

## UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

## FACULTAD DE QUÍMICA

# ANÁLISIS DE LA LUMINISCENCIA ÓPTICAMENTE ESTIMULADA (CW-OSL) DE MINERALES CONTENIDOS EN CHILE GUAJILLO (*Capsicum annuum* L.) EXPUESTOS A RADIACIÓN GAMMA.

## TESIS

## QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

## QUÍMICO EN ALIMENTOS

## PRESENTA

Karimm Ibarra Sosa

## ASESOR DE TESIS

Dr. Jesús Román López



Ciudad Universitaria, Cd.Mx., 2020



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: Profesor: NAVARRETE TEJERO JUAN MANUEL

- VOCAL: Profesor: GARCÍA ARRAZOLA ROEB
- SECRETARIO: Profesor: ROMÁN LÓPEZ JESÚS
- 1er. SUPLENTE: Profesor: HERNÁNDEZ TOLEDO HUGO CÉSAR
- 2° SUPLENTE: Profesor: DÍAZ CARRILLO MARÍA ESTHER

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA: UNIDAD DE IRRADIACIÓN Y SEGURIDAD RADIOLÓGICA DEL INSTITUTO DE CIENCIAS NUCLEARES UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

Dr. Jesús Román López

SUPERVISOR TÉCNICO:

Dra. Ivonne Berenice Lozano Rojas

SUSTENTANTE:

Karimm Ibarra Sosa

## Agradecimientos

Al apoyo otorgado a través del proyecto SIP-20181800-IPN.

A CONACYT por apoyarme económicamente en la adquisición de material y equipo, para llevar a cabo este trabajo, a través del proyecto 253777 (INFRA-2015).

A la UNAM, por darme la oportunidad de estudiar mi carrera en la facultad de química y por ayudarme en mi formación estudiantil.

## Índice general

Contenido	Página
Resumen	1
Planteamiento del problema	5
Hipótesis del trabajo	6
Objetivo general	6
Objetivos particulares	6
Capítulo I. Antecedentes	7
Capítulo II. Marco teórico	12
2.1. Aspectos generales del género Capsicum annuum L	12
2.1.1. Origen del género Capsicum	12
2.1.2. Terminología/clasificación	13
2.1.3. Composición química de la fruta <i>Capsicum</i>	16
2.1.4. Producción de chiles en México	
2.2. Irradiación de alimentos	21
2.2.1. Definición de irradiación y el espectro electromagnético	21
2.2.2. Definición y unidades de dosis absorbida	23
2.2.3. Dosis empleadas en la irradiación de alimentos	25
2.2.4. Irradiación en especias	
2.2.5. Reacciones químicas en la irradiación de alimentos	
2.2.6. Empaques para alimentos irradiados	

2.3. Estándares internacionales y regulación de alimentos irradiados	31
2.3.1. Estándar del Codex Alimentarius	31
2.3.2. Regulación de alimentos irradiados en México	34
2.3.3. Irradiación de alimentos en México	34
2.4. Detección de alimentos irradiados	36
2.4.1. Termoluminiscencia	39
2.4.2. Luminiscencia foto estimulada (PSL)	41
2.4.3. Luminiscencia ópticamente estimulada (OSL)	41
2.4.4. Modelo de bandas de energía	43
2.5. Descripción de minerales: cuarzos y feldespatos	45
2.5.1. Cuarzos	45
2.5.2. Feldespatos	48
Capitulo III. Metodología experimental	50
3.2. Extracción de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano	52
3.2.1. Extracción de minerales por el método de densidades	53
3.2.2. Extracción de minerales por el método de tamizado	55
3.3. Caracterización morfológica y composición atómica de minerales de chile guaj	jillo.
	56
3.4. Preparación de muestras de minerales de chile guajillo para análisis CW-OSL	. 57
3.5. Análisis de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo	58
Capítulo IV. Resultados y discusión	62

4.1. Comparación de los métodos de extracción de minerales: densidades y tamizado	C
	62
4.2. Caracterización morfológica y composición atómica de minerales extraídos de	
chile guajillo6	8
4.3. Propiedades CW-OSL de minerales de chile guajillo6	;9
Conclusiones	54
Trabajo a futuro	6
Bibliografía 8	57

## Índice de figuras

ContenidoPágina
Figura 2.1. Planta <i>Capsicum</i> con su respectivo fruto (Adaptada de: Guevara-González <i>et al.</i> , 2018)
Figura 2.2. Estructura química de los principales capsaicinoides (izquierda) y carotenos
(derecha) encontrados en <i>Capsicum annuum</i> L. (Adaptada de: Alpinovezza <i>et al.,</i> 2015; Feria de las Ciencias UNAM, 2017)
Figura 2.3. Representación gráfica del espectro electromagnético (Adaptada de: Cabello Rivero, 2019)
Figura 2.4. Esquema del irradiador Gray Star-Génesis (Adaptada de: Fan & Sommers, 2013)
Figura 2.5. Radicales libres y compuestos formados en la hidrólisis del agua
<b>Figura 2.6.</b> Símbolo de la radura utilizado en el etiquetado de alimentos que fueron irradiados de acuerdo al <i>Codex Alimentarius</i> (Adaptada de: Ferreira <i>et al.</i> , 2018)
<b>Figura 2.7.</b> Modelo de bandas de energía del proceso de TL y/o OSL (Adaptada de: Yukihara & McKeever, 2011)45
Figura 2.8. Representación de un tetraedro silícico (Adaptada de: Monroe <i>et al.</i> , 2008) 
Figura 2.9. Composición y nomenclatura de feldespatos comunes (Adaptada de: Wikiwand, 2020)
Figura 3.1. Diagrama experimental utilizado en el estudio de la respuesta CW-OSL de
minerales de chile guajillo mexicano y peruano
Figura 3.2. Bolsa con chile guajillo mexicano comprado en el mercado de Tacubaya y lesión de vaina
Figura 3.3. Bolsas con chile guajillo peruano y contenido neto de 75 g

<b>Figura 3.4.</b> Agitación (izquierda) y reposo (derecha) de chile guajillo mexicano durante la extracción de minerales por el método de densidades
Figura 3.5. Tamizado de chile guajillo mexicano con tres coladores de diferente tamaño de malla y obtención de cuatro fracciones (F1-F4) de chile guajillo con diferente tamaño
Figura 3.6. Microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-6390 LV ubicado en CICATA-Legaria (Adaptada de: CICATA, 2020)
<b>Figura 3.7.</b> a) Equipo Lexsyg Research y b) componentes internos del equipo: 1Tubo fotomultiplicador, 2Unidad de estimulación óptica, 3 Disco giratorio para el almacenamiento y carga de muestras, 4Rueda (Adaptada de: Richter <i>et al.,</i> 2013) 59
<b>Figura 3.8.</b> a) Equipo Gammacell 3000 <i>Elan</i> y b) esquema del proceso de irradiación de muestras (Adaptada de: Manual de Seguridad Theratronics para Gamacell 1000 Elite/ 3000 Elan (2020), Theratronics, 2020)
<b>Figura 4.1.</b> Minerales obtenidos de chile guajillo mexicano (izquierda) y peruano (derecha)
<b>Figura 4.2.</b> Microscopía electrónica de barrido de minerales separados de chile guajillo mexicano (izquierda) y peruano (derecha)
<b>Figura 4.3.</b> Respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano sin irradiar (natural) e irradiados a 10 Gy con partículas beta de <sup>90</sup> Sr
<b>Figura 4.4.</b> Comportamiento CW-OSL de dosis-respuesta de minerales de chile guajillo mexicano y peruano, los datos representan el promedio de la respuesta CW-OSL de dos muestras y las barras de error la desviación estándar (n=2)
<b>Figura 4.5.</b> Reproducibilidad de la respuesta CW-OSL de minerales separados de chile guajillo mexicano y peruano. Los datos representan el promedio de la respuesta CW-

OSL de tres muestras y las barras de error representan la desviación estándar (n=2).77

Figura 4.6. Respuesta CW-OSL remanente de minerales de chile guajillo mexicano y
peruano después de diferentes tiempos de borrado óptico78
Figura 4.7. Desvanecimiento de la intensidad CW-OSL integrada de minerales de chile
guajillo mexicano y peruano almacenados por diferentes tiempos. Las gráficas
insertadas muestran el desvanecimiento de la intensidad CW-OSL integrada desde 0
hasta 120 h de almacenamiento. Los datos representan el promedio de dos muestras
de minerales
Figura 4.8. Respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano
obtenidos por el método de densidades y tamizado83

## Índice de tablas

ContenidoPágina
<b>Tabla 2.1.</b> Composición nutrimental de chile dulce fresco y congelado seco (Adaptadade: Muhammad & Uebersax, 2018; Ciju, 2019)19
<b>Tabla 2.2.</b> Propósito y dosis aplicadas en la irradiación de alimentos (Adaptada de: DaWen, 2014; Adem <i>et al.</i> , 2019)
<b>Tabla 2.3.</b> Propósito y dosis aplicadas en la irradiación de especias (Adaptada de: FAO& OMS, 1999; Santamaría, 2010; Maraver <i>et al.</i> , 2012; Ferreira <i>et al.</i> , 2018)
<b>Tabla 2.4.</b> Algunos materiales utilizados como empaques específicos para alimentos irradiados y los países donde son autorizados (Adaptada de: Ferreira <i>et al.</i> , 2018) 30
<b>Tabla 2.5.</b> Dosis aplicadas a especias secas de acuerdo a la NOM-033-SSA1-1993(cancelada) (Adaptada de: Secretaría de Salud, 1995)
<b>Tabla 2.6.</b> Perspectiva histórica del volumen de frutas mexicanas irradiadas a losEstados Unidos (Adaptada de: Ferreira <i>et al.</i> , 2018)
<b>Tabla 2.7.</b> Métodos para la identificación de alimentos irradiados del Comité Europeode Normalización (Adaptada de Delincée, 2002; Arvanitoyannis, 2010; Stefanova <i>et al.,</i> 2010; Camean & Repetto, 2012)37
<b>Tabla 3.1.</b> Material y reactivos empleados en la extracción de minerales contenidos enchile guajillo
<b>Tabla 3.2.</b> Materiales y reactivos empleados para colocar minerales de chile guajillo enun portamuestras de aluminio57
<b>Tabla 4.1.</b> Comparación de la cantidad de minerales separados de chile guajillomexicano y peruano con dos métodos de extracción diferentes62
<b>Tabla 4.2.</b> Composición atómica de minerales separados de chile guajillo mexicano yperuano

Tabla 4.3. Razón OSL <sub>1</sub> /OSL <sub>2</sub> de la dosis respuesta CW-OSL de minerales de chile	
guajillo mexicano y peruano	74
Tabla 4.4. Porcentaje de intensidad CW-OSL integrada en minerales de chile guajillo	
mexicano y peruano almacenados por diferentes tiempos	81
Tabla 4.5. Tiempo de exposición a luz artificial en minerales de chile guajillo mexicano	о у
peruano durante la extracción de los mismos por los métodos de densidades y	
tamizado	83

#### Resumen

La irradiación de alimentos es reconocida como una tecnología utilizada en el procesado de alimentos, la cual utiliza radiación ionizante y rayos de electrones. Entre los principales objetivos de la irradiación de alimentos, destacan los siguientes: aplicación para tratamientos fitosanitarios como control de plagas, alargar la vida de anaquel de dicha matriz alimentaria y la reducción de bacterias patógenas. En la mayor parte del mundo, se irradian alimentos ya sea en laboratorios o plantas autorizadas, causando diversos efectos químicos y modificando las propiedades organolépticas de los alimentos. Debido a esto, es importante saber, antes de irradiar, si el alimento ha sido previamente irradiado para evitar sobreexposición en los mismos. Para ello, se recurren a métodos de identificación, los cuales abarcan los métodos físicos, químicos y biológicos. En los últimos años, se han estudiado y empleado los métodos de identificación en alimentos irradiados por termoluminiscencia (TL) y luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) (Morehouse, 2002; Cruz Zaragoza et al., 2012; Feliciano, 2018; Ravindran & Jaiswal, 2019). De acuerdo con el atlas agroalimentario publicado por el Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera en conjunto con la Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural (SAGARPA) en 2019, el volumen total nacional de producción de chiles fue de 3,379,289 toneladas, siendo el estado de Sinaloa el principal productor, con 858,544 toneladas (SIAP & SAGARPA, 2019). En este trabajo de tesis se estudió la luminiscencia ópticamente estimulada (CW-OSL) de minerales contenidos en chile guajillo (mexicano y peruano) para determinar si el alimento se encuentra irradiado o no. La selección de la materia prima se basó en tres datos importantes. Dos de ellos reportados en el atlas agroalimentario del año 2019 y uno más publicados en los artículos de Cruz Pérez et al. (2007) y Sumaya-Martínez et al. (2012). El atlas agroalimentario, destaca a México como el segundo productor mundial de chiles del género Capsicum annuum L, con un total de 3,379,289 toneladas y además, reporta un aumento del 16% en el comercio exterior entre 2009 y 2018. Otro dato de interés, es que los chiles dulces secos congelados poseen una concentración de vitamina C alta con respecto a otros cítricos como la naranja (Citrus sinensis), el limón (*Citrus limon*), y la guayaba (*Psidium guajava* L.), considerada como el mejor fruto con contenido de vitamina C, así como el mango (Manglifera indica L.). La selección de

