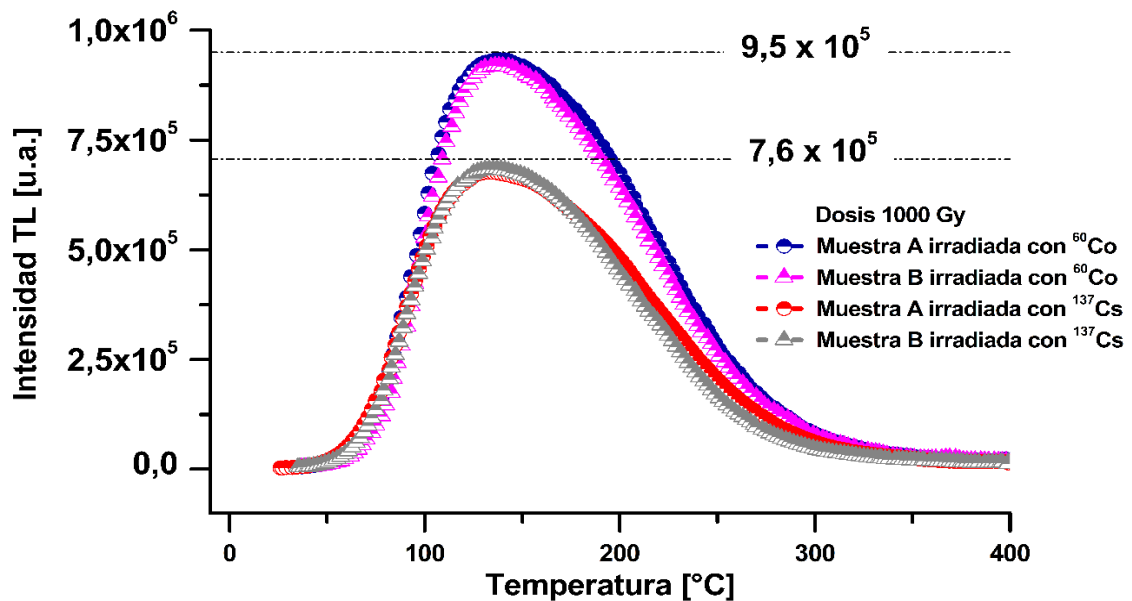


Figura 4.6 Comparación de las intensidades: Curva de brillo TL a 1500 Gy de la muestra A y B irradiados con ^{60}Co y ^{137}Cs .

Sin embargo, Soika y Delincée [2000b] consideran que, dependiendo del tipo y origen de las muestras, la exposición ambiental, los defectos o impurezas producidos en los minerales por su pre-tratamiento, condiciones como la velocidad de calentamiento del equipo TL o la masa de las muestras y las fuentes de radiación utilizadas son las principales causas de variaciones (forma e intensidad) en la curva de brillo. A pesar de esto, el comportamiento de los minerales de silicato generalmente serán parecidos a lo descrito en esta investigación, diferentes autores presentaron curvas TL similares variando los parámetros utilizados [Kwon, et.al., 2012; Marcazzó, et.al., 2012].

Por otra parte, en las gráficas 4.7, 4.8, 4.9 y 4.10 se observó la influencia de la intensidad TL con respecto a la dosis de radiación impartida en los poliminerales. Donde se aprecia que conforme se aumentó la dosis, la intensidad TL también fue incrementando proporcionalmente, esto es, porque al ionizar el mineral por más tiempo se permite generar más defectos electrónicos en la banda prohibida que generan el incremento de la intensidad TL.

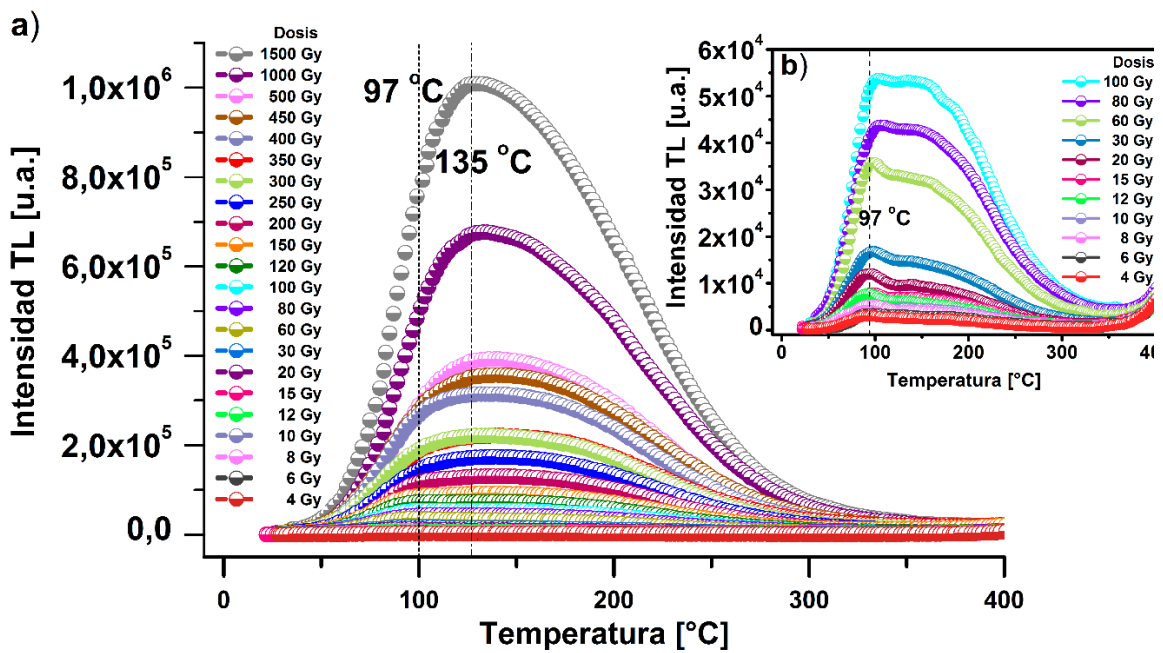


Figura 4.7 Curvas de brillo: a) Muestra A irradiada con ^{137}Cs desde 4 hasta 1500 Gy con dos máximos (97 y 135 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 4 hasta 100 Gy, se observó el máximo TL a 97 °C.

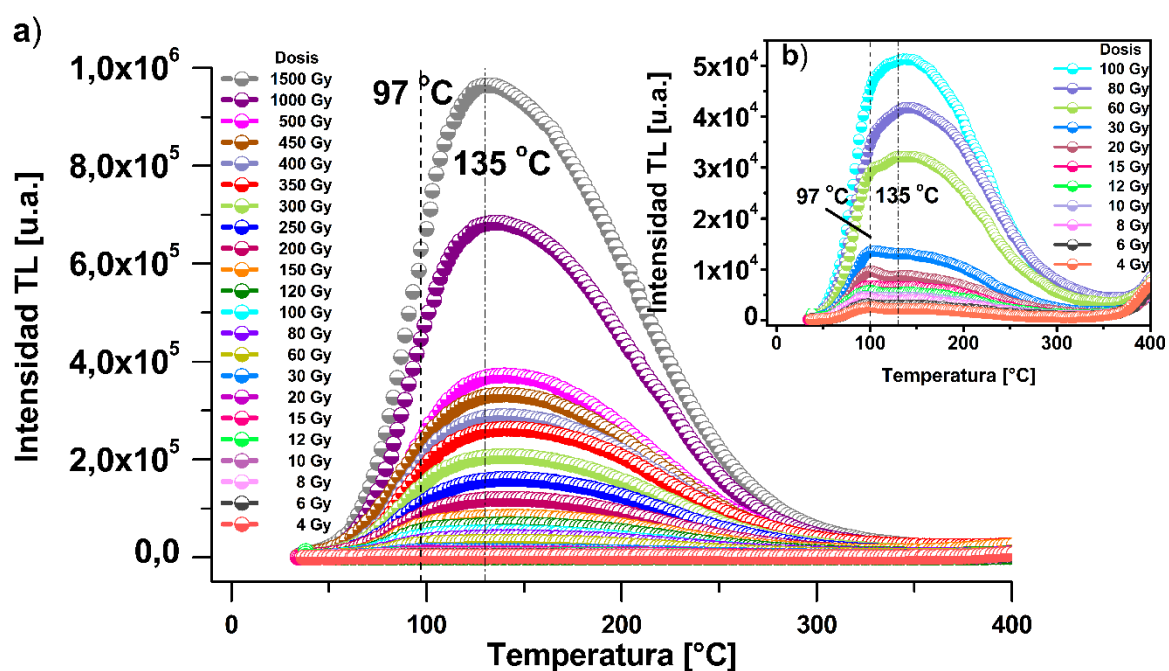


Figura 4.8 Curvas de brillo: a) Muestra B irradiada con ^{137}Cs desde 4 hasta 1500 Gy con dos máximos (97 y 135 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 4 hasta 100 Gy, se observó el máximo TL a 97 °C.

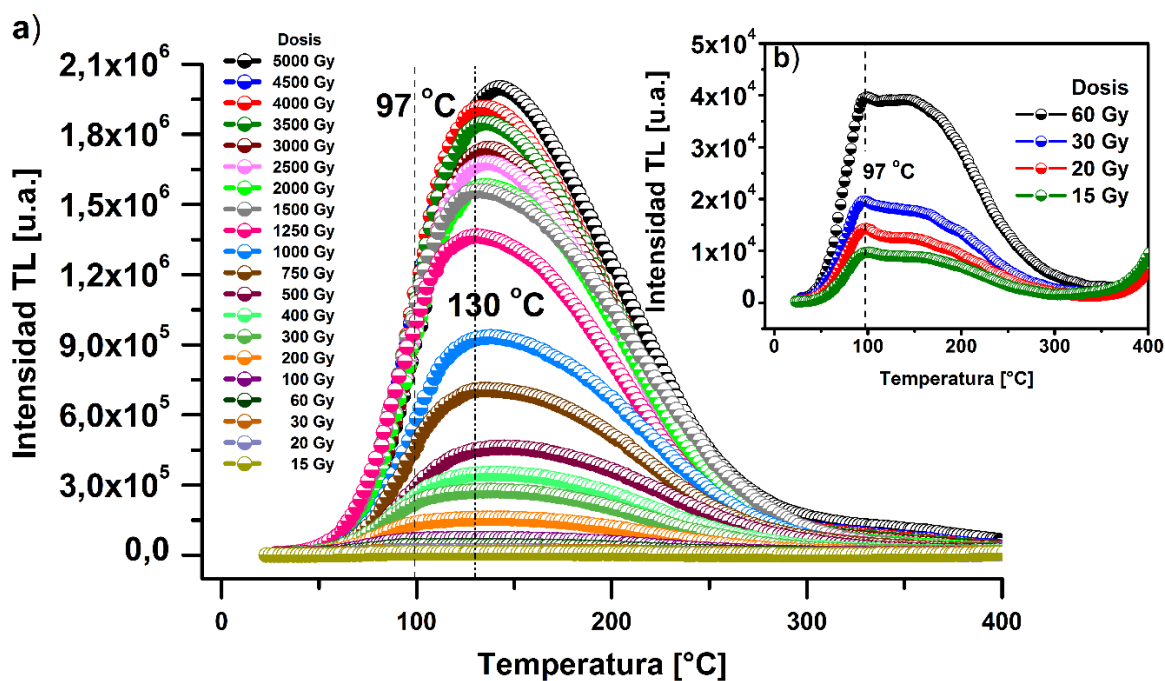


Figura 4.9 Curvas de brillo: a) Muestra A irradiada con ^{60}Co desde 15 hasta 5000 Gy con dos máximos (97 y 130 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 15 hasta 60 Gy, se observó el máximo a 97 °C.

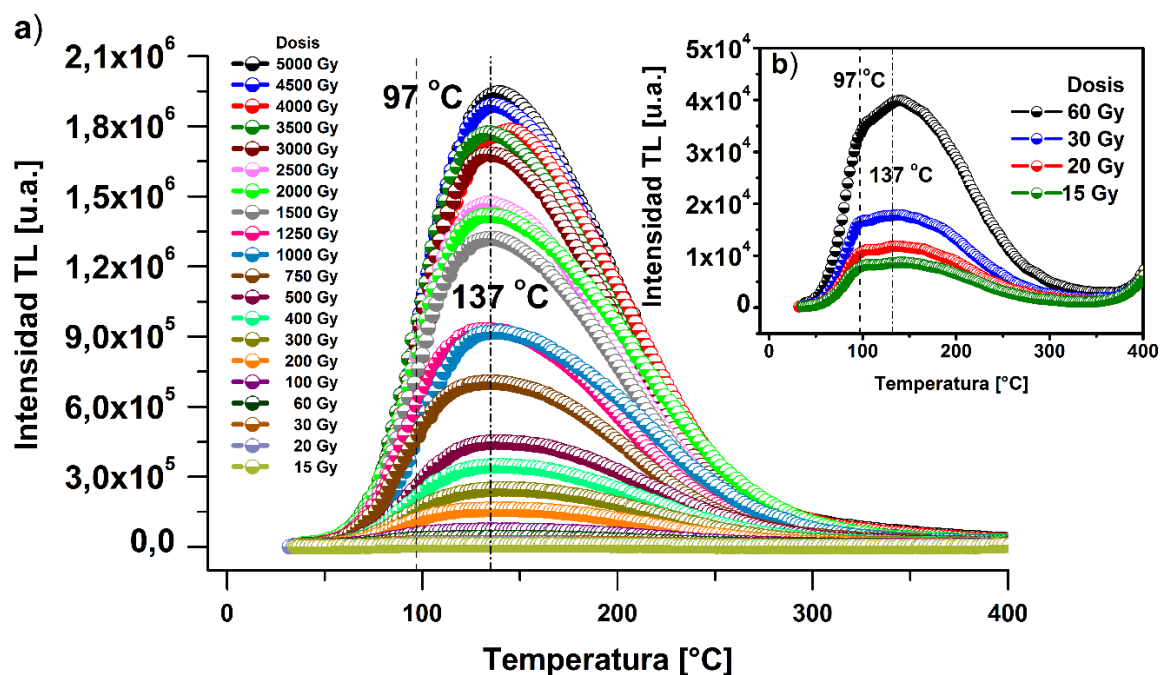


Figura 4.10 Curvas de brillo: a) Muestra B irradiada con ⁶⁰Co desde 15 hasta 5000 Gy con dos máximos (97 y 137 °C); b) acercamiento de las envolventes a partir de 15 hasta 60 Gy, se observó el máximo a 97 y 137 °C.

Para observar con mayor precisión la tendencia en la respuesta TL de las muestras se graficó ésta con respecto a la dosis de radiación impartida y se realizó una regresión lineal del análisis dosis-respuesta. Las muestras A y B irradiadas con ⁶⁰Co (Figura 4.11 y 4.12), presentaron buena respuesta lineal en un intervalo de dosis de 15 hasta 1500 Gy pero con un cambio de pendiente a partir de dicha dosis. Este cambio de pendiente indica la saturación de la respuesta TL del mineral causado por la dosis alta de radiación del ⁶⁰Co, es decir, una mayor ionización del mineral causó una mayor concentración de electrones libres en comparación con la concentración de trampas disponibles en el *gap*.