1

la luminiscencia ópticamente estimulada para la identificación de chile guajillo irradiado es debido a que se ha utilizado en pocos trabajos (Kazakis & Tsirliganis, 2018; Mejía Vital, 2018) en la detección de alimentos irradiados, por lo cual, con este trabajo se busca ampliar la utilización de esta luminiscencia en el área de alimentos irradiados. Se utilizaron dos tipos de chile guajillo (1 kg), uno adquirido en un mercado popular de Tacubaya, Ciudad de México y el otro comprado en diferentes supermercados de la marca "Verde Valle", el cual resultó ser de origen peruano. El chile guajillo mexicano y peruano se sometió a una molienda para la extracción de minerales utilizando dos métodos diferentes. En el primer método, se pesaron 50  $\pm$  0.5 g de vaina de chile guajillo mexicano y peruano y después se pesaron las semillas, pedúnculo y cáliz contenidos en el kg de chiles mexicanos y de las bolsas de chile guajillo adquiridos en supermercados. Las vainas, pedúnculo, cáliz y semillas se colocaron en diferentes vasos de precipitados y se les agregó una solución de etanol/agua (50:50) para después dejar la mezcla en agitación constante por un tiempo de 3 h. Al término de la agitación, se realizaron lavados de la mezcla con agua bidestilada para separar los minerales de la fase orgánica. Este método también se realizó solo con agua bidestilada, pesando 200 ± 1 g de vaina sobrante de ambos chiles para observar algún cambio significativo en la cantidad de minerales extraídos. En el segundo método, se pesaron 200  $\pm$  1 g de chile guajillo nacional y peruano, y se sometieron a tamizados con tres diferentes tamaños de red. El tamizado se realizó en un refractario y después de obtener partículas finas, se extrajeron los minerales mediante lavados con 200 mL de agua bidestilada para separar la fase orgánica. En ambas metodologías, se añadió 20 mL de peróxido de hidrógeno al 30% a los minerales para retirar materia orgánica residual. Después, los minerales se trasladaron a una caja Petri y se agregó una mínima cantidad de acetona para el secado. La morfología superficial y composición atómica de minerales de chile guajillo mexicano y peruano se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). La respuesta CW-OSL natural (control) en minerales de chile mexicano y peruano se analizó con luz azul (458 nm), verde (525 nm) e infrarroja (850 nm) para determinar la región del espectro electromagnético (ultravioleta, violeta y verde) donde los minerales emiten con la mayor intensidad. Después, los minerales se irradiaron con una fuente de cesio 137 (<sup>137</sup>Cs) y se

estudiaron las propiedades luminiscentes CW-OSL de dosis respuesta (1-5000 Gy), desvanecimiento de la intensidad CW-OSL bajo condiciones de almacenamiento en la obscuridad y temperatura ambiente (0.5-960 h), y reproducibilidad de la respuesta CW-OSL (500 Gy). Con el objetivo de observar el efecto de las condiciones de extracción en la respuesta CW-OSL de minerales, se pesaron 200  $\pm$  0.1 g de chile guajillo mexicano y peruano, los cuales se irradiaron a 500 Gy. En la extracción de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano, se obtuvieron rendimientos de 0.070% y 0.042% con el método de tamizado, donde se utilizó una solución de agua y un tiempo de extracción de 6 días, mientras en el método de densidades se obtuvieron rendimientos de 0.025% y 0.015%, y se utilizó etanol/agua como solución y un tiempo de extracción de 10 días, lo cual indica que el método de tamizado brinda un mejor rendimiento y tiempo de extracción de minerales con respecto al método de densidades. La morfología superficial de minerales de chile guajillo mexicano y peruano muestra granos de diferentes tamaños con formas y caras irregulares. Los minerales de chile guajillo mexicano y peruano están compuestos atómicamente de silicio (21.33 y 21.08%) y oxígeno (55.40 y 66.06%) en mayor proporción y otros elementos en menor proporción, con los cuales se puede formar la estructura química de cuarzos y feldespatos como albita (NaAlSi<sub>3</sub>O8), anortita (CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8)</sub> y ortoclasas (KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>). Las condiciones de análisis CW-OSL donde se observó la mayor intensidad luminiscente de minerales de chile guajillo mexicano y peruano son estimulación con luz azul (458 nm) y detección en la región del ultravioleta.

A través del experimento de dosis-respuesta CW-OSL se determinó que los minerales de chile guajillo mexicano son considerados irradiados desde 100 hasta 5000 Gy, mientras los minerales de chile guajillo peruano son identificados como irradiados entre 250 y 4500 Gy. Se obtuvo un coeficiente de variación inicial de 18.8% en la reproducibilidad de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano, el cual, al aplicar un borrado óptico de 1h en los minerales, se disminuyó hasta un 3.5%. En minerales de chile guajillo peruano, al aplicar un borrado óptico por 2 h, se obtuvo un coeficiente de variación én la cual aplicar de variación de la respuesta CW-OSL del 2.61%. El desvanecimiento de la respuesta CW-OSL del 2.61%. El desvanecimiento de la respuesta CW-OSL de cual 2.61%.

comportamiento diferente al esperado. La respuesta CW-OSL de minerales contenidos en 200  $\pm$  0.5 g de chile guajillo mexicano y peruano después de la extracción por el método de tamizado y densidades es menor a la respuesta CW-OSL de los mismos minerales borrados ópticamente e irradiados a 500 Gy. Se obtuvo una pérdida de la intensidad CW-OSL integrada de 54 y 70% para minerales de chile guajillo mexicano y peruano, lo que significa que la exposición de chile guajillo mexicano y peruano a la luz artificial durante la extracción afecta considerablemente la intensidad CW-OSL.

#### Planteamiento del problema

Ciertos alimentos que se encuentran en el mercado nacional pueden estar irradiados debido a las condiciones fitosanitarias y de importación impuestas en el país, esto con el propósito de mejorar la calidad alimentaria de los consumidores y evitar la introducción de insectos y plagas que afecten el ecosistema natural. Por lo tanto, es necesario aplicar metodologías analíticas que permitan conocer si un alimento ha sido irradiado y/o tratar de estimar la dosis suministrada en los mismos para corroborar que se cumplan las normas internacionales (*Codex Stan 106-1983*) y evitar la sobreexposición de los alimentos, debido a que se pierde características sensoriales como son: olor, color, sabor y ablandamiento en frutas y verduras, así como la pérdida de vitaminas liposolubles e hidrosolubles como vitamina E, tiamina, Vitamina C, riboflavina, vitamina B12 y piridoxina y generación de 2-alquilciclobutanonas (2-ACBs) y 2-dodeciclobutanonas (2-DCBs), las cuales podrían ser catalogadas como un factor tóxico de iniciación y progresión de padecer cáncer de colon (Stefanova *et al.,* 2010).

En Latinoamérica, la legislación brasileña ha aprobado más de 117 tipos de alimentos para ser sometidos al proceso de irradiación, lo cual hace que se convierta en el país con mayor aprobación del proceso de irradiación que cualquier país del mundo, aparte de tener las leyes más liberales en cuanto a dosis (SERNAC, 2004). El problema real es que en México no se tienen normas para la regulación adecuada de alimentos expuestos a diferentes tipos de fuentes de radiación ionizante, las cuales podrían causar serios cambios químicos y organolépticos en los alimentos. Además, se están irradiando alimentos para su exportación sin contar con una norma nacional que los reglamente debido a que en México la Norma Oficial Mexicana (NOM-033-SSA1-1993) para la irradiación de alimentos fue cancelada en el año 2005.

5

## Hipótesis del trabajo

Mediante el estudio CW-OSL de minerales contenidos en chile guajillo (*Capsicum annuum* L.), se puede identificar este tipo de alimento como irradiado y verificar que el chile guajillo comercializado en México cumpla con las recomendaciones del *Codex Alimentarius* (*Codex Stan 106-1983*) debido a que la Norma Oficial Mexicana (NOM-033-SSA1-1993) para la irradiación de alimentos fue cancelada en el 2005.

## Objetivo general

Estudiar la luminiscencia ópticamente estimulada (CW-OSL) de minerales contenidos en chile guajillo (*Capsicum annuum* L.) mexicano y peruano, y determinar su aplicación en la identificación de este tipo de alimentos expuestos a radiación ionizante gamma.

## Objetivos particulares

- Extraer minerales de chile guajillo mexicano y peruano utilizando las metodologías de diferencia de densidades y tamizado.
- Obtener la composición atómica y analizar la morfología superficial de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano.
- Estudiar la luminiscencia CW-OSL en minerales de chile guajillo (sin irradiar e irradiados) utilizando luz de estimulación azul, verde e infrarroja.
- Analizar las propiedades CW-OSL de dosis-respuesta (1-5000 Gy), reproducibilidad (500 Gy) y desvanecimiento (500 Gy) de la intensidad en minerales de chiles guajillo mexicano y peruano.
- Estudiar el efecto de las condiciones de extracción en la respuesta CW-OSL de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano a través de los métodos de densidades y tamizado.

6

#### Capítulo I. Antecedentes

El chile en México es uno de los cultivos más importantes, desde los puntos de vista cultural, agronómico, nutricional y económico (Aguirre-Mancilla et al., 2017). Los chiles Capsicum están disponibles en una gran diversidad de tamaño, color, forma y pungencia, así como condimentos y especias conocidas a nivel mundial. El incremento en la demanda de comidas étnicas y de comidas fusionadas emergentes en los Estados Unidos y Europa ha ocasionado un incremento de demanda en dichos chiles. Esta demanda, acompañada de la globalización y comercio, ha trasladado en gran disponibilidad de una variedad amplia, de chiles como ingrediente principal en los supermercados. También, hay un gran interés en los chiles secos dulces congelados debido a su alto contenido de vitamina C (1,900 mg/ 100g) haciéndola superior con respecto a otros cítricos como la naranja (Citrus sinensis), el limón (Citrus limon) y la guayaba (Psidium guajava L.), las cuales contienen 53, 77 y 1,000 mg /100 g de vitamina C o el mango (Manglifera indica L.), el cual tiene un contenido de vitamina C de 3 mg/ 100g (Cruz Pérez et al., 2007; Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, 2007; Aniel Kumar & Subba Tata, 2009; Sumaya-Martínez et al., 2012; Muhammad & Uebersax, 2018). También, posee compuestos con actividad antioxidante, los cuales incluyen las clorofilas, carotenoides, tocoferoles y capsaicinoides (Ornelas Paz et al., 2010).

De acuerdo a datos de la FAO (2016), la producción mundial de chiles secos, fue de 3.82 millones de toneladas métricas (MTM), exhibiendo un incremento del 42% desde el año 1980 (1.59 MTM). Se destacan como productores mundiales países como la India, con 1.49 MTM, el cual representa un 39% de la producción global, seguido por Tailandia (0.32 MTM, 8.42%), China (0.30 MTM, 8.04%), Etiopía (0.17 MTM, 4.47%) y Pakistán (0.14 MTM, 3.82%) (Muhammad & Uebersax, 2018). La producción global de chiles *Capsicum* se compone principalmente de los siguientes: de pungencia de suave a alta en chiles; pimientos y chiles dulces utilizados como verduras y paprika, principalmente comercializada como una especia. El chile está presente en la cocina de la mayoría de los países del mundo debido a que, durante la Colonia, los españoles lo dieron a conocer en Asia a través de la Nao de China que viajaba de Acapulco a Manila

y es a partir de Filipinas que su consumo se adoptó por muchos países como China y la India. Los usos del chile son diversos como: condimento, colorante u hortaliza; en forma natural o industrializado, en salsas, enlatados, seco, en polvo o en conservas. Los mayores consumidores de chiles, son liderados por la India, seguido de Bangladesh, Etiopía, China, Pakistán y los Estados Unidos (Aguirre-Mancilla *et al.*, 2017; Muhammad & Uebersax, 2018).

A pesar de las tecnologías desarrolladas en la última década, el nivel de pérdida alimentaria reportada en muchos países sigue en ascenso. De acuerdo a la ONU, más del 30% de la tasa de mortalidad mundial, se debe a enfermedades alimentarias. Con el desarrollo de la resistencia de patógenos a compuestos químicos y el incremento en el consumo de alimentos frescos libres de pesticidas, la búsqueda de nuevas alternativas de sustancias o tratamientos ha ido en aumento. Éstos se rigen en el uso de compuestos químicos naturales "generalmente reconocidos como seguros", el uso de agentes de biocontrol, la modulación de sustancias naturales del huésped y la exposición a radiación ionizante (Aguirre-Mancilla *et al.*, 2017).

El uso de la radiación ionizante para la conservación de alimentos, así como su aplicación comercial para mejorar la calidad requiere de pruebas de rutina y confianza para la detección de alimentos irradiados. El método ideal para la detección debe de medir un efecto en específico de la radiación ionizante , la cual es proporcional a la dosis y no debe depender del proceso de almacenamiento del alimento y el lapso entre el tratamiento y la prueba (Da-Wen, 2014; Barkai-Golan & Follet, 2017).

Existen diversos riesgos de sobre exposición en alimentos irradiados, entre los cuales, se encuentran principalmente la pérdida de vitamina hidrosolubles y liposolubles, donde destaca la vitamina C y vitamina B12 y la creación de compuestos de la oxidación, como son aldehídos, cetonas, alcoholes, etc. Se piensa que la sobre exposición eliminará patógenos y hará que un alimento dañado adquiera un estado regenerativo, lo cual es una percepción falsa, ya que la sobre exposición de alimentos daña las paredes celulares de algunas frutas y verduras, causando ablandamiento y no elimina en su

totalidad virus y priones transmitidos por alimentos. Se debe considerar también, que la sobre exposición de alimentos lidera a pérdidas en propiedades sensoriales como olor y sabor. Recientemente, se ha estudiado con profundidad la presencia de 2-alquilciclobutanonas (2-ACBs) y 2-dodeciclobutanonas (2-DCBs) las cuales son productos únicos de sobre exposición de alimentos, y estos son considerados como cancerígenos, aunque se deben de realizar más estudios para conocer más a fondo la cinética y metabolismo que estas tienen en el organismo, así como datos estadísticos que permitan hacer una decisión sólida de poder catalogar a la irradiación de alimentos como un problema (Stefanova *et al.*, 2010).

Los métodos físicos, incluyendo la medición de la impedancia, viscosidad, análisis térmico, resonancia magnética nuclear, resonancia del espín electrónico, y luminiscencia, están basados en la detección de cambios en las propiedades físicas. Un método de detección física para alimentos irradiados es la luminiscencia ópticamente estimulada (OSL). Este método da resultados confiables solamente en alimentos que contengan suficientes minerales de silicatos. Los minerales son responsables de almacenar energía (electrones y huecos) en defectos cristalinos resultado de la exposición a radiación ionizante. La luminiscencia ópticamente estimulada se encarga de liberar dichos electrones que han sido atrapados en los defectos, dando como resultado una señal luminiscente debida a que los electrones regresan de un estado excitado a un estado basal perdiendo una parte de su energía en forma de fotones (Sandeva *et al.*, 2017).

Estudios conducidos desde 1950 apuntan a evaluar la utilización de la radiación ionizante en alimentos para extender la vida de anaquel y retardar su degradación fisiológica. La irradiación de alimentos fue implementada por la FDA en 1964 para inhibir el brote en papa blanca y para repeler la inhibición de insectos en 1986. En las últimas tres décadas, la cantidad de alimentos irradiados ha ido en aumento. En 1980, la JECFI concluyó que la irradiación de alimentos es segura y aceptable para todo tipo de alimento, al menos en una dosis máxima de 10 kGy. Esta conclusión fue adoptada por el *Codex Alimentarius*, revisando su estándar provisional de 1979 en un estándar

9

general en 1983 (*Codex Stan 106-1983*), el cual fue modificado en 2003. Una conferencia internacional fue celebrada en Génova, Suiza en diciembre de 1988 por la FAO y la ITCD-UNCTAD/GATT. El propósito de la conferencia fue establecer un documento internacional de aceptación, control y exportación de alimentos irradiados. Basados en una crítica evaluación de datos científicos que avalaban la seguridad y sanidad de los alimentos irradiados, las conclusiones apuntaron que alimentos irradiados con una dosis promedio de 10 kGy eran seguros para consumo humano. La detección de alimentos irradiados en Europa está regulada bajo la legislación L66/16-25, directiva de cobertura 1992/2/EC y 1993/3/EC. (Barkai-Golan & Follett, 2017; Sandeva *et al.*, 2017).

El desarrollo de metodologías analíticas para la identificación de alimentos irradiados en México es una necesidad imperante en comparación a países que cuentan con estándares o normas internacionales aplicables en asegurar que el alimento ha sido irradiado adecuadamente e impedir la distribución de alimentos con mala calidad fitosanitaria. Especias como chiles secos, son cotidianamente expuestas a radiación ionizante para asegurar la calidad sanitaria mediante la reducción de la carga de microrganismos patógenos y el control de infestación por insectos (NOM-033-SSA1-1993). En algunos casos los alimentos son irradiados con dosis mayores a las establecidas ocasionando pérdidas en su composición nutricional, modificaciones de textura, olor, color, y sabor (Public Citizen, 2000).

Existen pocos trabajos reportados (Cruz-Zaragoza *et al.*, 2012; Mejía Vital, 2018; Zanardi *et al.*, 2018) que nos hablan de la aplicación de luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) en minerales de diversas especias como chile guajillo (paprika o chilli), pimiento rojo en polvo *(Capsicum annuum* L.), pimiento negro *(Piper nigrum)* y orégano (*Origanum vulgare* L.) para su identificación de especia irradiada, así como nuevas ideas para detectar alimentos irradiados.

En esta tesis se propone la utilización del método OSL para la identificación de chile guajillo mexicano y peruano como irradiado, los cuales son distribuidos comercialmente

en el país, y no solamente estudiar las propiedades luminiscentes, sino que también mediante este trabajo, ayudar a establecer un protocolo efectivo de análisis OSL para el control de calidad de chiles secos irradiados, el cual podría servir como base para la implementación de la legislación y normatividad de alimentos irradiados en el país.

### Capítulo II. Marco teórico

### 2.1. Aspectos generales del género Capsicum annuum L.

### 2.1.1. Origen del género Capsicum

El género Capsicum (chilli, chile, paprika, pepper) constituye una de las especias más utilizadas en el mundo. Los restos más antiguos de la planta o fruto del chile (Capsicum) proceden del valle de Tehuacán (México) y datan del periodo 5,000-3,000 a.C, y su uso se conoce desde el año 7,500 d.C, haciéndola una de las plantas domesticas más antiguas conocidas. Se acuerda generalmente que el género *Capsicum* se originó en Bolivia, pero el centro de domesticación de las cinco especies cultivables y sus patrones de dispersión permanecen especulativas. La expansión de este género sigue un patrón en sentido a las manecillas del reloj, en la región de las amazonas, hacia la parte central y sureste de Brasil y luego de regreso a Sudamérica y finalmente a América Central. De acuerdo a varias investigaciones, se considera que hubo por lo menos dos eventos de domesticación separados, uno en América del sur, particularmente en el sur de Brasil y Bolivia, como se mencionó anteriormente, y una segunda en México y América Central. Estas dos regiones se cree que son el centro de origen de Capsicum annuum y Capsicum frutescens, mientras que Sudamérica lo es para Capsicum. chinese, Capsicum baccatum y Capsicum pubescens. La evidencia indica que el género Capsicum ha sido domesticado, al menos cinco veces, por gente prehistórica en diferentes partes de América del Sur y Central. El género Capsicum comparte la distinción de ser una de las primeras plantas cultivadas en el nuevo mundo junto a los frijoles (Phaseolus spp.), maíz (Zea mays L.) y las cucurbitáceas (Cucurbitaceae). Los chiles fueron una de las primeras especias utilizadas por humanos en cualquier lugar del mundo. Han sido cultivados por nativos del Nuevo Mundo (americanos) desde el centro de México hasta Sudamérica, donde son originarios. Columbus y los exploradores españoles encontraron que las bayas pungentes eran utilizadas como condimentos para los alimentos en el Nuevo Mundo, lo que les recordó del pimiento negro, de ahí el nombre de pimiento (Ravindran, 2017; Guevara-González et al., 2018).

12

Existen 45 especies, de las cuales, cinco especies domesticadas son reconocidas, y nombradas: Capsicum annuum, Capsicum baccatum, Capsicum chinese, Capsicum frutescens y Capsicum pubescens, y aproximadamente 20 especies salvajes han sido documentadas. De éstas, Capsicum frutescens ya no es reconocida como una especie individual, sino que está incluida como una variedad de Capsicum annuum. Cuando Hernán Cortes conquistó el imperio azteca, en 1521, ya empezaba a popularizarse en el sur de España el consumo de algunos chiles, cuyas semillas fueron llevadas allá por Colón y sus marineros. En el apartado siguiente, se menciona la diferencia de los términos chile, pimiento, paprika y de otras definiciones importantes. Su extensión de distribución geográfica de C. annuum y C. frutescens desde el Nuevo Mundo a otros continentes ocurrió en el siglo XVI por medio de comerciantes españoles y portugueses, mientras que las otras especies están distribuidas fuera de Sudamérica. Los términos Capsicum y chiles cubren todo el espectro de tipos pungentes y no pungentes, de los dulces Capsicum a los moderadamente pungentes. Éste último grupo es llamado comúnmente chiles. Los Capsicum y chiles crecen en todo el continente americano, especialmente en áreas tropicales, subtropicales y países con clima templado. Aproximadamente el 89% de las áreas totales cultivadas con Capsicum y chiles en el mundo están localizadas en India, China, Corea, Tailandia, Vietnam e Indonesia. La segunda región más importante en el cultivo de Capsicum y chiles comprende a Estados Unidos y México, con 7% del área total y finalmente 4% del área cultivable corresponden a Europa, África y el Medio Oriente. La India es líder en el área de producción de chiles. La mayoría de los productos utilizados comercialmente para la preparación de alimentos son C. annuum. Hay excepciones notables que incluyen la salsa Tabasco (C. frutescens), manufacturada por Mcllhenny Co., Avery Island, Louisiana y chiles Peppadew (C. baccatum), manufacturada por Peppadew Int'I (Pty) Ltd, Bryanston, Sudáfrica. (Peter, 2012; Ravindran, 2017; Guevara-González et al., 2018; Muhammad & Uebersax, 2018; Ramichiary & Kole, 2019).

#### 2.1.2. Terminología/clasificación

Primero, debemos definir qué es una especia. De acuerdo a la Organización Internacional de Estandarización (ISO), las especias y condimentos los define como:

Productos vegetables o mezclas del mismo, exentos de materia extraña, usados como sazonadores, aderezos y que imparten aroma a los alimentos. Sobre el término especia, también puede utilizarse para referirse a hierbas. La distinción entre hierbas y especias es generalmente el siguiente:

- Las hierbas pueden estar definidas como hojas secas provenientes de plantas aromáticas utilizadas para impartir olor y sabor a los alimentos. Las hojas son comúnmente tratadas por separado de los tallos de las plantas y tallos de las hojas.
- Las especias pueden estar definidas como las partes secas de plantas aromáticas con excepción de las hojas. Esta definición se emplea mundialmente y cubre todas las partes de la planta.

La terminología *Capsicum* es muy confusa; comúnmente conocida como pimiento, pimiento rojo, pimiento verde, chile, ají, paprika, y continúa. Los términos chili, pimiento, y paprika se refieren a la fruta del grupo de las dicotiledóneas de plantas florecientes que pertenecen al género *Capsicum* y a la familia de las solanáceas. En la Figura 2.1, se ilustra el género *Capsicum* con su respectivo fruto



Figura 2.1. Planta *Capsicum* con su respectivo fruto (Adaptada de: Guevara-González *et al.*, 2018) El nombre *Capsicum* no solamente se utiliza para denominarla científicamente, sino que también es utilizado comúnmente por los chefs y las amas de casa. A continuación, se describen definiciones importantes de la terminología utilizada:

### Nombre Significado y uso

Ají Derivado del dialecto Arawak del caribe.

- Cayenne Un fruto pungente, nombrado por la ciudad de Cayenne, Guyana Francesa, y es usado molido en un puré y fermentado en salsas. Los términos chilli y cayenne son sinónimos.
- "Chil o xilli" Variación de chile derivado del Náhuatl, engloba las plantas del género *Capsicum*. En México se refiere al chile verde o rojo largo, esta terminología es empleada también en Centroamérica y el suroeste de Estados Unidos, además es utilizado para cualquier especie de *Capsicum*.
- Chilli Nombre adoptado en la India y países de Asia del sur, donde y está siempre asociado a variedades pungentes de *C. annuum* y *C. frutescens*. También es utilizado en los siguientes países: Etiopia, Japón, Kenia, México, Estados Unidos, Nigeria, Pakistán y Tanzania.
- Chile en Una mezcla de especias compuesta por ella y está constituida además polvo de otras especias: comino, orégano, ajo en polvo y sal.
- Paprika Un pimiento molido de color rojo intenso, usualmente no pungente, utilizado primordialmente para brindar color y sabor a los alimentos procesados; todas las variedades de paprika son *C. annuum*. Esta terminología es empleada en países como: Hungría, Bulgaria, Egipto, Marruecos, España y Portugal.
- Pimiento Término genérico describiendo los frutos de cualquier especie de *Capsicum*, ambas pungentes o no pungentes, para distinguirlas del pimiento negro (*Piper nigrum*). En España el término "Pimiento" refiere a cualquier especie de *Capsicum*, pero en Estados Unidos, "pimiento" o "pimento" se refiere solamente a aquellos con pared gruesa, forma de corazón y especies pungentes y no pungentes de *C. annuum*.

El género de Capsicum es clasificado en base a su uso: vegetal (pimiento morrón) o especia (paprika); grado de pungencia: no pungentes (chiles dulces) y pungentes (cayenne); color de la fruta (amarilla, verde, y roja), forma (elongada, rechoncha o en forma de corazón) y tamaño. Cococ, cocopatic y cocopalatic son términos en náhuatl que utilizaban los antiguos mexicanos para categorizar los chiles según su grado de pungencia: picantes, muy picantes y picantísimos. La utilización de pimientos Capsicum está dictado bajo tres tipos de mercado: Al por menor, institucional o de uso industrial. La intensidad de percibir el picor o pungencia ha sido un atributo importante que se ha evaluado y diferenciado en el mercado. Aunque la cuantificación del compuesto activo es lograda gracias a técnicas de cromatografía, percibir la intensidad del picor es comúnmente realizada utilizando métodos sensoriales y reportada como Unidades de Picor Scoville (SHU). Esta prueba sensorial está basada en una serie de diluciones de muestras y probar directamente el producto. La técnica es comúnmente desarrollada para proporcionar un medio cuantitativo percibido por la pungencia de Capsicum usando un procedimiento estandarizado. La mayoría de los chiles cultivables que crecen en todo el mundo pertenecen al género C. annuum, var. annuum (en el siguiente apartado se explica la diferencia entre C. annuum y C. annuum, var. annuum), los más conocidos son Tabasco (C. annuum, var. glabriusculum o C. frutescens) y habanero (C. chinese). Las otras dos especies (C. baccatum y C. pubescens) son cultivados en países sudamericanos. El centro de diversidad para Capsicum radica en la región de los andes, en la parte noroeste de Sudamérica. El centro de la diversidad de pungencia comprende desde el sur de Brasil hasta Bolivia, mientras que los chiles sin pungencia pudiesen haber tenido su origen en Centroamérica y México. Por el tiempo en que llegaron los conquistadores europeos, los mexicanos ya tenían muchas variedades en el proceso de domesticación, tales como poblano, jalapeño, serrano y variedades no pungentes. (Tainer & Grenis, 1993; Peter, 2012; Ravindran, 2017; Muhammad & Uebersax, 2018).