Las muestras irradiadas con ¹³⁷Cs (Figura 4.13) a partir de 4 hasta 1500 Gy mostraron un comportamiento lineal y no presentaron un cambio drástico de pendiente porque los poliminerales no fueron irradiados a mayor dosis de radiación para evitar posibles daños, ya que estas muestras fueron utilizadas en los siguientes estudios de las propiedades TL.

El coeficiente de determinación (R^2) para las muestras A y B irradiadas con ^{137}Cs fue de 0,9945 y 0,9936 respectivamente, para las muestras irradiadas con ^{60}Co en un rango de 15 a 1500 Gy, fue de 0,9895 en la muestra A (Figura 4.11, gráfica b) y 0,9858 en la muestra B (Figura 4.12, gráfica b). Este valor muestra el grado de la relación de linealidad entre las variables dosis en función con la respuesta TL, indicando una correlación lineal entre los datos. Si se analiza la respuesta TL de los poliminerales se puede correlacionar y determinar la dosis impartida en el alimento y corroborar si fue correctamente irradiado, dando fiabilidad en el proceso de irradiación de alimentos.

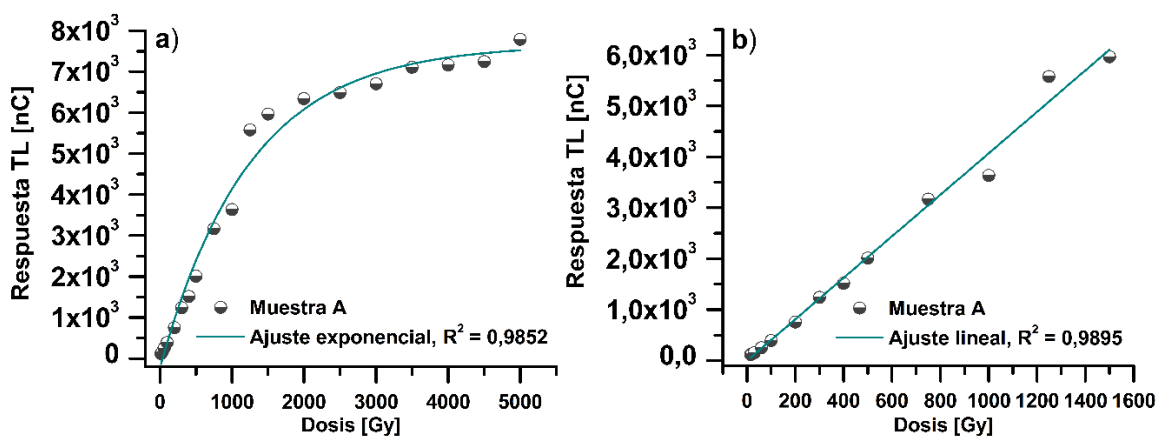


Figura 4.11 Dosis-respuesta de la muestra A irradiada con ^{60}Co : a) Saturación de la muestra a partir de 1500 Gy; b) regresión lineal de la muestra en un intervalo de dosis entre 15 y 1500 Gy.

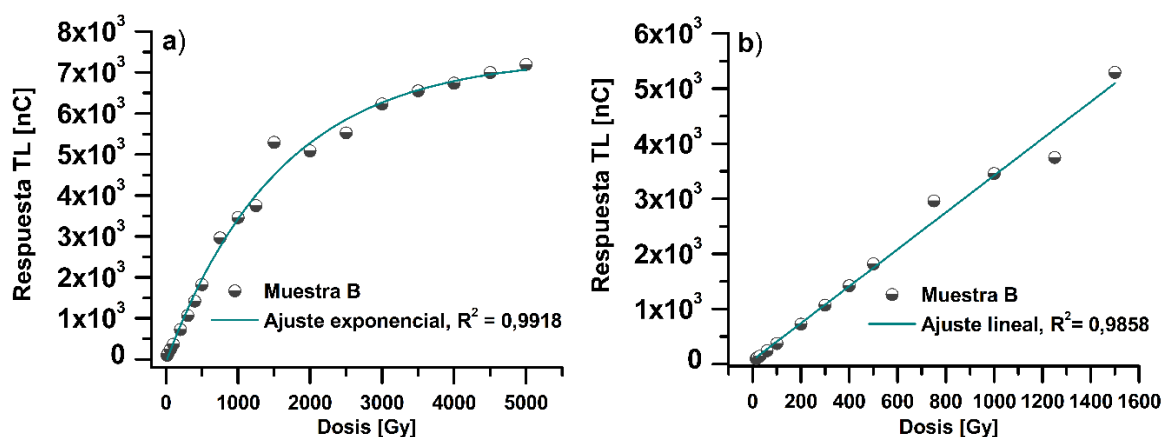


Figura 4.12 Dosis-respuesta de la muestra B irradiada con ^{60}Co : a) Saturación de la muestra a partir de 1500 Gy; b) regresión lineal de la muestra en un intervalo de dosis entre 15 y 1500 Gy.

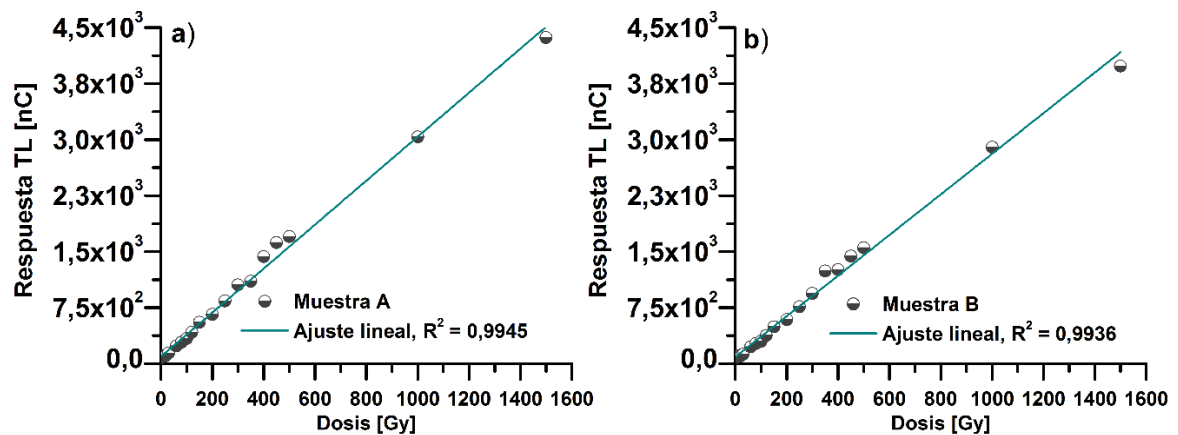


Figura 4.13 Regresión lineal de la dosis-respuesta de los poliminerales irradiados con ¹³⁷Cs desde 4 hasta 1500 Gy: a) Muestra A; b) muestra B.

4.4.2 Determinación del límite de detección

El límite de detección es una propiedad importante porque ayuda a determinar la mínima dosis requerida para detectar a los poliminerales de las muestras como irradiados. Para determinar la dosis mínima detectable por los poliminerales irradiados con ¹³⁷Cs y ⁶⁰Co se usó la relación TL_i/TL_{ni} donde TL_i representa la respuesta TL de la muestra irradiada a una dosis específica y TL_{ni} la respuesta TL de la muestra no irradiada. Los valores mayores o igual a 1 significan que a partir de esa dosis las medidas de fondo no causan interferencia y se considera a esa dosis como el límite de detección.

En la tabla 4.1 se observa que las dos muestras tratadas con ¹³⁷Cs fueron detectadas como irradiadas a partir de 4 Gy, con un valor promedio de 1,06 nC. Mientras que las muestras irradiadas con ⁶⁰Co el límite de detección se encontró a 15 Gy con un valor promedio de 1,43 nC. Pero se puede considerar que a dosis menores a 15 Gy, los minerales podrían ser detectados como irradiados. No obstante, las medidas TL de dosis desde 4 hasta 14 Gy no se realizaron porque la razón de dosis utilizada sólo permitía irradiar a una dosis mínima de 15 Gy. No se cambió la razón de dosis para evitar variaciones en los máximos e intensidad de las curvas TL.

Tabla 4.1 Límite mínimo de detección de poliminerales irradiados con ^{137}Cs y ^{60}Co							
Poliminerales irradiados con ^{137}Cs							
Dosis (Gy)	Muestra irradiada (nC)		Fondo (nC)		Límite de detección (nC)		Promedio (nC)
	A	B	A	B	A	B	
2	82,13	83,91	77,82	78,96	1,06	1,06	1,06
4	79,6	77,11	77,82	78,96	1,02	1,00	1,00
6	123,9	124,1	77,82	78,96	1,59	1,57	1,58
8	94,38	94,77	77,82	78,96	1,21	1,20	1,21
Poliminerales irradiados con ^{60}Co							
15	117,81	99,76	76,39	75,68	1,54	1,32	1,43
20	125,87	114,32	76,39	75,69	1,66	1,51	1,56

4.4.3 Repetibilidad de la respuesta TL

Las muestras al ser expuestas a repetidas irradiaciones pueden sufrir sensibilidad a la dosis. Por ello, se debe determinar la concordancia y confiabilidad de los resultados obtenidos por el método TL.

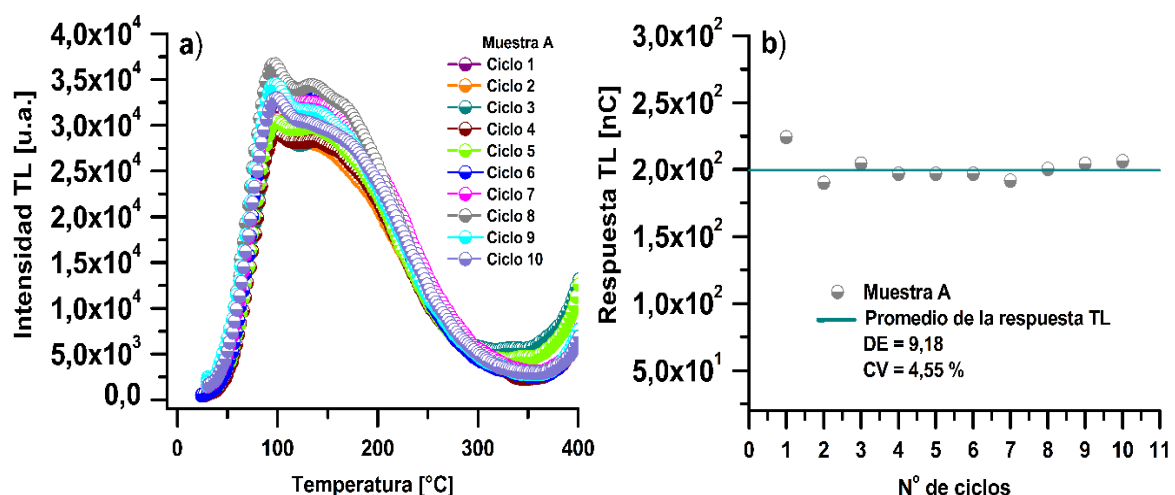
Por consiguiente, los poliminerales fueron sometidos a una serie de 10 irradiaciones a 60 Gy con ^{137}Cs y medidas TL. Esta dosis fue elegida porque se encuentra dentro del comportamiento lineal de las muestras, observado en la gráfica de dosis-respuesta. Generalmente valores cercanos a la línea de tendencia son preferidos para analizar esta propiedad TL.

En la gráfica A (Figura 4.14) se observa la repetibilidad de la respuesta TL de los poliminerales de la primera muestra a la dosis de irradiación establecida con un máximo TL a 97 °C. Las envolventes presentaron variaciones de la intensidad TL en cada una de las curvas obtenidas, esto debido a un posible aumento y decremento de la sensibilidad de los poliminerales al ser sometidos a 10 ciclos consecutivos de irradiación y medida. Pero no se presentaron diferencias en la forma y posición de la temperatura del máximo. La muestra B (Figura 4.15a) también presentó variaciones en la intensidad TL, pero no en la forma de la curva y posición de los picos TL.

Comparando la respuesta TL de las muestras se observa una diferencia significativa en la forma de los máximos. En la muestra A el primer pico se encuentra más pronunciado que en la muestra B, esto probablemente puede estar relacionado con un contenido mayor de cuarzo en la primera muestra con respecto a la segunda o a la inestabilidad y baja sensibilidad del pico ($\sim 97^\circ\text{C}$) a dosis bajas.

Para conocer el grado de dispersión de la distribución de los resultados en este ensayo se calculó la respuesta TL promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación. Los resultados se ilustran en la gráfica B de las Figuras 4.14 y 4.15. Se observa que los datos tienen un comportamiento aleatorio alrededor de la media con una desviación estándar menor para la muestra A de 9,18 con respecto a la muestra B con 11,77. Las variaciones resultantes fueron atribuidas principalmente al comportamiento TL de los poliminerales, dado que se realizaron las primeras 5 medidas en un día y las siguientes cinco al otro día.

El coeficiente de variación obtenido para la muestra A fue 4,55 % y en la muestra B de 5,28 %. Los resultados presentaron una variabilidad aproximada de los datos de 5 % con respecto a la media. Por lo que se puede decir que las muestras tienen una buena sensibilidad a repetidas irradiaciones.



-Figura 4.14 Repetibilidad de la Muestra A a 60 Gy: a) Curvas de brillo TL; b) respuesta TL en función al número de ciclos (irradiación y medida).

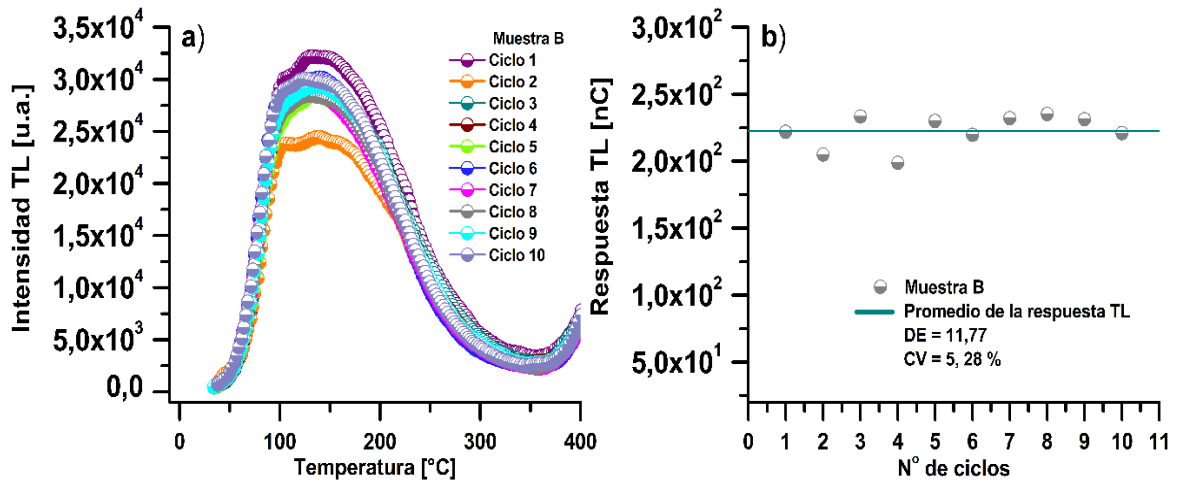


Figura 4.15 Repetibilidad de la Muestra B a 60 Gy: a) Curvas de brillo TL; b) respuesta TL en función al número de ciclos (irradiación y medida).