### 2.1.3. Composición química de la fruta Capsicum

Químicamente, todas las *Capsicum* son similares, principalmente teniendo capsaicinoides que aportan a la pungencia, la característica más buscada en chiles. El

segundo atributo importante es la intensidad de color (valoración de color) en la fruta seca. El factor de la pungencia es contribuido por un grupo de compuestos alcaloides denominado capsaicinoides. Los más importantes en este grupo son la capsaicina y la di hidrocapsaicina, los cuales son responsables del 90% de la pungencia del fruto. La pungencia se mide en unidades de calor, y es denominada Número de Unidades Scoville (SHU). Las unidades pueden expresarse en chiles secos o frescos. El rango de SHU va desde 0 (chile dulce), de 100-500 (chiles de baja pungencia) y de 500,000 o más (chiles de alta pungencia). La pungencia de la capsaicina pura es estimada en 16 millones SHU, lo que significa que los chiles de picor alto tienen una calificación de 7-8 de pungencia en capsaicina pura. El color rojo intenso de los chiles maduros se debe a un grupo de los carotenoides, siendo los mayoritarios la capsantina (30-60%) y su isómero, capsorrubina (6-18%) y otros minoritarios como zeaxantina, criptoxantina, y luteína, entre las cuales están presentes ácidos grasos esterificados. La capsantina y capsorubina son los pigmentos únicos en el género Capsicum y no están presentes en otras especies de plantas. Los pigmentos que actúan como provitaminas son la criptoxantina y el 

ß-caroteno. Generalmente, la Capsicum roja es la fuente de capsantina; a veces las Capsicum rojas contienen zeaxantina, la cual brinda el color predominante. La oleorresina de *Capsicum* se compone de los siguientes capsaicinoides: capsaicina (~70%), dihidrocapsaicina (~20%), nordihidrocapsaicina (~7%), homocapsaicina (~1%) y homodihidrocapsaicina (~1%). En la Figura 2.2, se exponen las estructuras químicas de capsaicinoides y carotenos únicos en la especie Capsicum annuum L. (Peter, 2012, Vallejo Rueda, 2015; Sánchez Segura & Gutiérrez López, 2016; Ravindran, 2017; Muhammad & Uebersax, 2018; Ciju, 2019; Lukey et al., 2019).



Figura 2.2. Estructura química de los principales capsaicinoides (izquierda) y carotenos (derecha) encontrados en *Capsicum annuum* L. (Adaptada de: Alpinovezza *et al.,* 2015; Feria de las Ciencias UNAM, 2017)

Más del 90% de la fruta *Capsicum*, la constituye el agua. El resto de los nutrientes son fibra (2.2%), glucosa (0.85%), almidón (0.81%), fructosa (0.75%), y pectina (0.73%). Todas las variedades de *Capsicum* tienen un alto contenido de vitamina C y A comparado a las frutas cítricas y zanahorias, respectivamente. También contienen una mayor cantidad de vitamina B6. Las frutas maduras de *C. annuum* contienen mono y diacilgalactolípidos como lípidos mayoritarios. El ácido linoleico y linolénico son los ácidos grasos poli insaturados mayoritarios en el pericarpio, pero las semillas contienen una cantidad mayor de ácido linoleico. El aroma y sabor de *Capsicum* fresco está impartido por sus bajos aceites volátiles, en un rango de 0.1 a 2.6% en chiles. A continuación, se muestra en la Tabla 2.1 la composición nutrimental detallada de chile crudo y seco congelado (Muhammad & Uebersax, 2018; Ciju, 2019).

Nutriovata	Unidades	Valor/100 g en chile	Valor/100 g en chile
Nuthente		crudo	seco congelado
Agua	g	92.2	2.0
Energía	kcal	31	314
Proteína	g	0.9	17.9
Lípidos grasos	a	0.2	2.0
totales	g	0.3	3.0
Fibra dietética total	g	2.1	21.3
Azúcares (totales)	g	4.2	40.8
Calcio (Ca)	mg	7	134
Hierro (Fe)	mg	0.4	10.04
Magnesio (Mg)	mg	12	188
Fosforo (P)	mg	26	327
Potasio (K)	mg	211	3,170
Sodio (Na)	mg	4	193
Vitamina C	mg	127.7	1,900
Vitamina B-6	mg	0.3	2.2
ß-caroteno	μg	1,624	42,891
Vitamina A,IU	IU	3,131	77,261
Vitamina E		1 50	
(α-tocoferol)	mg	06.1	
Vitamina K			100.0
( filoquinona)	μg		108.2

**Tabla 2.1.** Composición nutrimental de chile dulce fresco y congelado seco (Adaptadade: Muhammad & Uebersax, 2018; Ciju, 2019)

Los chiles son ricos en compuestos bioactivos como antioxidantes, incluyendo clorofila, carotenoides, tocoferoles y capsaicinoides. Se ha reportado que los chiles producen antioxidantes fenólicos neutrales y ácidos, los cuales son importantes en la respuesta de la defensa de la planta y el resultado de la calidad de la fruta. Se ha notado que los

niveles de antioxidantes dietéticos son afectados por la madurez, genotipo y procesamiento (Muhammad & Uebersax, 2018).

### 2.1.4. Producción de chiles en México

De las especies domesticadas, cuatro de las cinco ya mencionadas se encuentran en México. Se reportan 64 diferentes tipos de chiles en el país, que se consumen frescos, deshidratados, cocidos o industrializados; esta gran diversidad se ve reflejada en la riqueza culinaria del país. El 15.5% de la producción nacional de chile proviene de la agricultura protegida, esta incluye la malla sombra (9.2%) e invernadero (6.3%) y el 84.5% se cultiva en cielo abierto. El chile se comercializa tanto en verde como en seco, de su valor, el 23% se obtiene de chiles deshidratados, de ahí la importancia que tiene el secado. Existen 14,932 predios en el país destinados a producir chile seco, los principales estados donde se encuentran son: San Luis Potosí, Zacatecas y Oaxaca. Durante los meses de enero, febrero, marzo y diciembre se obtiene la mayor producción de chile seco. En México, existen más de 11 mil 700 productores de chile seco, el número de mujeres que participan en esta labor corresponde aproximadamente al 15% del total. La derrama económica que generó el chile seco en 2017 alcanzó los 6,559 millones de pesos con un volumen de producción de 120 mil toneladas (SIAP & SAGARPA, 2018).

Los chiles son productos con un alto potencial de mercado en el ámbito internacional. Una producción anual de 3.2 millones de toneladas y crecimiento anual promedio de 4.82% en el periodo 2003-2016, estos productos mostraron una participación creciente y estable en la oferta nacional (SIAP & SAGARPA, 2017). Actualmente, son cultivos importantes de exportación, ya que el 29.71% de la producción total se destina al mercado internacional. Los principales estados con zonas dedicadas al cultivo son Zacatecas (39 123 ha), Chihuahua (20 230 ha), San Luis Potosí (13 406 ha) y Sinaloa (11 636 ha) que concentran 59.06% de dicha superficie. En particular, las exportaciones mexicanas representaron un porcentaje muy significativo de las importaciones de chile y pimientos que hacen los siguientes países: Estados Unidos (7.99%), Canadá (55.45%) y, Guatemala (52.25%) (SIAP & SAGARPA, 2017). México es uno de los grandes competidores a nivel internacional; asimismo, sus ventajas comparativas lo posicionan como un proveedor predilecto en el comercio internacional de este cultivo. En el contexto productivo, de las 173,000 hectáreas sembradas en 2016, el 92.60% de la superficie se encuentra mecanizada, el 58.71% cuenta con tecnología aplicada a la sanidad vegetal, mientras que el 56.60% del territorio sembrado contó con asistencia técnica (SIAP & SAGARPA, 2017). En el 2030, se estima un aumento en la demanda mundial de 6.30 a 8.10 millones de toneladas, mientras que la producción nacional de chiles tiene la capacidad de incrementarse de 3.28 a 4.02 millones de toneladas, lo cual representa un crecimiento acumulado de 22.44%. Como México exporta a 43 países, se deben establecer normas con métodos analíticos para determinar si los chiles fueron expuestos a radiación ionizante gamma (<sup>137</sup>Cs o <sup>60</sup>Co) y establecer un rango óptimo de dosis para poder exportar de acuerdo a lo establecido en las diferentes normas de cada país. El consumo anual per cápita de chile verde en México es de 18.4 kg (Aguilar Hernández & Esparza Frausto 2010; SIAP & SAGARPA, 2017; SIAP & SAGARPA, 2018; SIAP & SAGARPA, 2019).

### 2.2. Irradiación de alimentos

#### 2.2.1. Definición de irradiación y el espectro electromagnético

La irradiación, denominada radurización, pasteurización o esterilización fría, consiste en una serie de procesos mediante los cuales se aplican radiaciones ionizantes. La subsiguiente formación de radicales libres destruye los microrganismos y las células germinativas de algunos alimentos como tubérculos y semillas. Se considera un método alternativo a los tratamientos térmicos para la conservación de alimentos. Puede aplicarse con los siguientes fines:

- a) Prevención de germinación y brote de patatas, cebollas, ajos y otras hortalizas
- b) Desinfestación de algunos granos, frutas, hortalizas y frutos secos
- c) Retardo de la maduración y el envejecimiento de frutos y hortalizas
- d) Prolongación de la vida de anaquel o vida útil y prevención de enfermedades de transmisión alimentaria (Escherichia coli 0157:H7, Listeria monocytogenes, Salmonella spp., Vibrio spp., Staphylococcus aureus, y Campylobacter),

reducción del número de microrganismos viables, y destrucción de agentes patógenos en pescados, mariscos, carnes de aves de corral y frescas

e) Tratamientos fitosanitarios, sanitarios y de cuarentena

Los alimentos irradiados; por tanto, son aquellos alimentos que han sido tratados con emisiones de radiación ionizante. Dicho proceso se clasifica como un proceso físico que consiste en exponer los alimentos a la acción directa de rayos electrónicos o electromagnéticos. La radiación ionizante es parte del espectro electromagnético. Se le llama espectro electromagnético a la distribución de radiaciones electromagnéticas en función de su frecuencia y longitud de onda. Dicho espectro se señala en la Figura 2.3. El espectro electromagnético abarca desde las radiaciones de mayor longitud de onda, hasta las de menor longitud de onda y mayor frecuencia, como los rayos X y gamma. Entre ambos extremos se encuentran otros tipos de radiaciones, como las correspondientes al espectro de luz (luz ultravioleta, luz visible y rayos infrarrojos) (Hernández, 2010; Da-Wen, 2014; Castillo *et al.*, 2019).



Figura 2.3. Representación gráfica del espectro electromagnético (Adaptada de: Cabello Rivero, 2019)

Entre más grande sea la longitud de onda, menor será la cantidad de energía asociada. Las ondas de radio poseen muy largas longitudes de onda de 30 cm a 3 km, y éstas poseen energías bajas. Las microondas, relativamente ondas de baja energía, pueden causar vibraciones moleculares en materiales como los alimentos que contengan almidón y grasas, resultando en un calentamiento rápido. Los rayos X y los rayos gamma, por otra parte, son radiaciones de longitud de onda corta que poseen niveles de energía altos. Cuando son expuestos los materiales a radiación ionizante, un electrón puede ser removido de un átomo o de una molécula, causando ionización. Por esta razón, es llamada radiación ionizante (Lacroix *et al.*, 2002; Da-Wen 2014).

### 2.2.2. Definición y unidades de dosis absorbida

La dosis absorbida es proporcional a la energía ionizante depositada por unidad de masa de material. Los efectos del tratamiento están relacionados a esta cantidad, la cual es la más importante especificación para cualquier proceso de irradiación. La unidad internacional de la dosis absorbida es el gray (Gy), el cual posee las siguientes equivalencias (McLaughlin *et al.*, 1989):

1 Gy= 1 Joule/kilogramo (J/Kg)

1 Gy= 1 watt-segundo/ kilogramo (Ws/ Kg)

1 kGy= 1 Kilojoule/ kilogramo (KJ/Kg)

1 kGy= 1 kilowatt-segundo/kilogramo (kWs/Kg)

Para medir la dosis absorbida se pueden utilizar diversos tipos de dosímetros comerciales, dependiendo del producto que se vaya a irradiar. Es conveniente que el dosímetro sea parecido a la muestra. Se emplean dosímetros como películas de tinte radiocrómico (PTR), dosímetros líquidos como solución de sulfato ferroso, al cual se le conoce como dosímetro de Fricke y dosímetros luminiscentes como el fluoruro de litio en polvo o en cristal (Adem, *et al.*, 2019).

Los alimentos son expuestos a radiación gamma (γ), protegiendo su estructura química, ya sea en bultos o en empaques, por un tiempo definido para brindar la dosis deseada. Existen dos fuentes de irradiación utilizadas, aquellas que provienen de radiosótopos como son el cobalto 60 (<sup>60</sup>Co) y el cesio 137 (<sup>137</sup>Cs), los cuales emiten rayos gamma, rayos X o electrones generados por aceleradores de electrones, como los aceleradores lineales. El límite máximo de fuerza de dichas fuentes, son de 10 MeV para el caso de electrones, 5.0 MeV (7.5 MeV en USA) para rayos X y 1.33 MeV para <sup>60</sup>Co y finalmente 1.33 MeV para <sup>137</sup>Cs (Mahindru, 2009; Beom-Seok *et al.*, 2016).

En la Figura 2.4, se ilustra el equipo de irradiación Génesis, el cual utiliza radiación gamma y fue diseñado específicamente para procesar alimentos. El fabricante reporta que este equipo es económico y de fácil instalación en plantas de irradiación y ocupa un menor espacio. Este irradiador, como otros (Cajas con asas, Palletron), no requiere de protección subterránea ni de sistemas de cableo complejos. Se le conoce como un irradiador seguro debido a que el <sup>60</sup>Co no deja la piscina protegida, donde el producto es sumergido a dicha piscina, la cual, se encuentra adyacente a la fuente. Se requiere que el producto se encuentre seco para evitar pérdidas de eficiencia asociadas a sumergir el alimento a una piscina. Maneja rangos de dosis de 20 Gy a 50 kGy. El irradiador Génesis, es una unidad de lote continuo, el cual irradia el producto al fondo de una piscina de agua. El producto es trasladado dentro de la piscina por contenedores especiales de producto conocidos como campanas a través de un montacargas acompañado de un sistema de carro. Al fondo de la piscina, el producto es irradiado en una posición estacionaria por ambos lados en una cámara seca llena con helio inerte, la cual, contiene la fuente de radiación. Este irradiador está clasificado como categoría III, el cual se caracteriza por ser autónomo y definido por la IAEA (International Atomic Energy Agency) como inherentemente seguro por diseño (Gray Star Company, 2020).