4.4.4 Decaimiento de la respuesta TL

Las siguientes propiedades TL fueron realizadas porque existen factores extrínsecos como la temperatura, la luz Solar y el tiempo de almacenamiento; que afectan la respuesta TL de los poliminerales irradiados.

-Efecto por temperatura (Blanqueo térmico)

El blanqueo térmico consiste en calentar la muestra a diferentes temperaturas por un tiempo determinado. Este proceso permite eliminar los máximos más sensibles localizados a menores temperaturas asociados a trampas superficiales y observar los máximos más estables, asociados a trampas de mayor profundidad. Por lo tanto, los máximos más estables tendrán mayor estabilidad térmica ante un borrado térmico.

En este análisis se utilizó únicamente la muestra B para observar la estabilidad térmica de las diversas componentes (máximos TL) que conforman la curva de brillo. Esta muestra fue irradiada a 60 Gy con radiación gamma de ¹³⁷Cs. Después de la irradiación, la muestra se sometió a diferentes tratamientos térmicos desde 50 °C hasta 300 °C por 3 s.

En la Figura 4.16a se muestra cada una de las curvas TL obtenidas, donde se observó una disminución en la intensidad y un corrimiento del máximo TL conforme se aumentó la temperatura de tratamiento térmico, debido a que primero fueron estimulados térmicamente electrones atrapados en trampas menos estables (trampas superficiales) y fueron analizadas las emisiones TL relacionadas con la recombinación de los electrones provenientes de trampas más profundas que no fueron afectadas por el tratamiento térmico.

Sin embargo, la curva de brillo a 200 °C no siguió con el mismo comportamiento, puesto que presentó un incremento en la intensidad TL de $2,97 \times 10^4$ u.a. con respecto a la obtenida a 50 °C de $2,74 \times 10^4$ u.a., probablemente en este máximo hay mayor concentración de electrones y huecos atrapados en esta trampa que necesitaron de mayor energía para ser liberados causando la emisión más alta, pero esto podremos afirmarlo una vez realizado el cálculo de energía de activación (E) de esta trampa y la frecuencia de escape (s). También, lo anterior puede ser debido probablemente al reatrapamiento, en trampas más profundas, de electrones liberados de trampas superficiales por efecto de la temperatura de tratamiento térmico a 200 °C, los cuales contribuyeron al incremento de la intensidad TL.

En la Figura 4.16b. se observa con mayor detalle el cambio de la respuesta TL. Desde 50 °C hasta la temperatura de blanqueo de 150 °C la respuesta TL va disminuyendo lentamente, pero a 200 °C hay un incremento en la respuesta debido a la liberación de los electrones de trampas más superficiales. Estos electrones se recombinan y recapturan en trampas más profundas, por lo que al ser liberados posteriormente a mayores temperaturas contribuyen en un incremento de la respuesta TL. Después de que las trampas más superficiales son completamente desocupadas, la respuesta TL va disminuyendo conforme se incrementa la temperatura de blanqueo térmico.

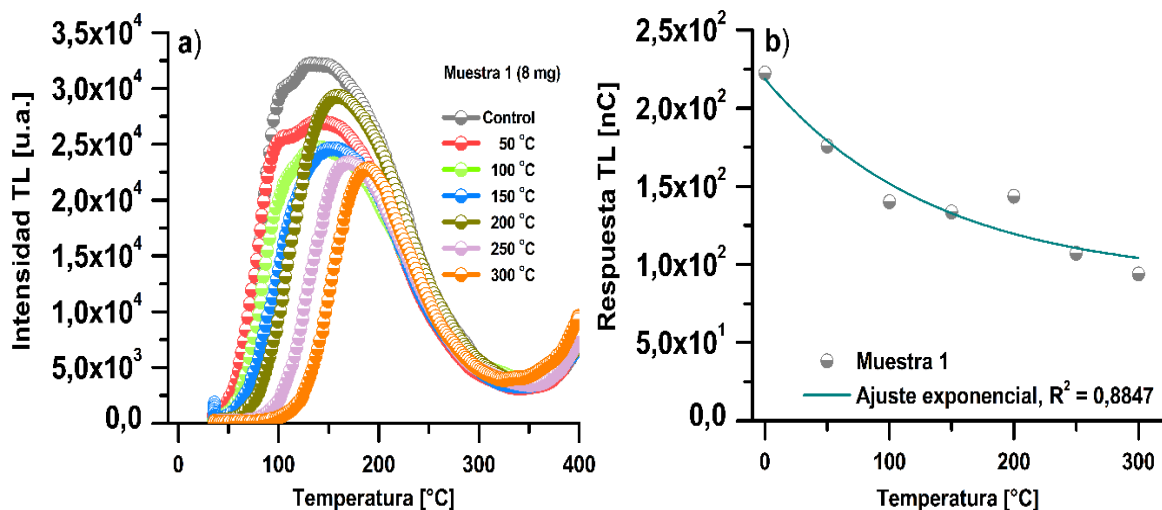


Figura 4.16 Blanqueo térmico de la muestra 1B: a) Comportamiento de las curvas por efecto de la temperatura; b) respuesta TL en función de la temperatura de tratamiento térmico.

Para determinar si la muestra B presenta el mismo comportamiento térmico, ésta fue nuevamente irradiada a 60 Gy y tratada térmicamente a 50, 100, 150, 200, 250 y 300 °C por 3 s. La curva TL obtenida se muestra en la Figura 4.17, gráfica a. Donde se observa una disminución de intensidad TL conforme se aumentó la temperatura de tratamiento térmico, comportamiento similar a la primera muestra irradiada. Sin embargo, la curva de brillo a 100 °C mostró la menor intensidad en comparación con las otras. Lo anterior puede ser debido a que si se irradia una misma muestra generamos variaciones en la forma e intensidad de la curva TL porque se está provocando repetidamente la liberación de electrones y huecos de las trampas presentes en los poliminerales, aunque es necesario hacer un estudio térmico completo para observar si se presentan estas mismas variaciones.

Con respecto al cambio en la respuesta TL (Figura 4,17b), ésta fue disminuyendo hasta 100 °C, pero a 150 °C hay un incremento en la respuesta TL y después de esta temperatura, la respuesta TL disminuyó lentamente. De igual forma como en el primer análisis esto es debido al reatrapamiento, en trampas más profundas, de electrones liberados de trampas superficiales por efecto de la temperatura de tratamiento térmico a 150 °C, los cuales contribuyen en el incremento de la respuesta TL.

En general, los máximos de las curvas de brillo se recorrieron hacia mayor temperatura, lo cual da indicios de que los electrones se liberan de las trampas conforme la temperatura de blanqueamiento térmico se incrementó.

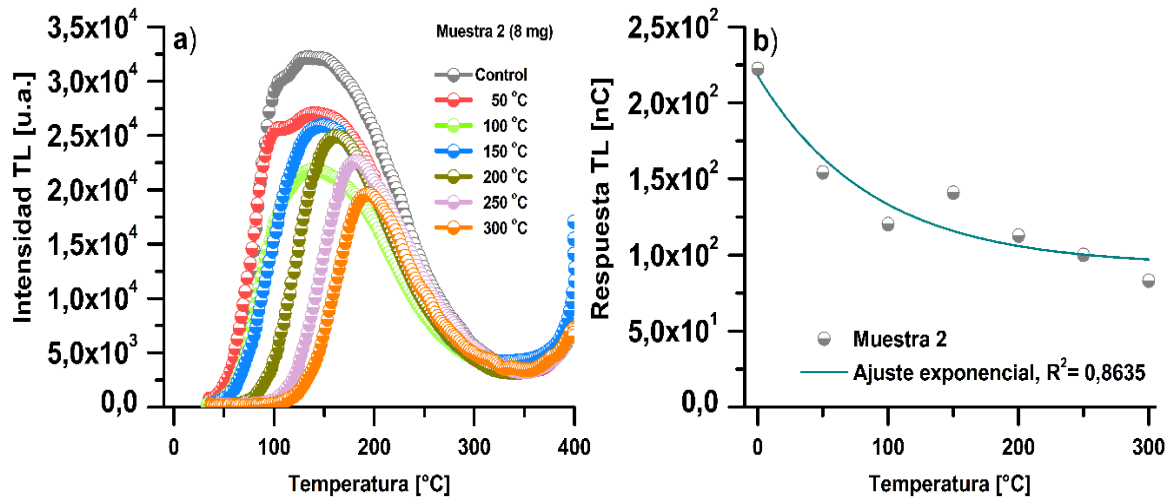


Figura 4.17 Blanqueo térmico de la muestra 2B: a) Comportamiento de las curvas por efecto de la temperatura; b) respuesta TL en función de la temperatura de tratamiento térmico.

Además se calculó el porcentaje remanente de la respuesta TL (Tabla 4.2). Este porcentaje fue disminuyendo, después de aumentar la temperatura de tratamiento térmico hasta 300 °C, considerablemente hasta un valor aproximado, para la primera medida de la muestra B, del 42 % y en la segunda del 39 %. Estos datos indican que el porcentaje de decaimiento en los poliminerales fue aproximadamente 60 % a 300 °C, es decir, las muestras siguen siendo detectables como muestras irradiadas.

Tabla 4.2 Porcentaje remanente TL por efecto de la temperatura en los poliminerales irradiados a 60 Gy		
Temperatura	Porcentaje remanente TL (%)	
	Muestra B1	Muestra B2
0	100	100
50	79,05	74,22
100	62,99	58,54
150	60,04	61,70
200	64,60	57,64
250	48,17	46,61
300	42,25	39,82

-Efecto por luz solar

Para el análisis de la estructura de las curvas de brillo, la muestra B fue sometida por duplicado a radiación (60 Gy) y después expuesta a luz solar, en una lámpara de Simulador de Sol (300-800 nm) con diferentes tiempos de exposición, los resultados obtenidos se muestran en la gráfica a, Figura 4.18. Donde se observa una disminución de la intensidad TL conforme se aumentó el tiempo de exposición de la muestra en la lámpara de Simulador de Sol, mostrando un máximo en ~150 °C.

Comparando las gráficas obtenidas por efecto de la luz solar se observa, a diferencia de las muestras tratadas con calor, una disminución constante de la intensidad TL y la misma anchura de la curva. Esto es debido al efecto producido por la amplia longitud de onda de la luz de la lámpara Solar en la muestra, es decir, la intensidad de la luz Solar afecta por igual a los electrones y huecos de todas las trampas (superficiales y profundas) que componen la curva TL, favoreciendo la disminución constante de la intensidad TL conforme aumenta el tiempo de exposición de las muestras.

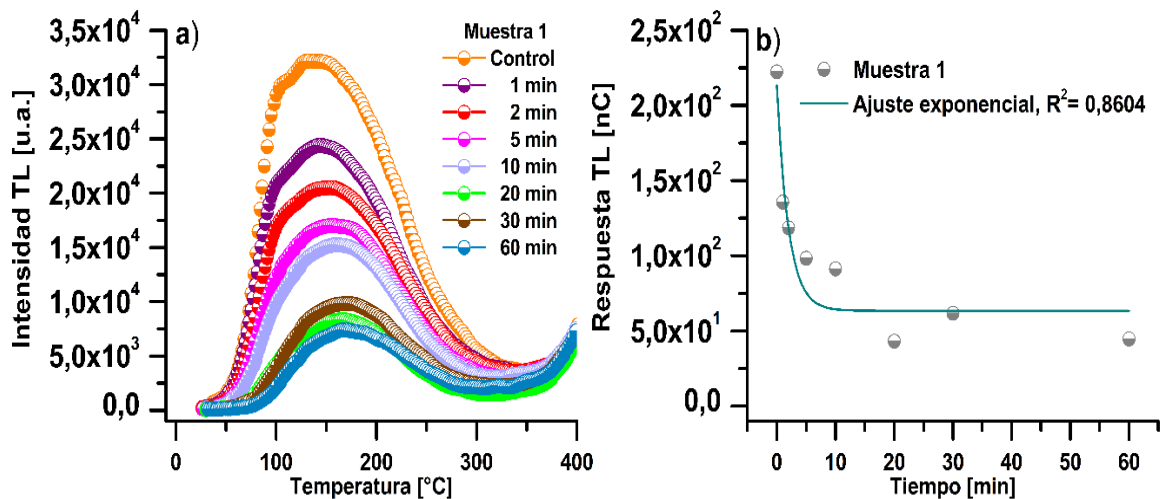


Figura 4.18 a) Decaimiento de la señal TL por efecto de la luz Solar (Muestra B1); b) respuesta TL en función del tiempo de exposición.

Ahora, comparando con la segunda irradiación y exposición a la luz de la muestra B (Figura 4.19a), las curvas obtenidas presentaron una modificación en la forma de cada envolvente conservando la disminución de la intensidad en los distintos tiempos de exposición a la luz Solar y con máximos cercanos a 150 °C. Los máximos de las curvas de brillo fueron disminuyendo pero también se corren hacia mayores temperaturas y con alguna recuperación (a 30 min) de la señal TL, lo cual también puede ocurrir durante el almacenamiento conocido como fading anómalo del polimineral compuesto de cuarzo y feldespato. Este tipo de comportamiento está relacionado a la foto-transferencia de cargas (electrones) y el fenómeno que lo trata de explicar es complejo. En esta foto-transferencia, se considera el tráfico de cargas en el gap y la competencia entre trampas que liberan a los electrones y los centros en donde se recombinan [Bøtter-Jensen y McKeever, 1996; Guzmán, et al., 2011] y son ayudados por la luz Solar que tiene una amplia longitud de onda. Ante ese comportamiento es importante investigar aún con otras longitudes de onda para estimular a la muestra polimineral.

El comportamiento del desvanecimiento de la respuesta TL contra el tiempo de exposición de la muestra a la lámpara Solar se observa en la gráfica b, de la Figura 4.18 y 4.19. Los datos ajustados mostraron un comportamiento tipo

exponencial. Donde la respuesta TL va disminuyendo conforme se incrementó la exposición de la muestra en la lámpara Simuladora de Sol.

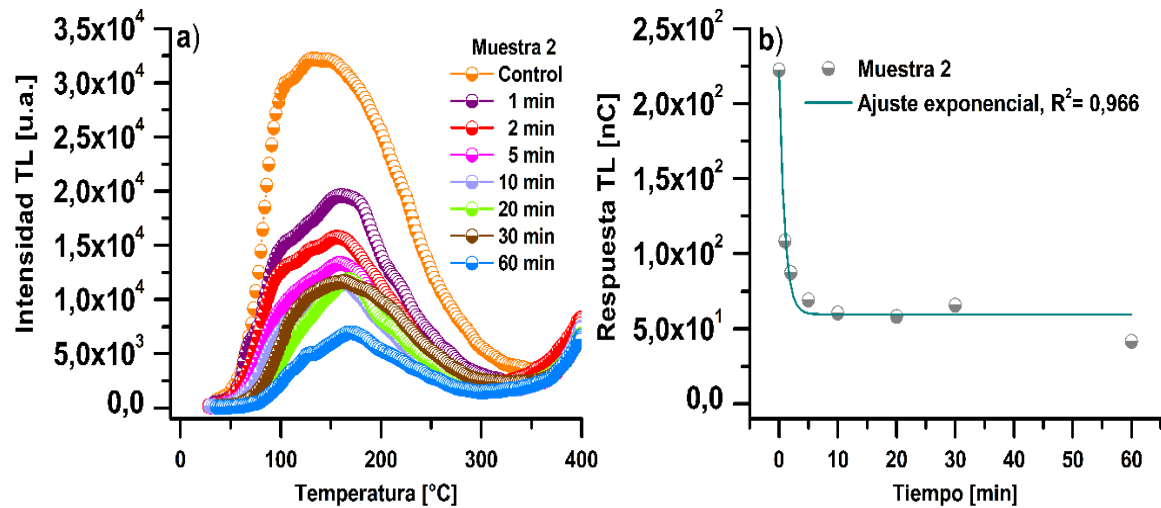


Figura 4.19 a) Decaimiento de la señal TL por efecto de la luz Solar (Muestra B2); b) respuesta TL en función del tiempo de exposición.

El porcentaje remanente en ambas medidas de la muestra B fue aproximadamente del 20 % (Tabla 4.3), este valor indica una pérdida aproximada del 80 % en la respuesta TL de los poliminerales después de ser expuestos 60 min en la lámpara simuladora de luz Solar.

Se puede decir que a pesar del 80 % de desvanecimiento en la respuesta TL de los poliminerales a los 60 min de exposición, aun así, se puede considerar la muestra como irradiada porque su intensidad TL es aproximadamente $7,4 \times 10^3$ u.a. con respecto a la dosis mínima detectable de 8 Gy, cuyo valor de intensidad TL es de 4282 u.a.

Tabla 4.3 Porcentaje remanente TL por efecto de la luz solar en los poliminerales irradiados a 60 Gy		
Tiempo transcurrido [min]	Porcentaje remanente TL (%)	
	Muestra B1	Muestra B2
0	100	100
1	61,01	48,78
2	53,32	39,28
5	44,22	31,10
10	41,11	27,17
20	19,42	26,13
30	27,79	29,54
60	20,12	18,71

-Efecto por el tiempo de almacenamiento

Considerando la existencia de la disminución de la emisión TL, por el efecto del tiempo de almacenamiento de los poliminerales, por duplicado seis muestras diferentes fueron irradiadas a 60 Gy con ^{137}Cs y almacenadas en oscuridad en el laboratorio a temperatura ambiente. Las medidas en el equipo TL fueron realizadas hasta 60 días después de irradiar las muestras, la primera medida fue un día después de la irradiación, posteriormente a los 5, 10, 20, 30 y 60 días.

El comportamiento de las curvas se observan en la gráfica a, de las Figuras 4.20 y 4.21. El comportamiento de las envolventes fue similar al obtenido en el blanqueo térmico, donde se observó un desplazamiento de los máximos TL de las curvas a mayores temperaturas mientras mayor era el tiempo de almacenamiento, así como una disminución de la intensidad TL en cada una de estas. La trampa más estable a los 60 días de almacenamiento fue aquella con un máximo TL aproximadamente a 200 °C.

No obstante, también hubo muestras que presentaron recuperación de su intensidad a pesar de tener mayor tiempo de almacenamiento, como el caso de la

muestra medida a los 30 días (Figura 4.20) y la muestra a los 20 días (Figura 4.21). Esto es debido porque las muestras utilizadas en cada medida TL fueron diferentes, entonces cada una de ellas tendrá diferente concentración de cuarzo y feldespato, además de otras trampas, por lo que las emisiones son distintas a pesar de las mismas condiciones de irradiación y almacenamiento. En la gráfica b, de las Figuras 4.20 y 4.21 se observa un comportamiento tipo exponencial como en las muestras tratadas con calor y luz solar.

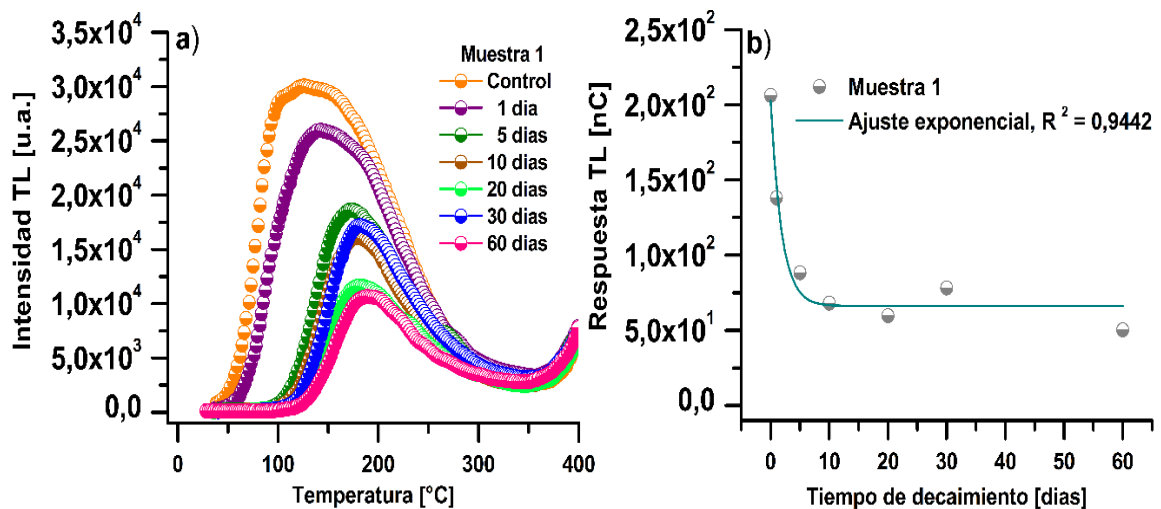


Figura 4.20 Decaimiento de la señal TL. Muestra B1: a) Curvas de brillo por efecto del tiempo de almacenamiento; b) fading del polimineral de la papa.

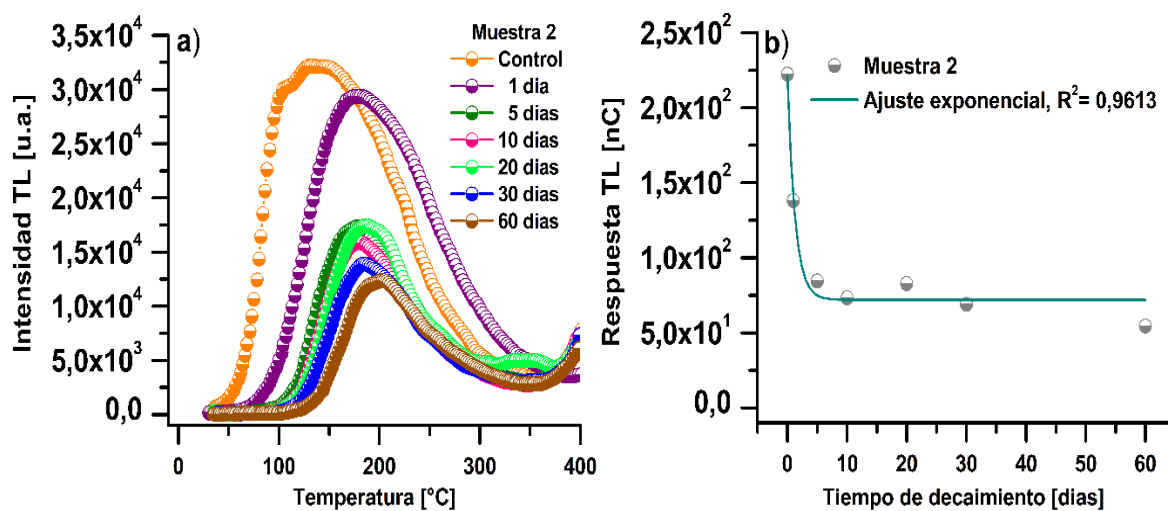


Figura 4.21 Decaimiento de la señal TL. Muestra B2: a) Comportamiento de las curvas por efecto del tiempo de almacenamiento; b) respuesta TL en función del tiempo de almacenamiento.

En la tabla 4.4 se observa una pérdida de la respuesta TL considerable a partir de 5 días de almacenamiento con un porcentaje remanente de 39,74 % para la muestra A y 37,97 % en la muestra B. Después de un mes de almacenamiento el porcentaje remanente fue aproximadamente 23,53 %, por lo que el decaimiento de las emisiones TL fueron 76,48 % en cada una de las medidas realizadas en la muestra B (Tabla 4.4).

En la literatura, existen autores que realizaron estudios por efecto de la luz y almacenamiento de los minerales del silicato (cuarzo y feldespato) de la papa u obtenidos por otro medio. En estas investigaciones a pesar de variar las condiciones de tiempo para los dos tratamientos, así como la dosis impartida, se observó una disminución similar de las intensidades TL. Por ejemplo, en el artículo escrito por Kwon, et.al., 2002, después de un año de almacenamiento en un cuarto oscuro y temperatura ambiente (25 °C) de los poliminerales, reportaron una disminución de las intensidades y observaron que la exposición a la luz causó un descenso acelerado en las emisiones TL. Por lo tanto, recomendaron que tales reducciones de la intensidad TL en función del tiempo se deben considerar en el control de los alimentos irradiados [Kwon, et.al., 2002; Kitis, et al., 2015]

Tabla 4.4 Porcentaje remanente TL por efecto del tiempo de almacenamiento en los poliminerales irradiados a 60 Gy		
Tiempo transcurrido [días]	Porcentaje remanente TL (%)	
	Muestra B1	Muestra B2
0	100	100
1	62,09	62,09
5	39,74	37,97
10	30,63	33,01
20	26,86	37,23
30	35,21	31,02
60	22,58	24,47

4.5 Análisis de los parámetros cinéticos: Energía de activación y factor de frecuencia

Los parámetros cinéticos de los poliminerales se analizaron utilizando las curvas TL obtenidas en el experimento de blanqueo térmico porque es posible observar los máximos termoluminiscentes que componen a la curva de brillo de forma aislada.

La energía de activación (E) se determinó de acuerdo al método de levantamiento inicial de la curva de brillo, en el cual, se utilizaron los primeros datos con alrededor del 15 % de la intensidad máxima de la curva. Como ya se dijo, se consideró la ecuación de Arrhenius [$I = \exp(-E/kT)$] donde la gráfica del logaritmo natural de la intensidad TL (I) y el inverso de la temperatura de la curva de brillo por la constante de Boltzman (k) generaron una recta y partir de la pendiente se obtuvo la energía de activación. Se obtuvo un coeficiente de correlación, para ambas muestras, de $\sim 0,99$ (Figura 4.22 y 4.23). Este valor se substituyó en la ecuación de cinética de primer orden (1) [Kitis, et.al., 1998], para determinar el factor de frecuencia (s):

$$\frac{\beta \cdot E}{k \cdot T^2 m} = s \exp \left[-\frac{E}{k \cdot T m} \right] \quad (1)$$

Donde β (2 °C/s) es la velocidad de calentamiento, Tm es la temperatura que corresponde al máximo, k es la constante de Boltzman ($8,6 \times 10^{-5}$ eV/K) y E es la energía de activación a obtener.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 4.5, donde se observó que el valor de energía de activación es variable a las diferentes temperaturas de tratamiento térmico. El máximo a 250 °C es el que presentó la mayor energía de activación en la muestra 1B y 2B (0,84 y 0,93) mientras el menor valor E (0,68 y 0,67 eV) fueron obtenidos en la curva a 150 °C. Estos resultados no eran los esperados porque se esperaba que la energía de activación aumentara con

respecto a los máximos de mayor temperatura porque están asociados a trampas más profundas del *gap*.

Por otra parte, el factor de frecuencia calculado, para ambas muestras, fue como se esperaba del orden de 10^6 a 10^9 s⁻¹ para la cinética de primer orden, pero existe una variación de los resultados, al igual que en la energía de activación.

Tabla 4.5 Parámetros cinéticos calculados a partir del decaimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura			
T [°C]	T máxima [K]	E (eV)	s (s⁻¹)
Muestra 1B			
Control	377,12	0,7481	1,20E+09
50 °C	373,19	0,7640	2,64E+09
100 °C	408,13	0,7323	1,12E+08
150 °C	421,14	0,6828	1,32E+07
200 °C	428,42	0,7676	1,03E+08
250 °C	438,18	0,8413	5,02E+08
300 °C	460,19	0,7359	9,18E+06
Muestra 2B			
Control	375,16	0,7150	4,72E+08
50 °C	373,16	0,7658	2,74E+09
100 °C	408,12	0,7740	3,98E+08
150 °C	428,16	0,6656	5,72E+06
200 °C	433,13	0,9132	4,73E+09
250 °C	453,16	0,9386	2,89E+09
300 °C	463,18	0,9267	1,21E+09

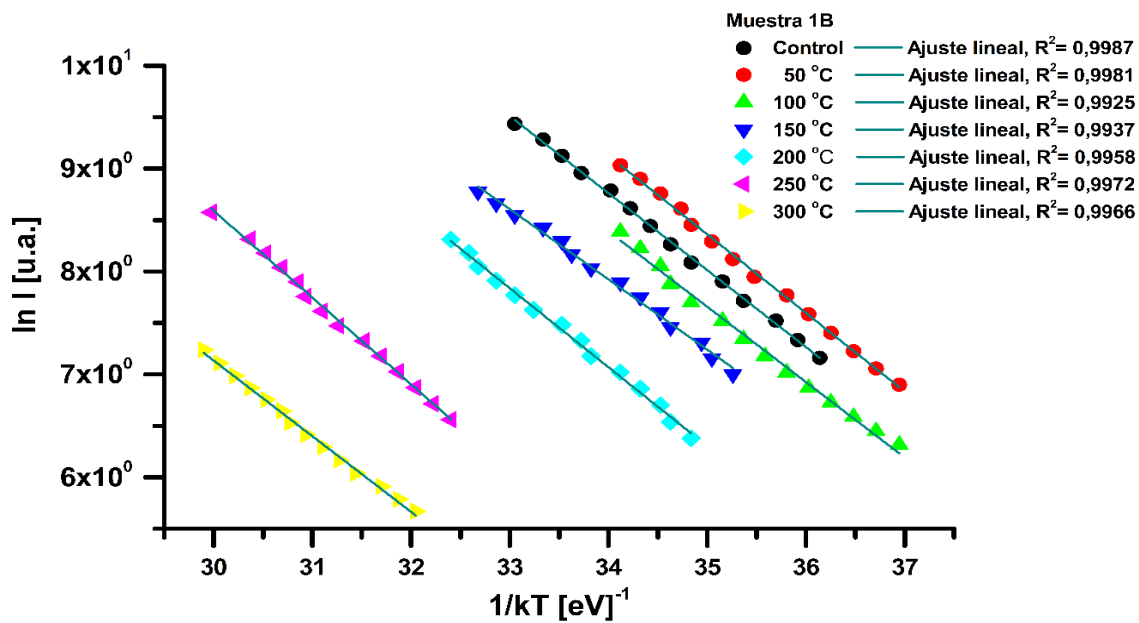


Figura 4.22 Gráfico $\ln(I)$ vs $1/kT$, para determinar la energía de activación de la muestra 1B, a partir de las curvas TL obtenidas por el blanqueo térmico.