24


Figura 2.4. Esquema del irradiador Gray Star-Génesis (Adaptada de: Fan & Sommers, 2013)

# 2.2.3. Dosis empleadas en la irradiación de alimentos

De acuerdo a la Tabla 2.2, la exposición de alimentos a una fuente de rayos gamma puede aplicarse con los siguientes propósitos y dosis absorbidas, las cuales a su vez se clasifican en dosis bajas, medias y altas (Da Wen, 2014; Adem *et al.*, 2019).

**Tabla 2.2.** Propósito y dosis aplicadas en la irradiación de alimentos (Adaptada de: DaWen, 2014; Adem et al., 2019)

Propósito	Dosis (kGy) y clasificación
Inhibición de brotes	0.03-0.12 (Baja)
Método de desinfestación	0.2-0.8 (Baja)
Destrucción de parásitos, inhibición de	
la germinación , desinfestación de	<1 (Baja)
insectos y retardo en maduración	

Eliminación	de	patógenos	como:		
Escherichia	coli	0157:H7,	Listeria		
monocytogen	ies,	Salmonella	spp.,	2-7 (Media)	
Vibrio spp.,	Staph	ylococcus a	ureus, y		
Campylobact	er				
Extensión d	e vio	la de ana	aquel y	1-10 (Media)	
reducción de la carga microbiana					
Esterilización de alimentos, eliminación					
de levaduras, hongos, bacterias y virus					

Un mayor número de productos se pueden irradiar a dosis absorbidas bajas y medias aprobadas por autoridades y aceptadas por el público. Entre las aplicaciones de irradiación de alimentos más importantes se pueden resaltar los siguientes: cereales, especias, papas, cebollas, condimentos, carnes rojas y pollos (Adem, *et al.*, 2019). En la irradiación de alimentos, el material radiactivo se encuentra herméticamente encerrado impidiendo el contacto y evitando la contaminación del alimento, además las plantas cuentan con un sistema de protección radiológica de acuerdo a la normatividad mexicana que es vigilada por la Comisión Nacional de Seguridad Nuclear y Salvaguardias (CNSNS). La energía de la radiación ionizante que se aplica en los alimentos en la práctica puede ser de alta, sin embargo, no es lo suficientemente intensa para inducir algún cambio en el núcleo atómico (Fan & Sommers, 2013).

#### 2.2.4. Irradiación en especias

Las especias normalmente son descontaminadas por irradiación o fumigación con óxido de etileno, aunque algunas especias son tratadas con vapor. El óxido de etileno está prohibido en muchos países europeos porque es cancerígeno cuando se inhala y deja residuos químicos perjudiciales. A continuación, en la Tabla 2.3, se muestran las dosis aplicadas en especias y su propósito. Tabla 2.3. Propósito y dosis aplicadas en la irradiación de especias (Adaptada de: FAO

Alimento	Propósito de la irradiación	Dosis aplicada	
Capsicum annuum L.	Evaluación de capsaicinoides y	2, 4, 6, 8 v 10 kGv	
	capsaicinas		
	Prevención de la contaminación de		
	los alimentos a los cuales se les	3-10 kGy	
Especias	añade ingredientes		
	Descontaminación de ciertos aditivos	10-50 kGy	
	e ingredientes alimentarios	10-50 KGy	
	Desinfección de artrópodos	30 kGy máx.	
	De acuerdo a la especificación del		
	Codex Alimentarius, se busca:		
Especias secas /	a) Combatir la infestación de	a) basta 1 kGv	
	insectos	a) hasia 1 kGy	
	b) Reducción de la carga		
	microbiana	KGy	
anmentarius)	c) Reducción del número de		
	microrganismos patógenos.		
	Reducción inmediata a un 1% de la	5 401 0	
	población bacteriana	5-10 KGY	

& OMS, 1999; Santamaría, 2010; Maraver et al., 2012; Ferreira et al., 2018)

Dosis de entre 7.5 y 15 kGy no afectan las propiedades sensoriales de las especias, pero sí de las hierbas. La mayoría de los materiales para el envasado de especias y condimentos son compatibles con el proceso de irradiación, pero algunos plásticos no lo son y la viabilidad del material se determina antes de iniciarse el tratamiento. Durante la irradiación, el envase está cerrado sin que esto afecte la penetrabilidad del haz. Al acabar, tampoco se requiere la apertura de los envases, así que el aroma se conserva mejor (Santamaría, 2010).

#### 2.2.5. Reacciones químicas en la irradiación de alimentos

La mayor parte de los componentes de las matrices alimentarias están compuestas de agua, carbohidratos, lípidos, proteínas, y en pequeña proporción vitaminas y minerales, las cuales poseen una función fundamental en la nutrición humana. Los efectos de la irradiación han sido estudiados por mucho tiempo en un rango amplio de alimentos donde dependen principalmente de la matriz alimentaria que compongan a éstos, lo cual deriva a la consecuencia del efecto ionizante que tendrán. La técnica de radiación, induce a generar ciertos compuestos que son dañinos, aunque también técnicas físicas como el secado, calentamiento y cocción generan una mayor pérdida nutricional que la irradiación. La base de la descomposición química debido a la irradiación comprende dos principales vías. La primera vía, en donde los electrones son trasladados a estados de energía altos (átomos excitados), o por el contrario, son liberados, convirtiendo átomos o moléculas en iones con cargas positivas o negativas. Estas modificaciones se les conoce como primarias o efectos directos de la radiación ionizante, los cuales resultan como radicales libres o nuevos compuestos, ambos químicamente reactivos e inestables. También, un efecto directo es cuando la radiación gamma, electrones acelerados y rayos X generan un daño particular en las bases azucaradas del ADN. Los radicales libres generados en los alimentos pueden reaccionar entre ellos o entre los componentes del propio alimento (efectos secundarios o efectos indirectos). Existen otros compuestos dañinos producto de la irradiación de alimentos denominados 2alquilciclobutanonas (2-ACBs), 2-dodecanobutanonas (2-DCBs) y en menor concentración 2-tetradeciclobutanonas (2-TCBs), las cuales provienen de la ruptura de moléculas que forman a los triglicéridos. (Crews et al., 2012; Ferreira et al., 2018).

## 2.2.5.1. Radiólisis del agua

En la Figura 2.5, se muestran los radicales libres y productos formados al irradiar el agua a 25 °C.

a) 
$$H_2 O \longrightarrow H_2 O^+ + e^- \xrightarrow{H_2 O} OH^{\cdot} + H_3 O^+$$
  
b)  $H_2 O \longrightarrow H^{\cdot} + OH^{\cdot}$   
c)  $H_2 O_2$ ,  $H_2$ ,  $H^{\cdot}$ ,  $OH^{\cdot}$ ,  $H_3 O^+$ 

Figura 2.5. Radicales libres y compuestos formados en la hidrólisis del agua.

El agua es el componente principal de los seres vivos y, por tanto, es el medio principal con el que interacciona la radiación ionizante. Al interaccionar la radiación ionizante con una molécula de agua se pueden producir las siguientes reacciones: una molécula de agua pierde un electrón (ionización) y genera un ion hidronio acompañado de un radical hidroxilo (Figura 2.5a); debido a la interacción con otra molécula de agua; la ruptura de enlaces, los cuales generan radicales libres como hidroxilos e hidrógenos (Figura 2.5b); en el proceso de excitación un electrón de la molécula de agua pasa a un estado más energético. Todos estos compuestos son los llamados productos radio inducidos y, en general, son muy reactivos. Los productos anteriores continuarán reaccionando entre ellos o con átomos o moléculas hasta conseguir una forma estable, como por ejemplo, el proceso de recombinación, el cual genera moléculas de agua y dimerización, formación de peróxidos e hidrógeno monoatómico (Figura 2.5c). Cada radical generado durante la radiólisis del agua afecta a los alimentos de forma diferente. El radical hidroxilo es un potente agente oxidante, mientras que los electrones y el ion hidrógeno son agentes reductores. Por tanto, inducen reacciones de oxidación y reducción en los alimentos, las cuales también dependerán de factores como pH y temperatura. Una cantidad muy grande de moléculas tóxicas produce la muerte de una célula. Por último, el oxígeno oxida radicales libres formando también peróxido de hidrógeno, hidroperóxidos, así como la formación de ozono (O<sub>3</sub><sup>+</sup>). Los alimentos más afectados son aquellos que contienen una gran cantidad de líquido, ya que el movimiento de los reactantes formados es fácil, los cuales son: carnes frescas y derivados de la carne. Para que la cinética sea lenta, es recomendable congelar los alimentos, ya que los

radicales generados tendrán una movilidad lenta, tardando en reaccionar entre ellos o entre moléculas del propio alimento, incluso, los radicales libres pueden persistir tiempos prolongados. El secado y el contenido sólido del alimento (huesos) limitan la flexibilidad y movilidad de radicales libres y, por tanto, un menor daño producto de la hidrólisis del agua se observa en el alimento. También, se sugiere realizar la irradiación en ambientes de anaerobiosis, ya que induce a un menor número de radicales libres formados debido a la falta de oxígeno para formar peróxidos, causando disminución en olores y sabores (Molins, 2001; Suárez, 2001; Mahindru, 2009; Santamaría, 2010; Fan & Sommers, 2013; Ferreira *et al.*, 2018).

## 2.2.6. Empaques para alimentos irradiados

Diversos tipos de materiales utilizados como empaques han sido aprobados en diferentes países para su uso en alimentos irradiados. En la Tabla 2.4, se enlistan los materiales más importantes autorizados en Estados Unidos, Canadá, Polonia y la Unión Europea, así como la máxima dosis permitida para los mismos.

Material de empaque	País	Dosis máxima (kGy)
Cartón	Polonia y la Unión	35 v 10
Canon	Europea	00 y 10
Co polímero de acetato	Canadá v USA	30
vinil-etileno		50
Fibra encerada	Canadá y USA	10
Papel glassine	USA	10
Arpillera	Unión Europea	-
Papel kraft	USA	0.5
Film de nitrocelulosa,		10
celofán	004	10
Papel	Polonia y la Unión	35 y 10

**Tabla 2.4.** Algunos materiales utilizados como empaques específicos para alimentosirradiados y los países donde son autorizados (Adaptada de: Ferreira *et al.*, 2018)

	Europea	
Película de polietileno	Polonia v LISA	10 35 y 60
(diferentes densidades)		10, 33 y 00
Película de poliolefina	USA	10
Polipropileno	Polonia, Unión Europea y USA	35, 10 y 10
Poliestireno	Canadá (como espuma) y USA	10

En muchos casos, las dosis máximas permitidas son diferentes en estos países dependiendo de las evaluaciones de seguridad realizadas. Todos los empaques fabricados a partir de estos materiales deben ser irradiados en cualquier fuente de radiación permitida, ya sea en presencia o ausencia de oxígeno, y en contacto con el alimento bajo condiciones de radiación definidas.

## 2.3. Estándares internacionales y regulación de alimentos irradiados

La irradiación de alimentos ha sido dirigida por estándares internacionales reconocidos por la WTO (World Trade Organization) y el acuerdo SPS (Sanitary and Phytosanitary Measures), en particular en la FAO (Food and Agriculture Organization) de las naciones unidas y la WHO (World Health Organization) *Codex Alimentarius* con el estándar para la irradiación de alimentos y estándares de la IPPC (International Plant Protection Convention) (Ferreira *et al.*, 2018).

## 2.3.1. Estándar del Codex Alimentarius

La irradiación en alimentos está autorizada en más de 50 países, entre los que se encuentran Europa, Australia, Brasil, Canadá, China, India, Indonesia, Pakistán, Rusia, Sudáfrica, Tailandia, Ucrania, Estados Unidos y Vietnam. La legislación en esos países está basada en el estándar del Codex en alimentos irradiados (Ferreira *et al.*, 2018).

El Codex Alimentarius es la configuración estándar base de la FAO y WHO. Basada en recomendaciones del JECFI (Join Expert Commitee on Food Irradiation), compuesta por los miembros de la FAO, IAEA (International Atomic Energy Agency) y WHO, la cual publicó en 1981 un documento titulado "Sanidad de Alimentos Irradiados" (JECFI Commitee Report, 1981). El documento concluyó no realizar investigaciones toxicológicas o nutricionales en alimentos irradiados a dosis máximas de 10 kGy. El Codex General Standard for Irradiated Foods (No. 106-1983) adoptado por el Codex Alimentarius y avalado por la JECFI, estableció que la irradiación de alimentos a dosis máximas de 10 kGy no induce problemas nutricionales o microbiológicos. En 1997, en respuesta a que la dosis necesitaba ser más alta que 10 kGy para ciertos alimentos como carnes y aves de corral, y ser consistente para la eliminación de patógenos, los grupos de estudio de la FAO/WHO/IAEA en irradiaciones altas juzgaron la seguridad y aspecto nutricional de alimentos irradiados a dosis mayores de 10 kGy. Con base a numerosos estudios, el grupo de estudio concluyó en 1999 que los alimentos irradiados a cualquier dosis apropiada para lograr el objetivo tecnológico son seguros de consumir y nutricionalmente adecuados. De acuerdo a la cláusula 2.1 del Codex General Standard for Irradiated Foods, los siguientes tipos de radiación ionizante deben ser usadas: rayos gamma a partir de radio nucleótidos <sup>60</sup>Co y <sup>137</sup>Cs; rayos-X generados de máquinas operadas en o debajo de un nivel de energía de 5 MeV y electrones generados de máquinas operadas en o debajo de un nivel de energía de 10 MeV. El etiquetado de alimentos irradiados está establecido en el Codex General Standard for the Labelling of Prepackaged Foods. De acuerdo a la cláusula 5.2.1, el etiquetado del alimento tratado con radiación ionizante debe contener un señalamiento indicando el tratamiento en cercanía al nombre del alimento. El uso del símbolo internacional de irradiación (logo de la radura, Figura 2.6), como se señala en el estándar es opcional, pero cuando se use, debe ser próximo al nombre del alimento. Cuando un alimento es irradiado y utilizado como ingrediente en otro alimento, éste debe ser declarado en la lista de ingredientes. Cuando un producto de un solo ingrediente es preparado de material crudo, el cual ha sido irradiado, el etiquetado de dicho alimento debe contener la levenda del tratamiento. Algunos países utilizan una versión gráfica, la cual difiere de la versión del Codex (Stefanova et al., 2010; Roberts, 2016; Ferreira et al., 2018).



**Figura 2.6.** Símbolo de la radura utilizado en el etiquetado de alimentos que fueron irradiados de acuerdo al *Codex Alimentarius* (Adaptada de: Ferreira *et al.*, 2018)

La cláusula 5.2.2 señala que, si un producto se encuentra irradiado y fue utilizado como un ingrediente para otro alimento, este debe ser declarado en la lista de ingredientes. Finalmente, la cláusula 5.2.3 indica: un alimento preparado con un ingrediente crudo irradiado, el etiquetado del alimento debe contener el señalamiento del tratamiento. La irradiación de alimentos debe ser incorporada como parte del plan HACCP (Hazard Analysis and Critical Control Points) donde sea aplicable. El conjunto de FAO/IAEA Division of Nuclear Techniques in Food and Agriculture apoya e implementa actividades específicas relacionadas al Codex Alimentarius y al trabajo del CCFAC a través del Food and Environmental Protection Section y la FAO/IAEA Agriculture and Biotechnology Laboratories. Estas actividades están relacionadas al análisis y control de varias sustancias químicas residuales y contaminantes en alimentos, trazabilidad en alimentos y autenticidad, estándares de radiación relacionados a los alimentos, preparación y responsabilidad de emergencias nucleares y radiológicas afectando a los alimentos y a la agricultura, e irradiación de alimentos (Ferreira *et al.*, 2018).

## 2.3.2. Regulación de alimentos irradiados en México

En México, el 6 de septiembre de 2005 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,* publicada en el diario oficial de la federación el 3 de julio de 1995. Esto se debe a que las dosis que pueden aplicarse en nuestro país no representan un riesgo por sí mismas, lo que ocasiona una salida de divisas, sin aportar condición alguna a la reducción de riesgos sanitarios y no existe metodología analítica que permita demostrar si un producto ha sido irradiado. Esto provoca un trato discriminatorio con respecto a otros países en los que se permite la irradiación de materias primas y productos a dosis mayores a las establecidas en dicha Norma Oficial Mexicana. La norma cancelada adopta igualmente los requerimientos del Codex, estableciendo de acuerdo con la Tabla 2.5, las dosis aplicadas a especias (Alcérreca Sánchez, 2008).

Producto	Objetivo	Dosis aplicada (kGy)
	Aseguramiento de la	
	calidad	5 10
Hierbas y	Reducción de	5-10
especias secas	microrganismos	
	Control de infestación por	0.45.4
	insectos	0.10-1

Tabla 2.5. Dosis aplicadas a especias secas de acuerdo a la NOM-033-SSA1-1993(cancelada) (Adaptada de: Secretaría de Salud, 1995)

# 2.3.3. Irradiación de alimentos en México

El tratamiento de irradiación se ha convertido en una alternativa efectiva en los Estados Unidos, Asia y Australia. El número de países involucrados en el comercio de productos irradiados frescos, ya sea como importador o exportador, está creciendo continuamente. Al menos 7 países están involucrados en volúmenes significativos de alimentos irradiados, entre los que destacan: Estados Unidos, México, Vietnam India, Australia y Nueva Zelanda. Algunos otros países han comercializado pequeñas cantidades como Pakistán, Sudáfrica, Malasia e Indonesia, mientras que otros países latinoamericanos han expresado su interés y comenzado a realizar ensayos (Hallman & Loaharanu, 2016; Roberts, 2016)

México fue uno de los primeros países en establecer un plan de trabajo para la equivalencia de marco con los Estados Unidos, debido a la proximidad geográfica que existe. El primer producto irradiado en México fue la guayaba en 2008. En ese año, 265 toneladas fueron irradiadas. El volumen ha incrementado un 15% anual. En 2015, 11,700 toneladas de producto irradiado mexicano fue exportado a los Estados Unidos de acuerdo con la Tabla 2.6 (Ferreira *et al.*, 2018).

Tabla 2.6. Persp	pectiva	histórica	del vo	olumen	de frutas	mexicanas	irradiadas	a l	os
E	stados	Unidos (	Adap	tada de:	Ferreira	<i>et al.</i> , 2018	)		

Producto	2010/11	2015/16
Guayabas	5,345	9,709
Mangos	213	781
Chile Manzano	97	982
Granada	0	135
Carambola	0	27
Pitaya ( fruta de dragón)	0	66
Higos	0	8
Limón dulce	0	5
Total	5655	11,712

Se observa un incremento del 17% sobre 2014. El 83% en guayabas, 8.4% en chile manzano *(Capsicum pubescens)* y 6.7% en mango. Los principales productos irradiados en México son guayabas, mangos, y chile manzano, sin embargo, otras frutas de interés comercial son uvas, mandarinas, carambola, granada, higo, fruta de dragón, pera, fruta estrella y rambután. Muchos minoristas estadounidenses ofrecen

productos irradiados mexicanos en sus anaqueles. La aceptación de los consumidores ha sido fuerte. El primer envió consistió en 257 kilogramos de higos frescos mexicanos irradiados, los cuales llegaron a Estados Unidos en 2016. Los primeros higos provinieron de los estados de Morelos y Puebla. Seguido del primer envió, un segundo envió de 628 kilogramos de higos frescos fue enviado. En julio de 2015, había 200 hectáreas de higo producidas en México, en su mayor parte en Morelos, Baja California Sur, Puebla e Hidalgo. La producción actual mexicana está estimada en 6,000 toneladas de higos, valuados en 3 millones de dólares. La irradiación es una norma fitosanitaria obligatoria para la entrada de higos mexicanos a territorio estadounidense, generando un crecimiento significante en la producción de este alimento. ASEFIMEX (Asociación de Empacadoras de Frutas Irradiadas de México) es la organización cooperante con la USDA para el programa de irradiación. La primera instalación industrial de irradiación en México (Benebion), se encuentra en Matehuala, San Luis Potosí, ha jugado un rol importante en el mercado de fruta mexicana exportada a los Estados Unidos. Dos nuevas instalaciones están siendo planeadas construir en México, en donde posiblemente una sea para la esterilización de la mosca en fruta como técnica de irradiación. (Hallman & Loaharanu, 2016; Ferreira et al., 2018)

El volumen de productos irradiados en México ha crecido significativamente, debido a las especificaciones que pide Estados Unidos (EU), como, por ejemplo, la guayaba debe someterse a radiación para ser exportada. Con esto, México se convirtió en el mayor exportador de productos irradiados a EU. Por el contrario, cada año México exporta un total de 270,000 toneladas de mangos, tratados con agua a 46 °C, hacia Estados Unidos y solamente 700 toneladas son irradiadas, a pesar de que la irradiación mejora la calidad de los mangos en comparación con los tratados con agua caliente (Hallman & Loaharanu, 2016).

### 2.4. Detección de alimentos irradiados

Existen métodos para mostrar diferencias entre alimentos irradiados y no irradiados, pero su exactitud no ha sido demostrada en la práctica y por lo general no se pueden hacer estimaciones cuantitativas de la dosis de radiación recibida por los alimentos individuales. Actualmente, se están realizando estudios para comprobar la fiabilidad de

distintos métodos en la identificación de alimentos irradiados de distinta naturaleza. A principios de la década de 1990, la Comisión Europea financió un programa de investigación de dos años para el desarrollo y validación de métodos de detección de alimentos tratados por radiaciones ionizantes utilizando materiales certificados de referencia (MCR). En el transcurso de dicho programa, fueron desarrollados numerosos métodos. En 1993, la Comisión Europea envió un mandato al Comité Europeo para la Normalización (CEN) con el objeto de estandarizar dichos métodos. El CEN creó el grupo de trabajo 8 «Alimentos Irradiados» del Comité Técnico 275 «Análisis de Alimentos> (CEN/TC275/WG8), el cual tuvo su primera reunión en noviembre de 1993. Como resultado de la investigación del grupo de trabajo 8 (CEN/TC275/WG8), los estándares europeos están disponibles en institutos nacionales de estandarización. Estos estándares europeos han sido adoptados por la Comisión del Codex Alimentarius como métodos generales y aparecen referenciados en Estándares Generales del Codex para Alimentos Irradiados en la sección 6.4. Existe un gran interés en desarrollar métodos analíticos que distingan alimentos irradiados de alimentos no sometidos a este proceso. El hecho de que no se hayan encontrado efectos específicos de la radiación en todos los alimentos irradiados hace difícil demostrar analíticamente, con propósito de inspección, si los alimentos en venta o en tránsito han sido irradiados. Los métodos de identificación de alimentos irradiados se enlistan en la Tabla 2.7.

**Tabla 2.7.** Métodos para la identificación de alimentos irradiados del Comité Europeo de Normalización (Adaptada de Delincée, 2002; Arvanitoyannis, 2010; Stefanova *et al.,* 

Estándar	Método de identificación	Alimentos utilizados
EN 1784:	Análisis por cromatografía gaseosa de hidrocarburos para la detección de alimentos	Pollo crudo, cerdo, carne, queso Camembert,
2003	irradiados que contienen grasas.	aguacates, papayas, y mangos.
EN 1785: 2003	Análisis por cromatografía de gases / espectrofotometría de masas para la detección de 2-alquilciclobutanonas en la	Pollo crudo, cerdo, carne, huevo entero líquido, salmón v queso Camembert
	$\alpha$	y quese camembert

2010; Camean & Repetto, 2012)

37

	identificación de alimentos irradiados que	
	contienen grasas.	
EN 1796.	Espectroscopia por resonancia del espín	Pollo, pescado, patas de
LIN 1700.	electrónico para la identificación de alimentos	rana, huesos de res, huesos
1900	irradiados que contienen huesos.	de trucha y huesos de pollo
EN 1787.	Espectroscopia por resonancia del espín	Huesos de nueces de
2000	electrónico para la identificación de alimentos	pistache, paprika en polvo y
2000	irradiados que contienen celulosa.	fresas frescas
		Hierbas aromáticas y
		especias, así como sus
EN 1799-	Termoluminiscencia para la detección de	mezclas, mariscos
2001	alimentos irradiados desde los cuales pueden	incluyendo a los camarones y
2001	ser aislados minerales de silicato.	gambas, frutas y verduras
		frescas y deshidratadas y
		papas
FN 13708·	Espectroscopia por resonancia del espín	Mangos bigos y papayas
2001	electrónico para la identificación de alimentos	deshidratados nasas
2001	irradiados que contienen azúcares cristalinos.	uesillulatados, pasas
EN 13751:	Detección de alimentos irradiados utilizando	Mariscos, hierbas, especias y
2002	luminiscencia foto estimulada	condimentos.
FN 13783.	Combinación del filtro epifluorescente directo	
2001	/ recuento en placa para la detección de	Hierbas y especias.
2001	alimentos irradiados.	
		Pollo, cerdo, células de
EN 13784:	Electroforesis en gel de células individuales	plantas, variedad de carnes,
2001	para la detección de alimentos irradiados.	frutas deshidratadas, semillas
		vegetales y especias.
	Detección de endotoxinas y lino polisacáridos	Partes de aves de corral
EN 14569:	para bacterias Gram, pegativas / lisado de	(pechuga, piernas, alitas
2004	amehocitos	adobadas) o cadáveres
		congelados con o sin piel.

Estos métodos son determinantes debido a que brindan un parámetro de detección en alimentos irradiados empleando distintas ramas como son la biología, física y química que ayudan a determinar si la irradiación fue correctamente empleada en los alimentos y éstos cumplen con los requisitos establecidos en dichas regulaciones internacionales (Arvanitoyannis, 2010; Camean & Repetto, 2012).

#### 2.4.1. Termoluminiscencia

La termoluminiscencia (TL) es una emisión de luz "fría" en exceso que ocurre cuando un sólido no conductor es calentado. Esto es causado por efecto de la radiación ionizante, la cual cede energía al sólido mediante liberación de electrones y huecos. La termoluminiscencia requiere la existencia de defectos cristalinos. Estos defectos en los cristales funcionan como trampas para cargas positivas (huecos) y negativas (electrones), liberadas de los átomos por efecto de la radiación ionizante. En esta forma, durante la irradiación, el sólido puede almacenar un exceso de energía, además de su energía térmica. Es importante que, al usar un material natural, llevar a cabo calentamientos previos y reproducibilidad de las muestras en los valores seleccionados de calentamiento (Wagner, 2013, Jain & Bøtter-Jesen, 2014).

La norma europea EN 1788: 2001 es aplicable en aquellos alimentos en los que se pueden aislar silicatos (principalmente minerales de cuarzo y feldespato). La energía almacenada en la estructura cristalina de los minerales de silicato es liberada en forma de fotones por el calentamiento controlado, la intensidad de luz emitida, medida en función de la temperatura o tiempo, es proporcional a la cantidad de energía almacenada durante la exposición de minerales a radiación ionizante y da como resultado una respuesta TL llamada curva de brillo. En este método, los minerales de silicatos son separados de la matriz alimentaria, normalmente por un método de separaciones. Los minerales aislados deberán estar libres de materia orgánica, para que no interfiera en la respuesta TL. La primera respuesta TL (respuesta natural) de minerales es reportada como curva TL (TL<sub>1</sub>). Sin embargo, los minerales exhiben intensidades variables y una segunda respuesta TL (TL<sub>2</sub>) es medida después de exponerlos a una dosis conocida de radiación ionizante (1 kGy). El último paso es

necesario para normalizar la respuesta TL<sub>1</sub>. Así, una razón entre la respuesta TL<sub>1</sub> y TL<sub>2</sub> es obtenida y usada para indicar el tratamiento de irradiación en el alimento (TL<sub>1</sub>/TL<sub>2</sub> >0.1), esto es basado en que las muestras irradiadas normalmente presentan una alta intensidad TL en comparación con las muestras no irradiadas. Los parámetros de forma de la curva de brillo, intensidad y posición de los picos TL pueden ser utilizados adicionalmente como evidencia para la identificación de alimentos irradiados. Dado a que el método se basa únicamente en la separación de minerales de silicato, por lo tanto, no está influenciado por el tipo de producto alimentario. Ensayos en interlaboratorios han validado el método TL para un rango inmenso de hierbas y especias, así como sus mezclas, mariscos, incluyendo camarón y langostinos, frutas frescas y hortalizas (fresas, aguacates, hongos, papayas, mangos, papas), frutas y hortalizas deshidratadas (manzanas cortadas, zanahorias, puerros, polvo de espárrago). En el caso de camarones y langostinos, los granos de minerales presentes en el intestino son analizados (Wagner, 2013, Nollet & Toldra, 2009).