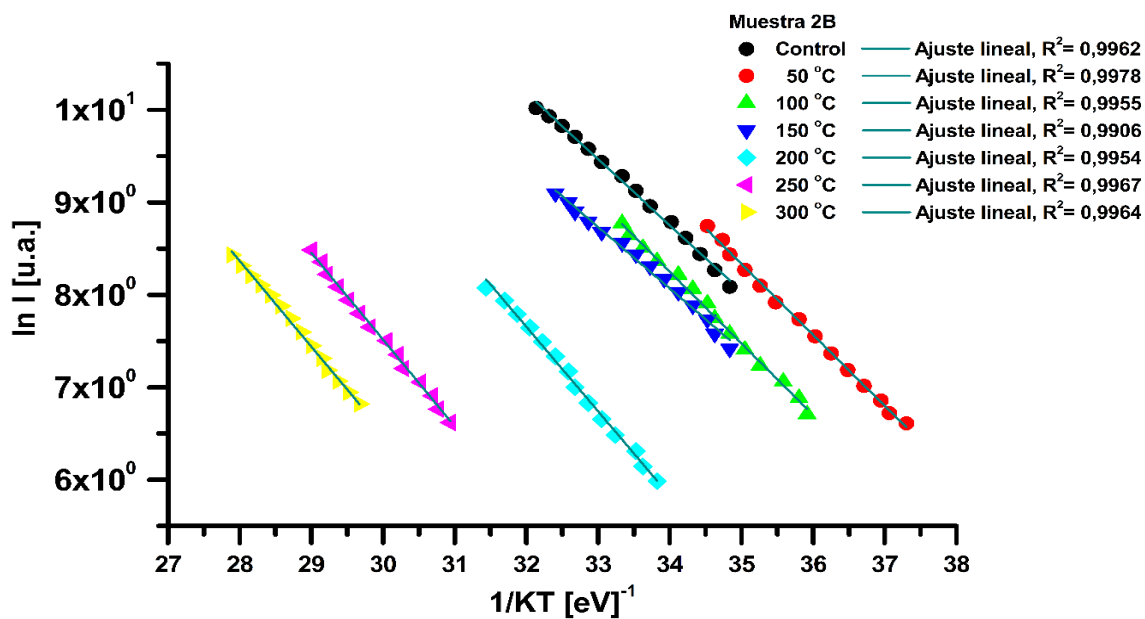


Figura 4.23 Gráfico $\ln(I)$ vs $1/kT$, para determinar la energía de activación de la muestra 2B, a partir de las curvas TL obtenidas por el blanqueo térmico.

4.6 Propiedades PSL

Diferentes muestras con 2 g de cáscara de papa fueron irradiadas desde 1 Gy hasta 5000 Gy con ^{60}Co , para observar las características luminiscentes presentadas por los minerales, utilizando el método de luminiscencia fotoestimulada (PSL). Este método emplea diodos de luz, en longitudes de onda del infrarrojo cercano (840 nm), como estímulo para la emisión de luminiscencia, detectable en la región visible, de los minerales. A continuación, se presentan las propiedades PSL obtenidas.

-Comportamiento PSL de los minerales irradiados de la cáscara de papa y dosis-respuesta.

Antes de ser irradiadas las muestras, se realizó una medida de referencia. Esta medida (Fondo 1) se observa menor al umbral intermedio (700 a 5000 cuentas por segundo) en la gráfica b (Figura 4.24), e indica que los minerales fueron detectados como no irradiados a pesar de haber estado expuestos a radiación ambiental durante el tiempo de cultivo y cosecha del alimento, es decir expuestos a dosis muy bajas.

Después de la medida de fondo, cada una de las muestras fueron irradiadas, con fotones gamma de ^{60}Co a dosis de 1 y 2 Gy en el irradiador Gammacell-200, y a partir de 8 hasta 5000 Gy en el irradiador semi-industrial Gammabeam 651 PT. Las muestras irradiadas de 1 a 30 Gy fueron diferentes y se utilizó la misma muestra para dosis desde 50 hasta 5000 Gy porque el método PSL es acumulable, es decir, para impartir una dosis de 100 Gy en la muestra irradiada a 50 Gy sólo se agregó 50 Gy para completar la dosis requerida.

Los resultados obtenidos se ilustran en la Figura 4.24, un aumento de cuentas por segundo conforme se aumentó la dosis de radiación fue observado. De igual forma como en el método TL, el aumento de la dosis impartida permitió una mayor ionización del material, generando un incremento en la concentración de

electrones-huecos atrapados y al ser estimulados ópticamente con luz infrarroja proporcionaron un (mediante recombinación) aumento de fotones de luz detectables en el equipo PSL.

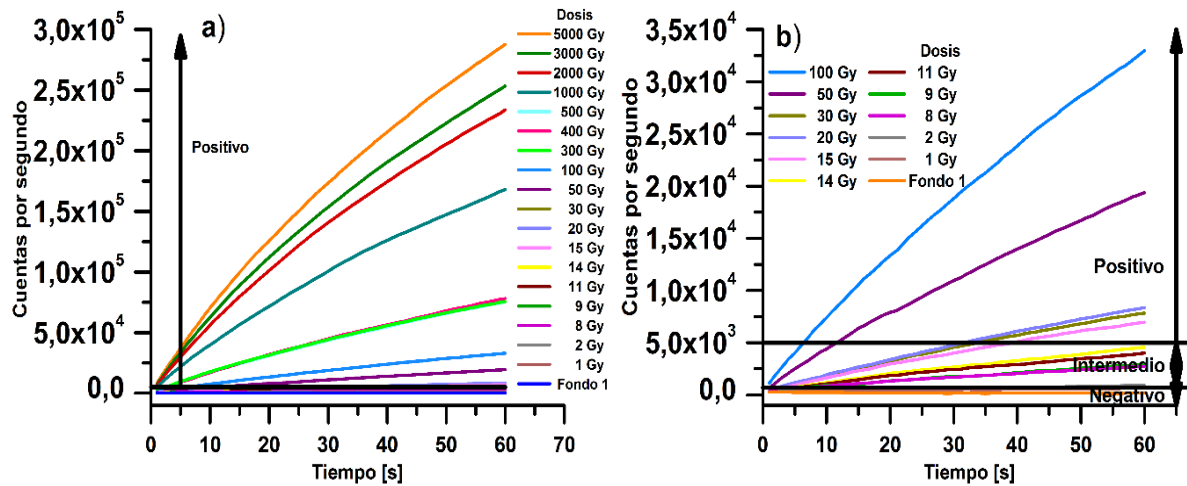


Figura 4.24 Comportamiento PSL de los minerales de la cáscara de papa utilizando el método de luminiscencia fotoestimulada: a) Cuentas por segundo en función del tiempo, de muestras no irradiadas (Fondo 1) e irradiadas (1 a 5000 Gy); b) acercamiento del comportamiento de los minerales sin irradiar (Fondo 1) e irradiadas (1 a 100 Gy).

Para conocer el comportamiento de la respuesta PSL de los poliminerales se graficó la cuenta final/s contra la dosis. Donde, se observó una saturación a partir de 400 hasta 5000 Gy (gráfica a), Figura 4.25. El intervalo de linealidad fue encontrado a partir de 1 Gy hasta 300 Gy, con un coeficiente de correlación de 0,9836. Este intervalo de linealidad permitirá determinar la confiabilidad de la dosis impartida en algún alimento, puesto que, la gráfica b) tiene una relación directamente proporcional entre los datos obtenidos.

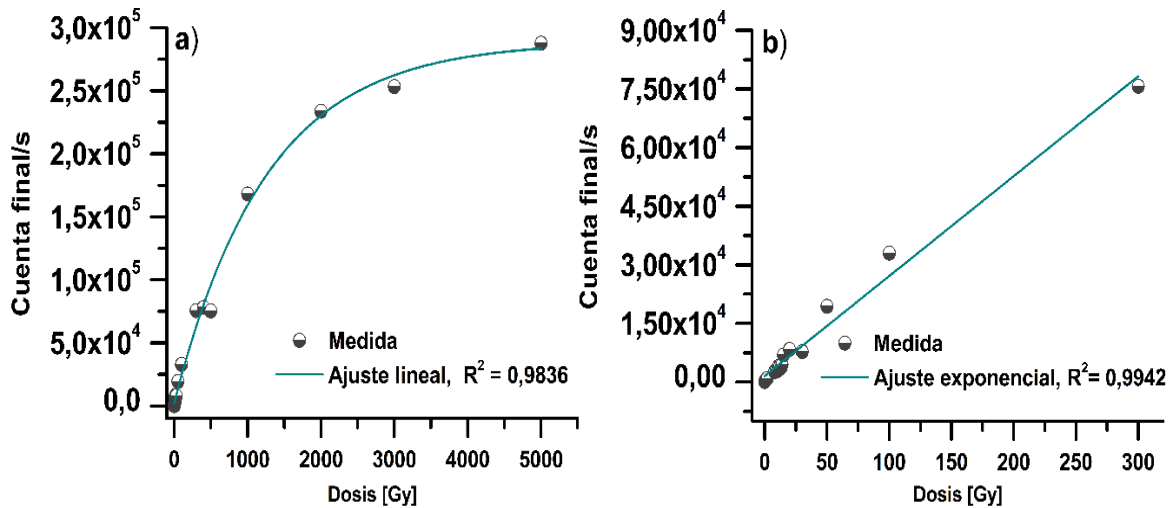


Figura 4.25 Dosis-respuesta PSL: a) Cuenta final/s en función de la dosis, de los minerales de cáscara de papa a partir de 1 hasta 5000 Gy; b) intervalo de linealidad (1 a 300 Gy) de los minerales.

-Límite de detección

Otra información obtenida del análisis de muestras de papa en el equipo PSL, al medir las cuentas finales por segundo de las muestras ionizadas con ^{60}Co , fue conocer la dosis mínima a la cual los minerales de cáscara de papa son detectados como irradiados.

En la Tabla 4.6 se observa que los minerales expuestos a 1 Gy no son detectados como irradiados, a partir de 2 hasta 15 Gy el equipo mostró una incertidumbre en la respuesta de si estaban o no irradiados y para dosis de 20 hasta 5000 Gy los minerales fueron detectados como irradiados.

Conforme aumentaba la dosis impartida en las muestras el valor de la cuenta final también fue incrementando, sin embargo a 500 Gy hubo una disminución de la cuenta final (76490) con respecto a la dosis anterior (400 Gy = 82683 cuenta final). Por esta razón, se irradiaron dos muestras nuevas y diferentes a 400 y 500 Gy. Los valores obtenidos fueron respectivamente de 82683 y 76490 de cuenta final, indicando por segunda ocasión la disminución del valor a 500 Gy, este resultado puede ser debido a diferentes factores como a la emisión anticipada por

la recombinación de los electrones-huecos antes de ser medidos en el equipo PSL o porque esa dosis comienza la saturación de la respuesta PSL comparada con la dosis a 400 Gy, aunque se debe realizar más medidas PSL a estas dosis para verificar el comportamiento antes mencionado.

Tabla 4.6 Respuesta PSL de la papa a diferentes dosis							
Muestra	Dosis (Gy)	Cuenta final	Resultados	Muestra	Dosis (Gy)	Cuenta final	Resultados
1	0	163	Negativo	10	50	19360	Positivo
2	1	650	Negativo	10	100	32984	Positivo
3	2	920	Intermedio	10	300	75676	Positivo
4	8	2724	Intermedio	10	400	82683	Positivo
5	11	2911	Intermedio	10	500	76490	Positivo
6	14	4547	Intermedio	10	1000	168213	Positivo
7	15	4890	Intermedio	10	2000	233676	Positivo
8	20	8358	Positivo	10	3000	253352	Positivo
9	30	10134	Positivo	10	5000	287731	Positivo

Con el fin de confirmar el límite de detección observado, a partir de 20 Gy, se realizaron nuevas medidas PSL a cuatro muestras diferentes e irradiadas a esta misma dosis. Si el valor obtenido de cuenta final por segundo permanece positivo en cada una de las muestras analizadas entonces podemos asegurar que 20 Gy es la dosis mínima detectable para considerar como irradiada una muestra de cáscara de papa. Los resultados obtenidos se observan en la Tabla 4.7, en efecto, las cuatro muestras resultaron positivas, por lo tanto, el límite de detección de la cáscara de papa se establece en 20 Gy.

Tabla 4.7 Cuenta final/s PSL de muestras irradiadas a 20 Gy				
Medidas (cuenta final/s)	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Dosis a 20 Gy	6677	7610	5940	8563

-Decaimiento de la respuesta PSL por efecto de la luz solar y tiempo de almacenamiento.

Para observar la pérdida de la señal TL de los minerales de la cáscara de papa, dos muestras irradiadas a 100 Gy fueron expuestas a luz Solar con una lámpara Simuladora de Sol. La dosis utilizada fue establecida a partir del efecto útil de la radiación, dosis entre 70 a 150 Gy, para la inhibición de la germinación [Skou, 1971; Thomas, 1986]. De igual forma, esta dosis se encuentra en la región lineal de la dosis-respuesta.

Los tiempos utilizados en la exposición de muestras a la luz solar fueron 1, 2, 5, 10, 20, 30, 60 y 120 min. Los resultados se muestran en la Figura 4.26, donde se observa una disminución de la cuenta final por segundo conforme aumentó el tiempo de exposición de la cáscara de papa en la lámpara simuladora de sol.

Este comportamiento también fue observado en la segunda muestra Figura 4.27, excepto en la exposición de la muestra a los 10 min, en la cual, no hay una disminución de la cuenta por segundo como a los 2 y 5 min. Esto puede ser ocasionado por la diferencia de concentración de minerales contenidos en cada una de las muestras de cáscara de papa utilizadas.

Esta disminución de las cuentas por segundo es más evidente si se grafica la cuenta final/s contra el tiempo de exposición a la luz solar. En la gráfica b, Figuras 4.26 y 4.27, se observa un decremento exponencial de las cuentas finales de fotones emitidos por las muestras.

El porcentaje remanente para la muestra 1 fue 18,25 % y para la muestra 2 de 23,88 %, considerando que la diferencia del 100 % es el porcentaje de decaimiento, se obtuvieron valores de 81,75 % para la muestra 1 y 76,12 % para la muestra 2 (Tabla 4.8).

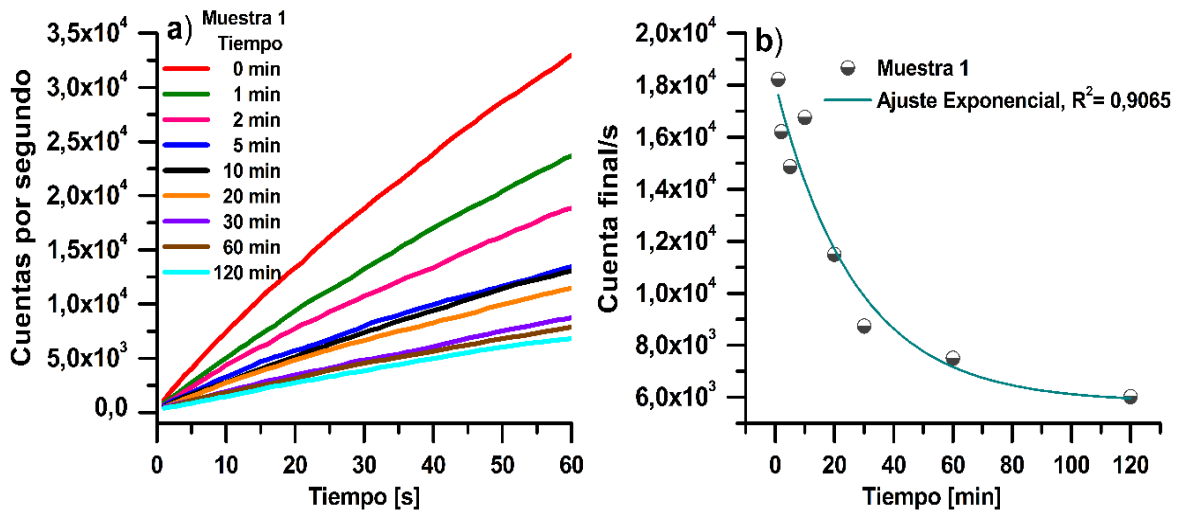


Figura 4.26 Muestra 1. Comportamiento PSL de los minerales por efecto de la luz Solar: a) Decaimiento de la respuesta PSL en función del tiempo de exposición; b) decaimiento de la cuenta final/s en función del tiempo de exposición.

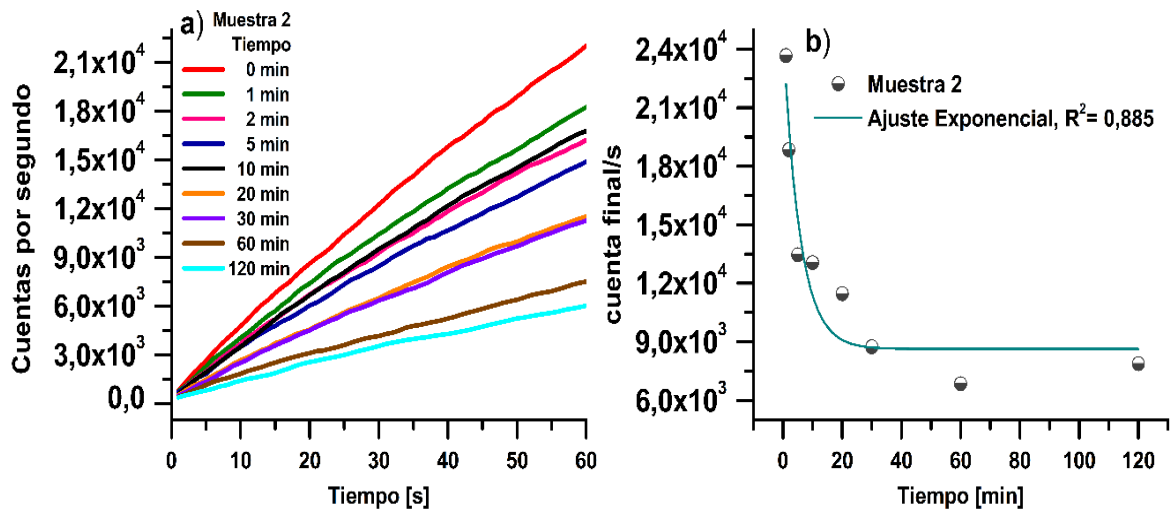


Figura 4.27 Muestra 2. Comportamiento PSL de los minerales por efecto de la luz Solar: a) Decaimiento de la respuesta PSL en función del tiempo de exposición; b) decaimiento de la cuenta final/s en función del tiempo de exposición.

Tabla 4.8 Porcentaje remanente PSL por efecto de la luz Solar en los poliminerales irradiados a 100 Gy		
Tiempo transcurrido [min]	Porcentaje remanente PSL (%)	
	Muestra B1	Muestra B2
0	100	100
1	55,25	71,77
2	49,14	57,13
5	45,07	40,77
10	50,82	39,58
20	34,86	34,76
30	26,48	26,48
60	22,73	20,74
120	18,25	23,88

Por otra parte, ocho muestras, irradiadas a 100 Gy, fueron almacenadas en a temperatura ambiente y medidas en el equipo PSL por determinados períodos durante 90 días.

En la Figura 4.28, se observa una variación de la cuenta final/s en los días transcurridos para cada muestra y no una disminución gradual como lo reporta Ahn, et.al., 2012c. Sin embargo, en este artículo [Ahn, et.al., 2012c], las papas provenientes de Corea fueron irradiadas a diferentes dosis de radiación gamma (0,15, 0,5 y 1 kGy) y las medidas PSL obtenidas fueron a 0, 6, 12, 18 y 24 meses (720 días) de almacenamiento con diferentes condiciones de luz artificial.

Por lo que, las variaciones de la respuesta PSL obtenidas en este trabajo se atribuyen a las condiciones utilizadas, al contenido de minerales de la papa mexicana, y el uso de muestras diferentes en cada medida PSL. Se recomienda alargar el tiempo de almacenamiento de la cáscara de papa, bajo las mismas condiciones ambientales utilizadas, para observar si hay una disminución de las cuentas finales/s o almacenar las muestras en luz durante el almacenamiento para observar el efecto mostrado por Ahn, et.al., 2012b.

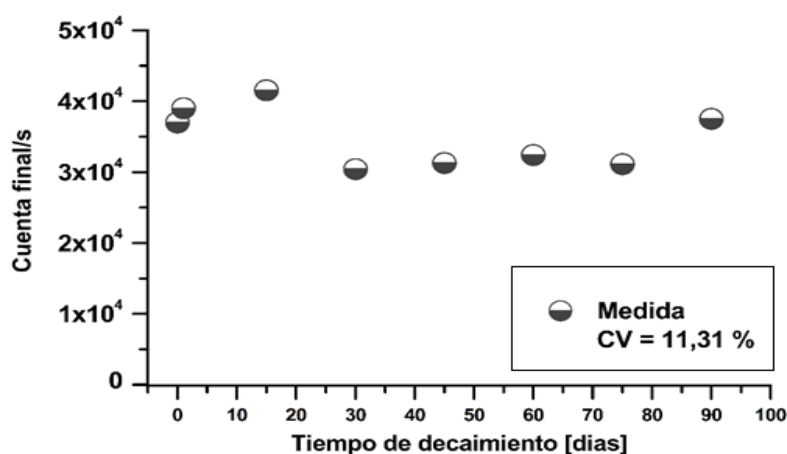


Figura 4.28 Decaimiento PSL, cuenta final/s en función del tiempo de almacenamiento, de muestras de cáscara de papa, CV = 11,31 %.

Los porcentajes remanentes calculados mostraron un aumento del 100 % para muestras almacenadas al primer, 15 y 90 días; pero menor a 30, 45, 60 y 75 días. Esta variabilidad inconsistente puede deberse a la cantidad de minerales en la cáscara de papa en las diferentes muestras utilizadas

Tabla 4.9 Porcentaje remanente PSL por efecto del tiempo de almacenamiento en los poliminerales irradiados a 100 Gy		
Tiempo transcurrido [días]	Porcentaje remanente PSL (%)	
	Diferentes muestras	
0	M1	100,00
1	M2	105,46
15	M3	112,26
30	M4	82,23
45	M5	84,55
60	M6	87,59
75	M7	84,12
90	M8	101,42

4.7 Efecto de maduración de la papa por irradiación

Con el propósito de observar la inhibición de germinación y los efectos producidas por la radiación ionizante en las papa frescas, estas fueron irradiadas a 100, 150, 200 y 300 Gy y almacenadas a ~ 65-75 % de humedad por 3 meses.

Después de un mes de almacenamiento, el lote control (papas sin irradiar) mostró el crecimiento de brotes en posiciones diferentes. La Figura 4.29a muestra la papa con un brote apical dominante, mientras la figura con el inciso b, el tubérculo presenta brotes múltiples. Los brotes en la papa tienen un tamaño aproximado de 1 cm. Además, las tres papas presentaron una consistencia blanda y cuarteaduras en la piel.

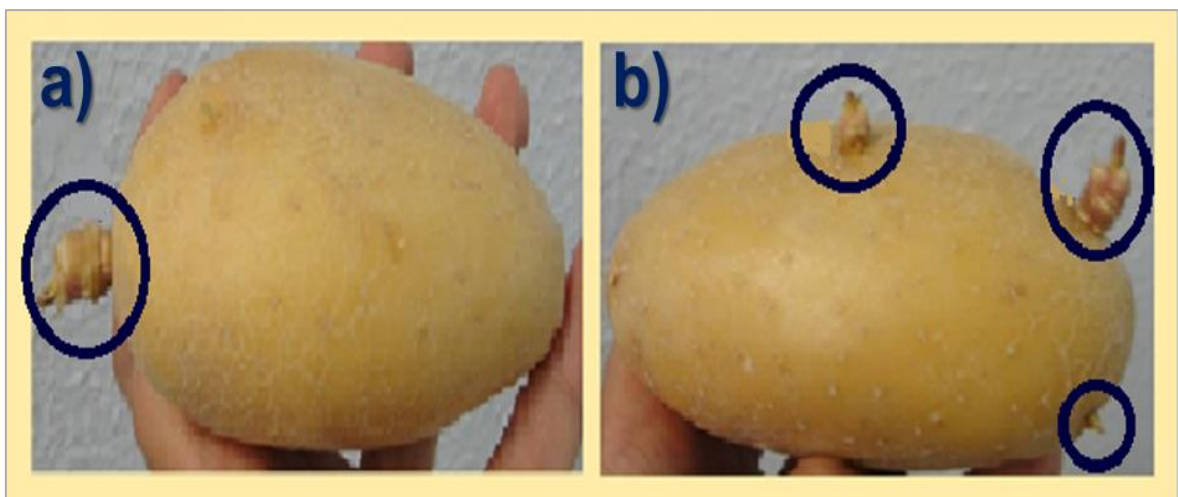


Figura 4.29 Brotes de la papa a un mes de almacenamiento: a) Brote en posición apical; b) brotes múltiples.

Inostroza y Méndez, 2005, señalan que la brotación en las papas se observa después del período de dormancia o latencia. La dormancia es el período en el que las papas no muestran un crecimiento de los brotes [Crisci, 1992]. También, consideran que la consistencia blanda es asociada a diversos factores como una acelerada transpiración, causada por temperaturas cercanas al punto de congelación o temperaturas mayores a la ambiental, baja humedad relativa del medio ambiente, poca ventilación y la brotación de tubérculos. En este estudio los factores determinantes que aceleraron la brotación en la papa fueron la baja

humedad en el área de almacenamiento (~ 65-75 %) y la temperatura (~20 °C). Se considera que valores entre el 85 al 90 % de humedad y temperaturas entre 4 a 10 °C son adecuados para disminuir la pérdida de peso.

Las papas irradiadas se muestran en la Figura 4.30, cada uno de los lotes no presentó alguna brotación debido a la radiación, la cual suprime la síntesis del ácido nucleico (ADN y ARN) de los tejidos del brote [Molins, 2004]. Además afecta el metabolismo de las hormonas endógenas del crecimiento como las giberelinas, citoquinas y el ácido abscísico.

Sin embargo, las papas de los cuatros lotes presentaron reblandecimiento en su superficie, porque la radiación no controla eficazmente los procesos de respiración y deshidratación o transpiración del tubérculo. Dado que, la respiración permite que los azúcares sean convertidos en agua y dióxido de carbono mediante la captación de oxígeno del medio ambiente, favorece a la liberación de calor, el cual, afecta la temperatura de la papa lo que conlleva a la deshidratación.

La deshidratación es debido a la tensión de vapor de agua bajo la piel porosa de las papas (aire saturado), por lo tanto, si el aire está bajo el punto de saturación produce la evaporación del agua de los tubérculos [INIA, 2015]. Entonces la evaporación será mayor mientras más grande sea la diferencia entre la humedad relativa del aire y el existente a nivel de las lenticelas de las papas ocasionando mayor temperatura ambiental.

Comparando las papas irradiadas con el lote control, la pérdida de humedad fue más prominente en las papas no tratadas con irradiación. Probablemente a la disminución de la actividad de algunas enzimas que regulen el proceso de respiración

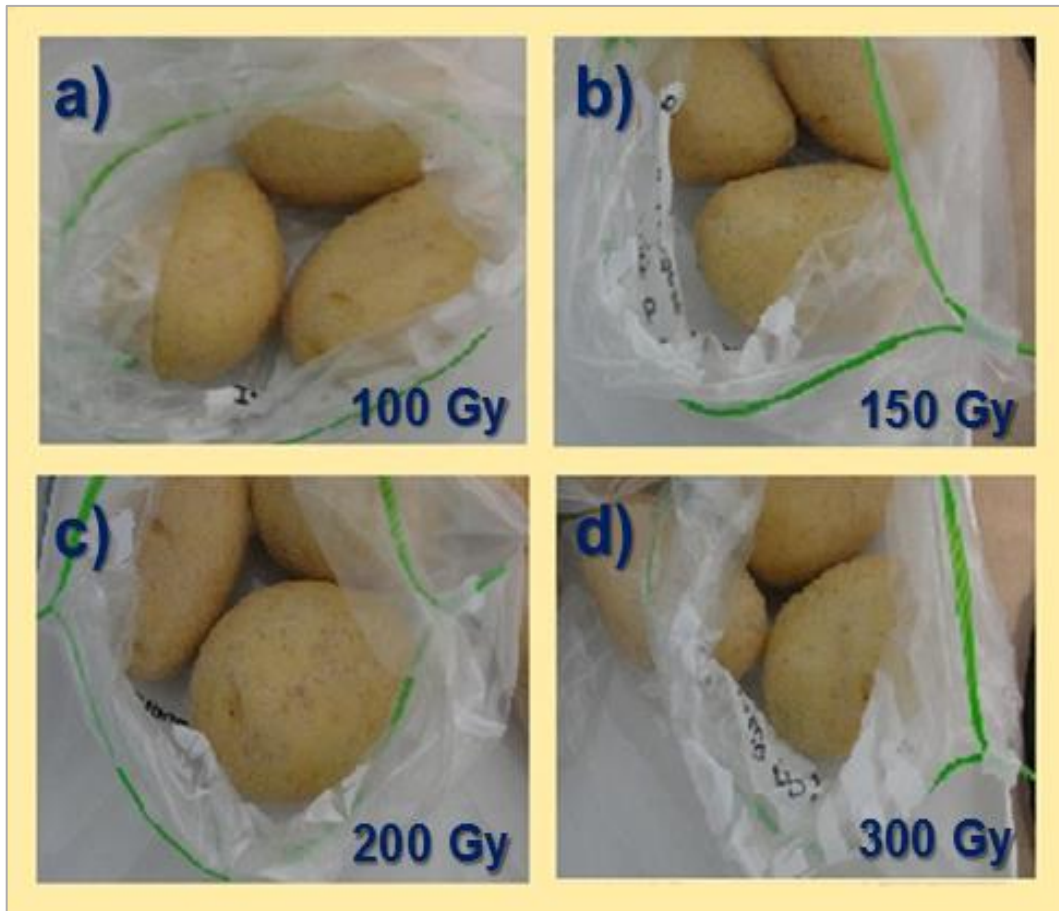


Figura 4.30 Comparación entre papas irradiadas con un mes de almacenamiento. Lotes irradiados: a) 100 Gy; b) 150 Gy; c) 200 Gy; d) 300 Gy.