La termoluminiscencia además de ser utilizada en detección de alimentos irradiados se aplica para los siguientes fines:

a) Prueba de autenticidad de objetos cerámicos de importancia en la historia del arte

- b) Pedernales y piedras quemadas
- c) Composición de vidrio en cenizas volcánicas
- d) Meteoritos
- e) Pseudotaquilita y brechas de falla
- f) Carbonatos
- g) Limos coluviales y aluviales
- h) Sedimentos arqueológicos
- i) Fitolitos
- j) Cerámicas y arcillas quemadas

#### 2.4.2. Luminiscencia foto estimulada (PSL)

El método estándar para PSL, mencionado en la Tabla 2.7, utiliza estimulación óptica para liberar la energía almacenada en minerales de silicato. Se ha mostrado que la misma respuesta es obtenida de hierbas, especias y otros alimentos utilizando foto estimulación. Las mediciones de PSL no destruyen la muestra, además las muestras enteras, mezcla de material orgánico e inorgánico, pueden ser medidas repetidamente. Las señales de PSL decrecen si la muestra es medida repetidamente. El método ha superado la necesidad de separación de minerales, y es un instrumento de bajo costo, comercialmente disponible para mediciones rápidas de muestras alimentarias. El sistema SURRC (Scottish Universities Research and Reactor Centre) de luminiscencia foto estimulada pulsada (SURRC Pulsed PSL system) fue diseñado y desarrollado en la Universidad Escocesa de Investigación y Centro de Reactores (SUERC), y ha sido brindado a más de 80 laboratorios en la Unión Europea, y Estados Unidos para pruebas comerciales de rutina, y en apoyo a requerimientos de normas. Originalmente fue desarrollado para una proyección rápida de hierbas, especias y condimentos irradiados, sin embargo, ha sido validado para un rango amplio de alimentos, y se está utilizado en otras aplicaciones científicas como la evaluación de estructuras dañadas por fuego y en dosimetría ambiental (Nollet & Toldra, 2009).

## 2.4.3. Luminiscencia ópticamente estimulada (OSL)

La luminiscencia ópticamente estimulada es la luminiscencia emitida por un material (aislante o semiconductor), previamente irradiado, estimulado con luz azul, verde o infrarroja o bien, mediante una fuente de luz a una longitud o longitudes de ondas seleccionadas. La energía de la radiación ionizante promueve el atrapamiento de electrones o huecos en defectos cristalinos comúnmente denominados trampas. Cuando el material es subsecuentemente expuesto a luz con una longitud de onda específica, por lo cual se denomina ópticamente estimulada, los electrones y huecos son liberados de las trampas. La luminiscencia es emitida cuando electrones libres se recombinan con huecos en sitios de luminiscencia. En este sentido, la luminiscencia ópticamente estimulada, más específicamente OSL, puede ser entendida como un método que induce un cambio en la ocupación de trampas de electrones y huecos Este

método por tanto depende de la selección adecuada de una longitud de onda tanto para la luz estimulante como para la luminiscencia emitida, así como el uso de filtros apropiados para evitar la llegada de luz estimulante al tubo fotomultiplicador (Thomsen *et al.*, 2006; Jain & Bøtter-Jesen, 2014).

#### 2.4.3.1. Tipos de luminiscencia ópticamente estimulada

Hay tres principales formas para medir la luminiscencia OSL, nombrados como: estimulación ópticamente con longitud de onda continua (CW-OSL), modulación lineal (LM-OSL) y resuelta en el tiempo, conocida como estimulación ópticamente pulsada (TR-OSL) (Bøtter-Jesen *et al.*, 2003; Jain & Bøtter-Jesen, 2014).

## OSL con longitud de onda continúa (CW-OSL)

La estimulación óptica con longitud de onda continua (CW-OSL) es el método más común en estudios de luminiscencia de estimulación óptica. La luminiscencia en un material es estimulada con luz a una longitud de onda continua y potencia constante. La señal luminiscente medida, denominada CW-OSL, incluye inevitablemente una componente dispersa de luz estimulante, la cual debe ser contabilizada para cualquier análisis. Para reducir la señal de fondo debido a la luz de estimulación dispersa, la luminiscencia del material es detectada a través de una cuidadosa selección de filtros ópticos pasa banda y filtros de paso largo para restringir el rango de longitud de onda de la luz estimulante. Por ejemplo, en cuarzos, un mineral natural común usado en dosimetría retrospectiva, en el cual, la luminiscencia es principalmente emitida en un rango espectral de 340 a 380 nm (Bøtter-Jesen *et al.*, 2003; Furetta, 2008).

## OSL por modulación lineal (LM-OSL)

En este método introducido por Bulur (1996), explica que la intensidad de luz estimulante aumenta de forma lineal con el tiempo de medición en una tasa constante. La luminiscencia estimulada en esta forma aparece como un set de picos de intensidad separados por tiempo dependiendo de la sección cruzada de fotoionización. Estas curvas poseen un comportamiento de pico, en lugar de curvas exponenciales de decaimiento (Furetta, 2008; Yukihara & McKeever, 2011; Chithambo, 2018).

#### OSL resuelta en el tiempo

La estimulación óptica resuelta en el tiempo, conocida como pulsada, consiste en separar en tiempo la estimulación y emisión de la luminiscencia. La luminiscencia de una muestra es estimulada usando luz pulsada con tiempos de nanosegundos y detectada después de la estimulación con un tubo fotomultiplicador. La intensidad de la OSL resuelta en el tiempo decae conforme el aumento del tiempo de análisis. Existen dos modalidades para la estimulación ópticamente pulsada. Una de ellas se le conoce como OSL-IR pulsada para detectar en la región roja (700-800 nm) debido a que la señal roja transmitida por feldespatos se cree ser más estable en esa región que en la región azul/UV. La otra modalidad se le conoce como OSL pulsada en azul y ésta posee la función de medir como las señales cambian en un periodo fuera de periodo (Bailiff, 2000; Fattahi & Stokes, 2000; Chithambo & Galloway, 2000; Thomsen *et al.*, 2006).

Cuando el cristal de un cuarzo recibe energía en forma ionizante, emite luz. La luminiscencia que emiten está caracterizada por el tiempo en el que transcurre entre la exposición a radiación ionizante (excitación) y la emisión de luminiscencia. La luminiscencia brinda información sobre su composición química, red estructural y datación. A su vez, debido a propiedades mecánicas del propio cuarzo, los cristales poseen energías, las cuales están en la banda de energía que originan desde los orbitales de los átomos formando una red cristalina. Los cristales reales se caracterizan por tener un número de defectos e imperfecciones en su red cristalina. La estimulación óptica o térmica de minerales exhibe luminiscencia retrasada, la cual está estrechamente relacionada a la dosis de radiación acumulada desde la última vez que se calentó o sufrió un blanqueamiento (Preusser *et al.,* 2009).

#### 2.4.4. Modelo de bandas de energía

La Figura 2.7 ilustra los procesos llevados a cabo en un material durante la exposición a la radiación ionizante, periodo de latencia y análisis por termoluminiscencia o luminiscencia ópticamente estimulada. En la primera etapa llamada excitación (Figura 2.7a), el material es expuesto a radiación ionizante. La energía depositada por la radiación ionizante genera ionizaciones de átomos y excitaciones de electrones: los electrones son promovidos hacia la banda de conducción, donde pueden moverse libremente dentro del cristal, dejando un hueco, el cual también puede moverse libremente por la banda de valencia. Este proceso es representado en la Figura 2.7a por la flecha que conecta la banda de conducción y valencia. Hay una probabilidad de que estos electrones y huecos libres puedan ser atrapados por defectos de la red cristalina, los cuales están representados como niveles de energía metaestables en la banda prohibida (GAP) del material, la cual se encuentra entre las bandas de conducción y valencia. Después de la irradiación, hay un periodo de latencia caracterizado por una concentración metaestable de electrones y huecos atrapados (Figura 2.7b). Pozos de potencial son asociados con centros de trampas, que están suficientemente profundos, entonces la probabilidad de escape de los electrones por inducción térmica es despreciable. Ésta relativa concentración estable de electrones y huecos atrapados en el cristal, durante el proceso de irradiación, es proporcional a la dosis absorbida. La información almacenada en el material puede ser leída por estimulación térmica u óptica. Un ejemplo, es que un fotón con cierta longitud de onda (por ejemplo: luz verde), estimula un electrón a la banda de conducción. Una vez en la banda de conducción, el electrón es libre de moverse en el cristal y alcanza un centro de recombinación donde un hueco está atrapado. El proceso de recombinación del electrón/hueco crea un defecto en el estado excitado, el cual se relaja al estado fundamental a través de la emisión de un fotón de cierta longitud de onda (por ejemplo, luz azul) (Figura 2.7c) (Yukihara & McKeever, 2011).



Figura 2.7. Modelo de bandas de energía del proceso de TL y/o OSL (Adaptada de: Yukihara & McKeever, 2011)

## 2.5. Descripción de minerales: cuarzos y feldespatos.

#### 2.5.1. Cuarzos

El término mineral es usado en muchas formas. En términos económicos, se refiere a cualquier material valorable extraído de la tierra, incluyendo carbón, aceite, arena y grava, hierro u otra mercancía extraíble, incluso agua subterránea. Los nutriólogos utilizan el término "mineral" para referirse a cualquier variedad de compuestos químicos o elementos que son importantes para nuestra salud. La palabra mineral viene del latín *minare,* que significa minería. Denota una fuerte relación histórica entre minería y la historia de estudiar minerales. Los minerales son formas naturales inorgánicas, homogéneas, solidas, teniendo una definitiva, composición química, y una estructura atómica interna ordenada. De acuerdo a la Asociación Internacional de Mineralogía, existen más de 4,000 minerales conocidos en la tierra y nuevos minerales están siendo descubiertos en un promedio de 60 por año. Los minerales son de gran importancia, no

solamente en geología, sino también en varios campos y ramas de la tecnología y el desarrollo industrial (Mukherjee, 2011; Rutley, 2012).

Los silicatos conforman el grupo más importante de minerales y son los más abundantes en el planeta tierra. Algunos, incluyendo a los cuarzos, forman cristales que son apreciados por coleccionistas, niños, y otros que aprecian su belleza. Pocos silicatos son utilizados como preciosos o gemas semipreciosas. La mayoría de los silicatos, sin embargo, son triviales y monótonos. Los silicatos son muy importantes en fuentes económicas. Unos pocos cuarzos, berilos y circones, son minados o extraídos como fuente de elementos específicos (Si, Be y Zr). Muchos son utilizados industrialmente como minerales, no solamente por sus contenidos elementales, sino por sus propiedades físicas y químicas. El suelo en el cual crecen desde alcachofas hasta zucchini está compuesto principalmente por silicatos, en su mayoría cuarzos y arcillas (Mukherjee, 2011; Neese, 2012).

La unidad principal que forman los silicatos es el tetraedro silicio-oxígeno, la cual se muestra en la Figura 2.8 (SiO<sub>4</sub>)<sup>4-</sup>. Se puede observar el átomo central de silicio (Si<sup>4+</sup>), el cual se encuentra enlazado a 4 átomos de oxígeno con cargas negativas en su alrededor formando un tetraedro regular (2.8a). Dicho silicato, se encuentra formado por cuatro enlaces iónicos (2.8b). Cada ion de oxígeno (O<sup>2-</sup>) es capaz de enlazarse con otro catión silicio de otro tetraedro. En base al tipo de polimerización, los silicatos pueden ser divididos en varios grupos. Es la formación rocosa más esencial en el grupo de minerales (Neese, 2012; Wenk & Bulakh, 2016).



Figura 2.8. Representación de un tetraedro silícico (Adaptada de: Monroe et al., 2008)

El grupo silica incluye cerca de una docena de polimorfos naturales y sintéticos de SiO<sub>2</sub>. De éstos, los más comunes son cuarzos, tridimitas y cristobalinas. Cada uno posee sus estructuras distintivas y son polimorfos reconstructivos. Las estructuras de cada grupo contienen variedades  $\alpha$  y  $\beta$ . Las variedades de minerales  $\alpha$  y  $\beta$  son polimorfos desplazantes, relacionados por su distorsión en la red cristalina. En cada caso, el polimorfo ß posee una simetría alta y es estable a temperaturas altas en comparación con el polimorfo  $\alpha$ . Los cuarzos pueden crecer como polimorfos  $\alpha$  y ß dependiendo de la temperatura y presión del ambiente, ya que pueden ser ígneos (félsicos, intermediarios), sedimentarios (clásticos y en algunas veces químico-biológico), metamórficos, máficos, como esquito azul, e hidrotermales. Con el enfriamiento, los ß cuarzos se convierten por desplazamiento de transición polimórfica a  $\alpha$  cuarzos. Los cristales  $\alpha$  y ß se diferencian por su forma, ya que los  $\alpha$  cuarzos son prismáticos con romboedros cuya terminación es positiva y negativa, mientras los ß cuarzos son prismas achaparrados con una terminación bipirámidal. La mayoría de los cuarzos son una fase pura, aunque pequeñas cantidades de otros elementos pueden estar presentes. La sustitución más común son pequeñas cantidades de Al<sup>3+</sup> y Fe<sup>3+</sup> por Si<sup>4+</sup> (Neese, 2012; Götze & Möckel, 2014).