Después de dos meses de almacenamiento, el lote control siguió perdiendo más agua y los brotes crecieron aproximadamente 1,5 cm, además de presentar dos nuevos brotes (Figura 4.31). Generalmente cuando la papa tiene únicamente el dominio del brote apical se considera fisiológicamente joven, pero aquellas que formen brotes múltiples como en todas las papas del lote control, inicia la etapa fisiológicamente vieja, pero esta capacidad de brotación se dará específicamente al término de su capacidad de brotación. Mostrando brotes delgados, ramificados y débiles [INIA, 2015]



Figura 4.31 Lote control. Papas sin irradiar con dos meses de almacenamiento.

En cuanto a los lotes irradiados, después de dos meses de almacenamiento permanecieron sin ningún cambio en la consistencia de su estructura y sin brotación (Figura 4.32). Sin embargo, se observó que eran más propensas a magulladuras al ser manipuladas. Por ejemplo, las papas irradiadas a 200 y 300 Gy presentaron una consistencia más blanda que las papas a 100 y 150 Gy. Probablemente, con el paso del tiempo, los lotes con consistencia más blanda terminarán deteriorándose más rápido que los lotes a 100 y 150 Gy.

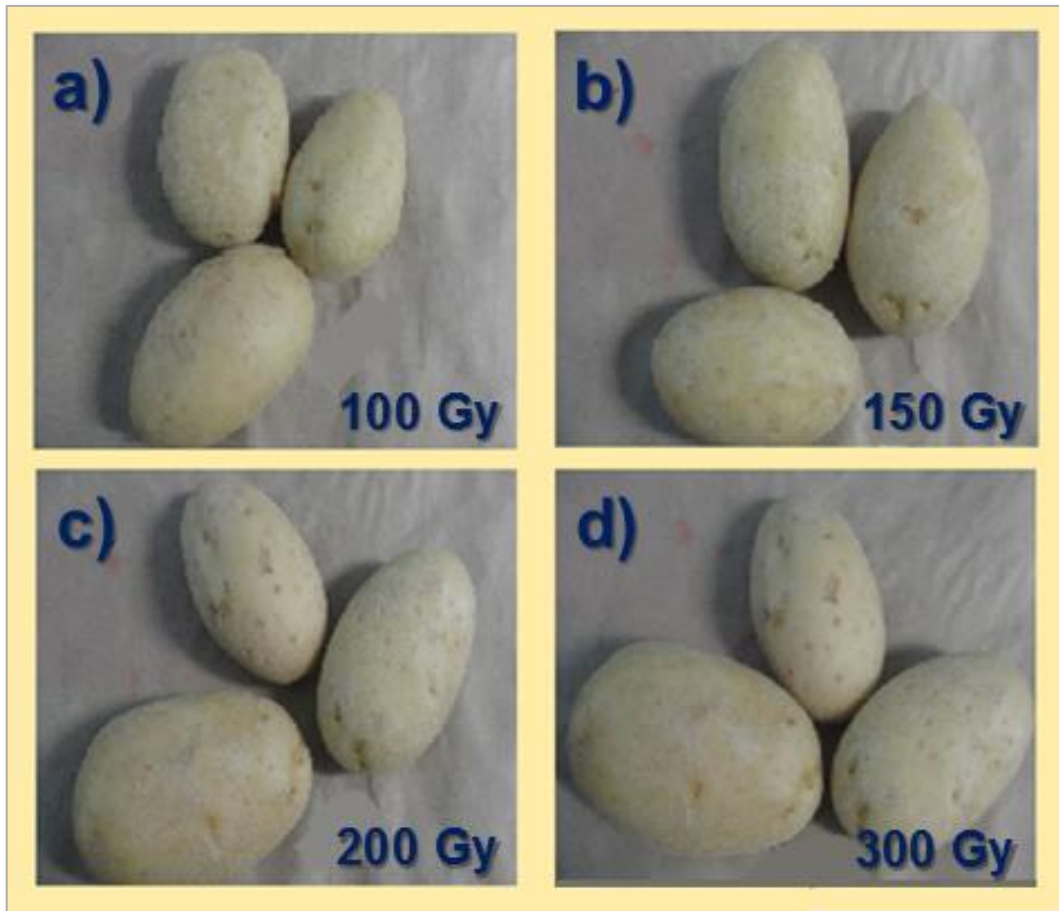


Figura 4.32 Comparación entre papas irradiadas con dos meses de almacenamiento. Lotes irradiados: a) 100 Gy; b) 150 Gy; c) 200 Gy; d) 300 Gy.

A partir de tres meses de almacenamiento, las papas sin tratamiento de radiación tuvieron una consistencia más blanda que los dos meses anteriores, los brotes iniciales continuaron creciendo hasta 5 cm (Figura 4.33) y los nuevos brotes no presentaron cambios aparentes.

Además, las papas no presentaron deterioro bacteriano o fúngico, pero ya no son aptas para el consumo humano puesto que el grado de madurez es avanzado. Sus características de sabor son más dulces por el aumento de azúcares, su consistencia es más blanda y no permite la manipulación para ser rebanadas. Sin embargo, pueden utilizarse como papa-semilla para el surgimiento de una nueva planta.



Figura 4.33 Lote control. Papas sin irradiar con tres meses de almacenamiento.

En cuanto a las papas irradiadas, estas presentaron piel agrietada con deterioro en los lotes irradiados a 150, 200 y 300 Gy. Este deterioro se observa en la Figura 4.34, incisos b, c y d (círculo negro), como una magulladura debido a la excesiva pérdida de agua. Sin embargo, los cuatro lotes no presentaron indicios de brotación.

Rezaee, et.al., 2011, realizaron estudios en papas sin irradiar e irradiadas, a 50, 100 y 150 Gy con ^{60}Co , y las almacenaron por 5 meses con un 90 % de humedad a 8 y 16 °C. Los resultados obtenidos fueron similares a los conseguidos en este trabajo, ellos observaron brotación sólo en las papas no irradiadas e irradiadas a 50 Gy.

Con respecto a la dosis óptima para el control de brotes en las papas (intervalo de 70 a 150 Gy), diversos autores reportaron que la utilización de dosis en exceso (mayor a 150 Gy) puede dar como resultado un aumento del oscurecimiento o pardeamiento de la pulpa, una disminución en la capacidad de curar las heridas, un aumento en la podredumbre microbiana y cambios en la

composición química por ejemplo el aumento del endulzamiento del tubérculo [Molins, 2004]. Por esta razón, las papas irradiadas a 150, 200 y 300 Gy mostraron daños después de los tres meses de almacenamiento.

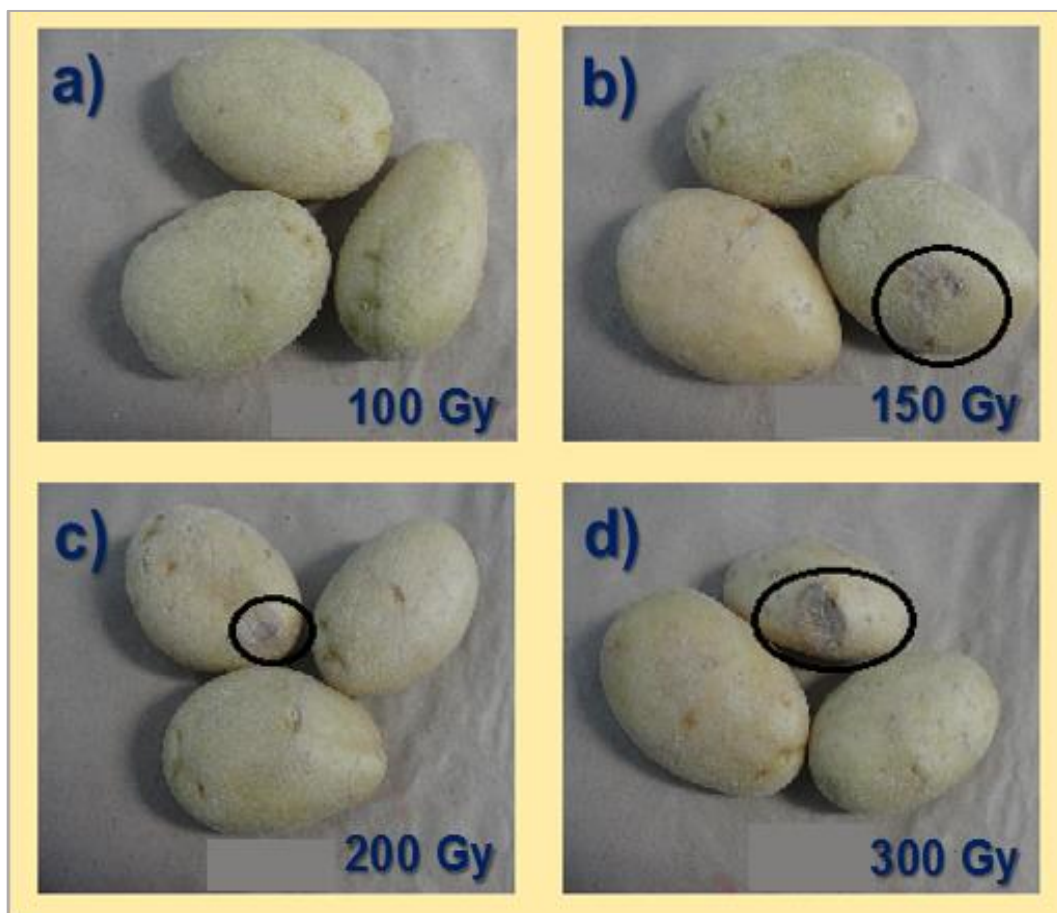


Figura 4.34 Comparación entre papas irradiadas con tres meses de almacenamiento. Lotes irradiados: a) 100 Gy; b) 150 Gy; c) 200 Gy; d) 300 Gy.

CONCLUSIONES

Los poliminerales de la papa mexicana, originaria de los Mochis-Sinaloa, México; fueron extraídos por el método de densidades. Se obtuvo un rendimiento de 0,6 % a partir de 50 g de cáscara de papa. Para determinar las propiedades termoluminiscentes de los poliminerales de la papa se utilizó un tamaño de partícula entre 74-149 μm . La técnica por Difracción de Rayos X permitió la identificación del cuarzo y feldespato como minerales mayoritarios de la papa.

Las medidas termoluminiscentes de los poliminerales se realizaron en el intervalo de 4 hasta 1500 Gy con ^{137}Cs y también de 15 a 5000 Gy con ^{60}Co . Las emisiones características de las curvas de brillo de las muestras A y B mostraron dos máximos TL a 97 y 135 $^{\circ}\text{C}$ para las muestras irradiadas con ^{137}Cs y dos máximos a 97 y 133 ± 3 $^{\circ}\text{C}$ en las muestras irradiadas con ^{60}Co , es decir se trata de los mismo máximos en las curvas de brillo. Estos máximos son característicos de las emisiones producidas por el cuarzo y feldespato. Además de presentar una curva de brillo ancha en 60 hasta 270 $^{\circ}\text{C}$ ocasionado por la probable mayor sensibilidad de los feldespatos a la radiación en comparación con el cuarzo.

La mayor respuesta TL se presentó en las muestras irradiadas con ^{60}Co que las muestras irradiadas con ^{137}Cs . Este efecto fue atribuido a los fotones gamma de las fuentes utilizadas, la fuente de ^{60}Co emite radiación con una energía promedio de 1,25 MeV y la de ^{137}Cs con una energía de 0,66 MeV.

Los poliminerales, irradiados con ^{137}Cs , presentaron un comportamiento lineal en el intervalo de 4 a 1500 Gy y los irradiados con ^{60}Co desde 15 hasta 1500 Gy. Este intervalo de linealidad nos asegura que no existe pérdida en la capacidad del mineral para seguir absorbiendo la dosis impartida por la radiación ionizante. Pero si se satura su señal TL después de 1500 Gy, el mineral pierde su capacidad de seguir absorbiendo la dosis impartida.

El límite de detección fue encontrado a partir de 4 Gy en los poliminerales irradiados con ^{137}Cs y en 15 Gy para los tratados con ^{60}Co . Este valor aseguró que los poliminerales fueron detectados como irradiados a partir de estas dosis, es decir el ^{137}Cs tiende a dejar una mejor ionización en el sistema policristalino de la papa, aunque para la irradiación de la papa ya sea en polvo o fresca comercialmente se usa el ^{60}Co .

Las propiedades TL como la repetibilidad y el desvanecimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura, luz solar y tiempo de almacenamiento solo fueron realizadas en muestras irradiadas con ^{137}Cs para determinar el comportamiento de los minerales de cuarzo y feldespato. Se esperaba que la repetibilidad y desvanecimiento de las señales fueran de manera similar si se expusiera a la radiación con ^{60}Co .

La repetibilidad de la respuesta TL de los poliminerales presentó un coeficiente de variación de 4,5 % en la muestra A, y 5,5 % para la muestra B, los cuales se encuentran dentro de los límites establecidos en la irradiación de alimentos.

El decaimiento de la respuesta TL por efecto de la temperatura (blanqueo térmico) mostró disminución de la intensidad TL conforme se aumentaba la temperatura de blanqueo térmico. A una temperatura de tratamiento térmico de 300°C, la intensidad TL disminuyó aproximadamente un 60 %. Tal disminución de la intensidad es debido a la liberación gradual de pares electrón-hueco atrapados en trampas estables térmicamente a la temperatura de blanqueo térmico. El máximo más estable se encontró ~190 °C. Aplicando el método de levantamiento inicial en las curvas TL del experimento de blanqueo térmico se obtuvieron los parámetros de energía de activación y factor de frecuencia en un rango de 0.66 a 0.93 eV y 10^{-6} a 10^{-9} s^{-1} , respectivamente.

Los poliminerales irradiados a 60 Gy, expuestos en la lámpara simuladora de luz Solar presentaron ~ 80 % de pérdida en la respuesta TL a los 60 min. Las

envolventes de las curvas de brillo únicamente presentaron una disminución en la intensidad y no en la eliminación completa de éstas como en el blanqueo térmico. Esto debido a que la excitación y liberación de los electrones ocurren con mayor probabilidad por estar en trampas menos profundas y permanecen todavía las más profundas con mayor energía de activación.

El efecto del tiempo por almacenamiento de las muestras luego de irradiar los poliminerales de papa a 60 Gy se analizó durante un mes, el comportamiento de los minerales fue de tipo exponencial con una pérdida aproximada del 76,48 %.

El efecto de la luz Solar en las muestras de poliminerales fue más drástico en comparación con el efecto observado en el almacenamiento en función del tiempo, Sin embargo, se deben considerar ambos efectos como prevención al utilizar el método de TL en el análisis de papa irradiada.

En la detección por luminiscencia fotoestimulada, se utilizó cáscara de papa con un tamaño de 1 cm. Este método permite identificar un alimento completo sin realizar la separación de minerales. Las medidas PSL se realizaron desde 1 hasta 5000 Gy. Se observó una linealidad de cuentas finales en función de la dosis en un intervalo entre 1 y 300 Gy. El límite de detección fue encontrado a 20 Gy (^{60}Co) en cinco medidas PSL indicando que por este método y a esta dosis de radiación el alimento es detectado como irradiado.

El efecto producido por la luz Solar en muestras de la cáscara de papa, (100 Gy con ^{60}Co) presentó una disminución del 81,75% y 76,12% a 120 min de exposición en la lámpara simuladora de luz solar.

La respuesta PSL analizada en diferentes muestras de cáscara de papa almacenadas en la oscuridad presentó una variabilidad inconsistente con el tiempo de almacenamiento, es decir, a 90 días la intensidad se incrementó 1,42 % respecto a la intensidad de la muestra control.

El método PSL permite detectar de manera rápida los alimentos irradiados, sin embargo se necesita del método TL para corroborar la certeza en dosis bajas. Pues el método PSL no discrimina si está o no irradiada la cáscara de papa a dosis menores a 20 Gy. En tanto que el método TL es más sensible en la detección y aun cualitativamente mediante el máximo de menor temperatura que aparece en la curvas de brillo de las muestras irradiadas a la menor dosis.

El estudio del tiempo de deterioro en papas frescas irradiadas de 100 a 300 Gy, no presentaron algún brote en los tres meses de almacenamiento, mientras el lote control (papas no irradiadas) presentó brotes de hasta 5 cm de longitud. Además, las características organolépticas de la papa como la textura fueron modificadas debido a un reblandecimiento de la pulpa del tubérculo, en mayor medida, en el lote control que en los lotes irradiados. Este cambio de textura fue causado por la baja humedad relativa (65 %), poca ventilación y temperatura de almacenamiento (~20 °C) que aumenta la tasa de respiración del tubérculo.

Los métodos utilizados en el presente trabajo ayudaron a determinar las propiedades termoluminiscentes y de luminiscencia fotoestimulada de los poliminerales de la papa para su aplicación en el área de alimentos irradiados. Cada uno de estos, mostraron ser eficientes a ciertas dosis en la determinación del alimento irradiado. Se observó que el método por TL es más sensible en comparación con el método PSL y permite la identificación de alimentos irradiados a dosis de radiación menores. La utilización del método por PSL se recomienda para pruebas rápidas en alimentos, es decir, en cuestión de minutos se puede identificar papas irradiadas en un intervalo de dosis relativamente altas, cabe decir que la papa entera se sanitiza a la dosis de 100 Gy

En cuanto a la irradiación de la papa, este proceso ayudó a inhibir los brotes eficazmente. La dosis para obtener mejores características organolépticas después de un almacenamiento prolongado fue a 100 Gy, pero se recomienda controlar las condiciones en el almacenamiento para obtener resultados óptimos y así contribuir con las aportaciones de investigadores para fomentar la utilización de esta

metodología en el país que ayuden a mejorar las afectaciones producidas por plagas como insectos o deterioro en este alimento. Con el fin de generar nuevas normas en México que regulen el método de irradiación.

BIBLIOGRAFÍA

Alianza para el Campo, Fundación Produce Tlaxcala y Colegio de Postgraduados en Ciencias Agrícolas Campus Puebla. 2003. *Programa Estratégico para la Producción, Transformación y Comercialización de la papa*. FPT, CP, Tlaxcala, Tlax., México, Abril 2003. 16 p.

Ahn, J., Kim, G., Akram, K., Kim, K., Kwon, J. (2012a). Effect of storage conditions on photostimulated luminescence of irradiated garlic and potatoes. *Food Research International* 47, 315-320.

Ahn, J., Kim, G., Akram, K., Kim, J., Kwon, J. (2012b). *Changes in thermoluminescence properties of minerals separated from irradiated potatoes and garlic during long-term storage under different light conditions*. *Eur Food Technol* 235, 75-82.

Ahn, J., Akram, K., Kwak, J., Jeong, M., Jang, Y., Kwon, J. (2012c). *Radiation-induced thermoluminescence characteristics of feldspar upon different heat and microwave treatments*. *Journal of Luminescence* 132, 1964-1968.

Barreiro, J., Sandoval, A. 2006. *Operaciones de conservación de alimentos por bajas temperaturas*. Caracas: Editorial Equinoccio.

Belotserkovsky, E., Ostaltsv, Z. 2012. *Ionizing radiation. Applications, Sources and Biological Effects*. New York: Nova Science Publishers, Inc.

Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W.S, 1996. Optically stimulated luminescence dosimetry using natural and synthetic materials. *Radiation Protection Dosimetry* 65(1-4), 273-280.

Brown, C., 1970, *Física de los sólidos*. Barcelona: Reverté.

Calderón, T., 2000. *La irradiación de Alimentos. Principios, realidades y perspectivas del futuro*. Madrid: McGraw-Hill.

Centro Internacional de la Papa (CIP). 1996. *Manual de producción de semilla sexual*. CIP, Lima, Perú.

Comisión del Codex Alimentarius. *INFORME DE LA 24ª REUNIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS Programa conjunto FAO/OMS sobre normas alimentarias comisión del codex alimentarius*. 2002. Budapest. 1-138.

CONPAPA. 2015. *Monografía del cultivo de la papa*.

Correcher, V., Garcia-Guinea, J. (2011). Application of the EN 1788 European standard for the control of saffron, pepper and blends. *Food Control*, 22(2), 173–179. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2010.05.020>.

Crisci, C. (1992). *Almacenamiento de papas*. Unidad de Información Tecnológica del Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias 23. Montevideo. 1-25.

Cruz-Zaragoza, E., Ramos, B.S., Barboza-Flores, M., Chernov, V., Meléndrez, R., Hernández, A.J., Murrieta, S.H. (2004). Defects generated by irradiation with gamma rays in lead doped KCl-KBr mixed singled crystal. *Radiation Measurements* 38, 695-698.

Cruz-Zaragoza, E. 2004. La irradiación de Alimentos en otros países y en México. En M. de la P. Ramos Lara (Ed.), *Experiencia mexicana en aceleradores de partículas* (1. ed., p. 255). Siglo XXI Editores.

Cruz-Zaragoza, E., Marcazzó, J., & Chernov, V. (2012). Photo- and thermally stimulated luminescence of polyminerals extracted from herbs and spices. *Radiation Physics and Chemistry*, 81(8), 1227–1231. <https://doi.org/10.1016/>

Cruz-Zaragoza, E., Román, J., Pérez, L., Furetta, C., Chiaravalle, E., Mangiacotti, M., Marchesani, G., (2013). *Dosimetric Property of Mineral extracted from Calamari and exposed to Gamma rays*. AIP. Conference Proceedings 1544, 63-69.

Douglas, H. 1992. *La producción, comercialización y programas*. Montevideo: Editorial Hemisferio

EN 1788. 2001. *Thermoluminescence detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated* European Committee for Standardization. Brussels.

EN 13751. 2002. *Foodstuffs -Detection of irradiated food using photostimulated luminescence*. European Committee for Standardization. Brussels.

European Commission. (2016). Food Irradiation-Analytical methods. Retrieved from http://ec.europa.eu/food/safety/biosafety/irradiation/index_en.htm

FAO, 2008. *El año Internacional de la Papa*.

FAO (2016). *La irradiación de alimentos: Lo que usted debe saber*. [En línea] (Actualizado en junio del 2016). Disponible en: <http://www.fda.gov/Food/ResourcesForYou/Consumers/ucm261938.htm>.

FAO (2017). *Manual de prácticas de manejo postcosecha de los productos hortofrutícolas a pequeña escala: Almacenamiento*. [En línea] (Actualizado en junio del 2017). Disponible en: <http://www.fao.org/Wairdocs/X5403S/x5403s0a.htm>.

Flores, G. 2007. *Validación de un modelo basado en el concepto grados día (°D) para el pronóstico de riego en el cultivo de papa (Solanum tuberosum L.) en el norte de Sinaloa*. Tesis de Licenciatura. UAS-ESAVF. Juan José Ríos, Sinaloa.

Fueyo, M. 2007. *El cultivo de la patata. Producción convencional, integrada y ecológica*. 2º edición. Madrid: Ediciones Madú.

Furetta, C., 2003. *Handbook of thermoluminescence*. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.

Guzmán, S. (2013). *Propiedades luminiscentes de minerales separados de especies (Hibiscus sabdariffa L. y Piper nigrum L.) expuestos a radiación ionizante*. Tesis Doctoral. México: UNAM.

Hannay, N., 1991. *Química del estado sólido*. Madrid: Alhambra.

IAEA, 1991. *Regulation in Food Irradiation*. TECDOC-585. Viena.

International Atomic Energy Agency (IAEA). (2002). *Technical Report Series 409. Dosimetry for Food Irradiation*. <https://doi.org/10.1097/>

ICGFI (2002). *International Consultative Groupe on Food Irradiation. Food irradiation: A Global Food Safety Tool*. Viena, Austria: Joint FAO/IAEA División of Nuclear Techniques in Food and Agriculture.

INIA (2015). *Manual interactivo de la papa: Comportamiento fisiológico de los tubérculos durante el almacenamiento*. [En línea]. (Actualizado el 6 de abril del 2015). Disponible en: <http://manualinia.papachile.cl/?page=consumo&ctn=87>.

Inostroza, J., Méndez, P., (2005). *Almacenaje de la papa*. Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias.

Justo, A., Morillo, E. (Sin año). *Técnicas de difracción de rayos X para la identificación cualitativa y cuantitativa de minerales de la arcilla*. Ciencia y Tecnología de Materiales. 77-86.

Luque, E., (2012). *Nuevas variedades de papa en el Norte de Sinaloa*. Centro de Validación y Transferencia de Tecnología de Sinaloa A. C. (CVTTS)

Kaixuan, T., Zehua, L., Sheng, Z., Yan, L., Yanshi, X., Uwe, R., (2009). *Three-dimensional thermoluminescence spectra of different origin quartz from Altay Orogenic belt, Xinjiang, China*. Radiation Measurements. 44. 529-533.

Kitis, G., Gomez-Ross, J., Tuyn, J. (1998). *Thermoluminescence glow-curve deconvolution functions for first, second and general orders of Kinetics*. J. Phys. D: Appl. Phys. 31. 2636-2641.

Kitis, G., Cruz-Zaragoza, E., Furetta, C. (2005). *Thermoluminescence properties of Chile Guajillo (paprika) Mexicano*. Applied Radiation and Isotopes. 63, 247-254.

Know, J., Jeonf, J., Chung, H. (2002). *Thermoluminescence characteristics of minerals from irradiated potatoes of different origins of production*. Radiation Physics and Chemistry 63, 415-418.

Kume, T., Furuta, M., Todoriki, S., Uenoyama, N., & Kobayashi, Y. (2009). *Status of food irradiation in the world*. Radiation Physics and Chemistry, 78(3), 222–226. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2008.09.009>

Kumari, S., Kumar, S., Nadanasabapathy, S., Bawa, S. (2009). *Detection methods for irradiated foods*. Comprehensive reviews in food science and food safety. 8, 4-16.

Marcazzó, J., Sanchez-Barrera, C., Urbina-Zavala, A., Cruz-Zaragoza, E. (2015). *Photostimulated luminescence detection and radiation effects on cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum*) spice*. Applied Radiation and Isotopes. 104, 29–33. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2015.06.025>

Martin, A., Harbison, A. 1979. An Introduction to Radiation Protection. London: Chapman and Hall.

Melgarejo, J., Proenza, J., Galí, S., Llovet, Xavier. (2010). *Técnicas de caracterización mineral y su aplicación en exploración y explotación minera*. Sociedad Geológica Mexicana 62. 1-23.

Molins, R. 2004. *Irradiación de los alimentos. Principios y aplicaciones*. Zaragoza: ACRIBIA, S.A.

Moreno, J. (1985). *Análisis cuantitativo por difracción de rayos X de cuarzo-alfa en una matriz de cemento portland anhidro con equipos Philips modelo PW-1710 y PW-1700*. *Materiales de construcción* 35 (200). 79-88.

Morton, S. 1997. *La irradiación de los alimentos*. Zaragoza: ACRIBIA, S.A.

Narvaiz, P., 2008. *Irradiación de alimentos Tecnología segura que reduce riesgos de enfermedades transmitidas por alimentos*. CISAN. 3 p.

Norma Oficial Mexicana (1995). NOM-033-SSA1-1993. *Bienes y servicios. Irradiación de alimentos, materias primas y aditivos alimentarios*. Diario Oficial de la Federación, México.

NOM-033-SSA1-1993 (2004). *Aviso de cancelación de la Norma Oficial Mexicana. NOM-033-SSA1. Bienes y servicios. Irradiación de alimentos, materias primas y aditivos alimentarios*. Diario Oficial de la Federación, México.

Norma General del Codex para los Alimentos Irradiados. CODEX STAN 106-1983, rev.1 Roma (2003).

OMS (1989). *La irradiación de los alimentos. Técnicas para conservar y preservar la inocuidad de los alimentos*.

Rodríguez, Y., Correcher, V., García, J., Cruz-Zaragoza, E. (2013). *Gamma Radiation-induced Thermoluminescence Emission of Minerals Adhered to Mexican Sesame Seeds*. Radiation Physics and Chemistry 83, 15-18.

Rubio, O., Rangel, J., Flores, R., Magallanes, J., Díaz, C., Zavala, T., Rivera, A., Cadena, M., Rocha, R., Ortíz, C., López, H., Díaz, M., Paredes, A. 2000. *Manual para la producción de papa en las sierras y valles altos del centro de México*. México: Inifap.

Sánchez, L., García, J. López, S. (1991). *Caracterización estructural simple de feldespatos alcalinos: metodología de trabajo*. BOL. SOC. ESP. CERAM. VIDR. 30, 69-79.

SGM (2013). Servicio Geológico Mexicano. *Clasificación de los minerales* [En línea]. (Actualizado en julio del 2013). Disponible en: <http://portalweb.sgm.gob.mx/museo/minerales/clasificacion-minerales>.

Sinikka, P., Siitari-Kauppi, M., Jernström, J., Lindberg, A. (1999). *Detection or irradiated foods by luminescence of contaminating minerals-effect of mineral composition on luminescence intensity*. Radiation Physics and Chemistry 55, 743-747.

Soika, C., Delincée, H. (2000a). *Thermoluminescence Analysis for Detection of Irradiated Food-Luminescence Characteristics of Minerals for Different Types of Radiation and Radiation Doses*. Lebensm-Wiss, u-Technol, 33, 431-439.

Soika, C., Delincée, H. (2000b). *Thermoluminescence Analysis for Detection of Irradiated Food-Effects of Dose Rate on the Glow Curves of Quartz*. Lebensm-Wiss, u-Technol, 33, 440-443.

Spooner, N., Prescott, J., Hutton, J. T., (1988) *The effect of illumination wavelength on the bleaching of the thermoluminescence (TL) of quartz*. *Quaternary Science Reviews*, 7, 325-329.

Todoriki, S., Kameya, H., Saito, K., Hagiwara, S. (2014). *Detection of Commercially Irradiated Potatoes by Thermoluminescence and Photostimulated Luminescence Analyses*. *Food Science and Technology Research*, 20 (3), 555-561.

Teuffer, C. (2005). *Dependencia termoluminiscente con el tamaño de partícula en alimentos ionizados por radiación*. Tesis de Licenciatura. México: UNAM.