#### 2.5.2. Feldespatos

Los minerales de feldespato son más abundantes en la corteza terrestre. Son encontrados en rocas ígneas, y son importantes constituyentes de muchas rocas sedimentarias y sedimentos. En la Figura 2.10 se observan los tres grupos principales de feldespatos en términos composicionales: K-feldespatos, (KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, 2.9a), albitas (NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, 2.9e) y anortitas (CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, 2.9j), cuyas abreviaturas son Ks, Ab, y An, respectivamente. En los K-feldespatos también se utiliza la abreviatura Or, el cual se refiere a un subgrupo de estos feldespatos. Como se observa en la Figura 2.9, solo las composiciones entre albita y anoritita, y entre K-feldespatos y albita, han sido encontradas. La serie de feldespatos en solución sólida mineral se conoce como plagioclasas (2.9k), y está conformada por minerales como albita (2.9e), oligoclasa (2.9f), andesina (2.9g), labradorita (2.9h), bitownita (2.9i) y anortita (2.9b), los cuales, están conformados por los minerales sanidina (2.9c), anortoclasa (2.9d) y albita (2.9e) (Klein & Hurlbut Jr, 1997).



Figura 2.9. Composición y nomenclatura de feldespatos comunes (Adaptada de: Wikiwand, 2020)

La estructura de los feldespatos consiste en una estructura de armazón, donde en una esquina está compartida por un Si y Al tetraédrico. El tetraedro está arreglado como un anillo de cuatro miembros. Hay estructuras en donde los anillos están unidos a otros gracias al compartimiento de un oxígeno aniónico formando cadenas medianas. En otro tipo de estructura, las cadenas medianas pueden unirse a otras cadenas medianas por compartir el oxígeno aniónico restante. Los K-feldespatos y albitas poseen una relación de Si:Al de 1:3, y las anortitas presentan una relación Si:Al de 2:2. La actividad industrial que contiene la mayoría de las plagioclasas agregadas, son arena y grava, utilizadas para hacer concreto y asfalto (Neese, 2012).

# Capitulo III. Metodología experimental

A continuación, se describen las metodologías utilizadas en el desarrollo experimental de la tesis, las cuales se encuentran resumidas en la Figura 3.1, así como los materiales de laboratorio, reactivos y los equipos utilizados para el análisis CW-OSL de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano.





# 3.1. Adquisición de chile guajillo

# Chile guajillo mexicano

Se emplearon chiles guajillo adquiridos en el mercado de "Tacubaya". Se compraron dos bolsas con un contenido aproximado de 1 kg cada una y de acuerdo con la información proporcionada por el vendedor el origen de los chiles es de Zacatecas, México. En la Figura 3.2, se muestran los chiles adquiridos y en la Figura 3.2a, una de las bolsas con chiles guajillo, los cuales presentan una coloración roja obscura.



Figura 3.2. Bolsa con chile guajillo mexicano comprado en el mercado de Tacubaya y lesión de vaina

Cabe resaltar que en el chile guajillo mexicano se encontró una vaina con la presencia de moho (Figura 3.2b), el cual puede estar relacionado con las condiciones de almacenamiento del alimento.

## Chile guajillo peruano

Se emplearon chiles guajillo adquiridos en dos supermercados diferentes (Mega Comercial- Mixcoac y Walmart-Cuitlahuac), de la Ciudad de México. En total se compraron 31 bolsas de chile guajillo de la marca "Verde Valle", de las cuales 26 bolsas contenían un peso neto de 75 g cada una con número de lote: L8321G1, L9040G1, L9022G1, L9201G1 y L9161G1. Las 5 bolsas restantes contenían un peso neto de 100 g cada una con el siguiente número de lote: L9201G1 y L9164G1. En total se emplearon aproximadamente 2,650 g de este chile guajillo. De acuerdo con el empaque, el chile guajillo es de origen peruano. En la Figura 3.3, se muestran tres bolsas con chile guajillo.



Figura 3.3. Bolsas con chile guajillo peruano y contenido neto de 75 g

## 3.2. Extracción de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano

Con el fin de observar la cantidad de minerales contenidos en cada parte del chile guajillo, se separaron los chiles en cuatro partes: vaina, semilla, cáliz y pedúnculo y se molieron, para después, mediante distintas extracciones, conocer cual parte del chile contiene la mayor cantidad de minerales. A continuación, en la Tabla 3.1, se enlistan los materiales y reactivos empleados para esta determinación.

chile guajillo					
Material	Reactivos	Equipos			
Tijoras	Aqua bidestilada	Molino de acero			
пјегаз	Agua bidestilada	inoxidable			
Vasos de precipitados:					
1 L	Etanol absoluto	Balanza analítica Mettler			
500 mL		Toledo ME 284			
100 mL					
Varilla de vidrio	Peróxido de hidrógeno al	Parrillas de anitación			
Agitador magnético	20%				
Película adherente plástica					
Micropipetas de 1 mL de	Acetona				
plástico					
Cajas Petri de vidrio					
Pinzas de punta roma					
Viales de plástico					
Piseta					
Papel aluminio					
Coladores con tamaño de					
malla de 2.2, 1.6 y 0.8 mm					

 Tabla 3.1. Material y reactivos empleados en la extracción de minerales contenidos en

Utilizando tijeras previamente lavadas, se inició con el corte de los chiles guajillo para separar el pedúnculo, cáliz, vaina y finalmente la semilla. Se colocaron por separado el pedúnculo, cáliz y vaina en un molino de acero inoxidable marca "Del Rey" para su molienda de 2 a 3 veces. Una vez terminada la molienda, se desarma el molino y se lavan las partes con agua y jabón para posteriormente secar y guardar.

#### 3.2.1. Extracción de minerales por el método de densidades

En el caso de las vainas, se pesaron 50  $\pm$  0.5 g en una balanza analítica marca "Mettler Toledo ME 284", con capacidad máxima de 220 g y una sensibilidad de 0.0001 g. Para el pedúnculo, cáliz y semillas se pesó la cantidad total obtenida de un kilogramo de chile guajillo mexicano y de seis bolsas de chile guajillo peruano.

Cada parte de chile mexicano y peruano se colocó en un vaso de precipitado de 1 L, seguido de un agitador magnético, complementado con una disolución de agua/etanol y en otros casos solamente agua bidestilada. La mezcla se colocó en agitación constante en una parrilla eléctrica, marca "Thermo Scientific" y en otros casos marca "Cole Palmer", por 3 h, después de la agitación se dejó reposar en un vaso de precipitados, el cual fue tapado con película plástica para evitar contaminación externa, por 24 h para permitir la separación de la fase inorgánica, orgánica y acuosa. En la Figura 3.4 se muestran las fases de agitación (derecha) y reposo (izquierda) de la mezcla de chile guajillo mexicano durante la extracción de minerales por el método de densidades. En la fase de reposo se observa la separación de la fase inorgánica y orgánica. En el caso de utilizar solamente agua bidestilada como solvente, se pesaron 200  $\pm$  1 g de vaina sobrante de ambos chiles y se colocaron en diferentes vasos de precipitado, agregando inicialmente 500 mL de agua bidestilada y cada vez que la mezcla tuviera problemas de agitación, se colocaban 100 mL adicionales. Después del reposo de la mezcla de chile guajillo, se extrajo la fase acuosa en búsqueda de minerales y posteriormente se colocó una porción de fase orgánica en un colador y, con la ayuda de una varilla de vidrio, se removió hasta traspasar la fase orgánica hacia otro vaso de precipitados de 1 L. Al término, se hicieron diversos lavados con 100 mL de agua bidestilada en las paredes y parte central del colador. La parte más sólida retenida en el colador fue traspasada a otro vaso de precipitados con cuidado en búsqueda de minerales y se le hizo el tratamiento señalado dos veces más. Una vez recibida la nueva fase orgánica y la parte más sólida de la materia prima, se dejaron reposar por 24 h, y pasado este tiempo se repite el lavado dos veces más. Al terminar de lavar la materia orgánica, se procede a la extracción de minerales. Para ello, se requieren 200 mL de agua bidestilada, los cuales, 100 mL son depositados directamente en el vaso y el restante se utiliza para enjuagar las paredes del vaso con ayuda de una pipeta plástica de 1 mL. Con otra pipeta limpia, se procede a extraer los minerales agitando el vaso en forma circular. Para separar los minerales en cada lavado, es necesario ocupar dos vasos de 100 mL, donde uno cumple la función de juntar los minerales y en el otro vaso se depositan 50 mL de agua bidestilada para enjuagar la pipeta plástica en cada extracción de minerales. Al extraer la mayor cantidad de minerales, se procede a limpiarlos por completo. El limpiado de minerales se refiere a remover la mayor cantidad de materia orgánica posible y una vez limpios, los minerales se colocaron en 20 mL de peróxido de hidrógeno al 20% y se dejaron reposar 24 h. Pasado el tiempo de reposo de los minerales, se agita el vaso circularmente hasta mover los minerales hacía las paredes del vaso para una fácil extracción de éstos en una caja Petri. Al terminar de traspasar los minerales a la caja Petri, se retiró con cuidado el excedente de agua y peróxido de hidrógeno. Una vez que los minerales no tengan agua y peróxido se coloca una mínima cantidad de acetona sobre ellos para el secado durante tres días. Los minerales secos se colocaron con cuidado en un vial limpio para el almacenamiento en la obscuridad a temperatura ambiente.



Figura 3.4. Agitación (izquierda) y reposo (derecha) de chile guajillo mexicano durante la extracción de minerales por el método de densidades

#### 3.2.2. Extracción de minerales por el método de tamizado

Con el fin de comparar la metodología de separación por densidades en cuanto a cantidad de minerales extraídos, tiempo de laboratorio y cantidad de agua bidestilada se propone la utilización del método de tamizado.

Para realizar el método de tamizado, se pesaron 200  $\pm$  1 g de chile guajillo molido. Se colocó una porción de chile guajillo molido, en un colador (#1) con tamaño de malla de 2.2 mm (Figura 3.5 izguierda) y durante 5 minutos se tamiza mediante golpes con la palma de la mano en las orillas del colador. El chile guajillo molido que traspasó el colador #1, se recolectó en un refractario de vidrio previamente lavado (Figura 3.5 izquierda). El chile guajillo tamizado en el colador #1 se tamizó dos veces más utilizando coladores con tamaño de malla de 1.6 mm (#2) y 0.8 mm (#3) (Figura 3.5 centro y derecha). Entre cada tamizado la fracción retenida en el colador se colocó en un vaso de precipitados de 1 L. Al término del tamizado del chile guajillo molido, se obtuvieron en total cuatro fracciones de diferente tamaño cada una (Figura 3.5). El tamizado de cada tamaño de chile guajillo molido se realizó por duplicado y triplicado para optimizar el método de tamizado. Cada fracción tamizada de chile guajillo molido, se pesó en una balanza analítica. La extracción de minerales de las tres fracciones más finas se realizó con agitación manual de porciones de chile guajillo en 200 mL de agua bidestilada, esto fue posible por el tamaño reducido de la materia orgánica, lo cual facilitó la separación de los minerales. La recolección de todos los minerales se hizo en un vaso de 100 mL, para realizar un lavado con agua bidestilada y posteriormente a los minerales se les agregó 20 mL de peróxido de hidrógeno al 20% y se dejaron reposar 24 h. Una vez pasadas las 24 h, los minerales se pasaron a una caja Petri, y se incorporó una mínima cantidad de acetona para el secado final de los minerales por tres días. Los minerales fueron colocados en un vial de plástico para el almacenamiento en la obscuridad a temperatura ambiente.



**Figura 3.5.** Tamizado de chile guajillo mexicano con tres coladores de diferente tamaño de malla y obtención de cuatro fracciones (F1-F4) de chile guajillo con diferente tamaño

En la fracción de mayor tamaño se queda retenida la parte más gruesa del chile guajillo molido, por ello se recurrió a la extracción de minerales de esta fracción por el método de densidades, descrito en el apartado anterior. La cantidad de chile guajillo molido en esta fracción se dividió en dos vasos de precipitados de 1 L, los cuales contenían un agitador magnético y agua bidestilada.

# 3.3. Caracterización morfológica y composición atómica de minerales de chile guajillo.

La caracterización de la morfología superficial y composición atómica de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). Las imágenes de MEB se obtuvieron a 20 kV, un aumento de 50x y un tamaño de spot de 20, en un equipo JEOL modelo JSM-6390 LV, el cual se encuentra ubicado en el CICATA- Unidad Legaria IPN. En la Figura 3.6, se muestra dicho microscopio.



Figura 3.6. Microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-6390 LV ubicado en CICATA-Legaria (Adaptada de: CICATA, 2020)

## 3.4. Preparación de muestras de minerales de chile guajillo para análisis CW-OSL.

Los minerales extraídos de chile guajillo mexicano y peruano se colocaron sobre un portamuestras de aluminio, para analizar las propiedades de luminiscencia ópticamente estimulada. A continuación, en la Tabla 3.2 se enlistan los materiales y reactivos empleados.

**Tabla 3.2.** Materiales y reactivos empleados para colocar minerales de chile guajillo en<br/>un portamuestras de aluminio

Material	Reactivos
Balanza analítica	Etanol
Pinzas de punta roma	Acetona
Hisopos	Aceite de silicón
Portamuestras de aluminio	
Soporte de portamuestras	
Protector de portamuestras	

Se deben elegir los portamuestras de aluminio que no presenten marcas superficiales o que estén maltratados por golpes. Los portamuestras en todo momento fueron manipulados con unas pinzas de punta roma, previamente limpias. La limpieza de

portamuestras se realizó con un hisopo impregnado con una mínima cantidad de etanol o acetona. Una vez limpios los portamuestras, se colocaron en un soporte de acero inoxidable y con ayuda de un sello, se adhiere una fina capa de aceite de silicón. Los portamuestras fueron pesados en una balanza analítica por triplicado. Paralelamente, se pesaron  $1 \pm 0.3$  mg de minerales de chile guajillo. Los minerales son colocados en la parte central del portamuestras de aluminio y se adhieren en la capa de aceite de silicón, el portamuestras fue volteado repetidamente para verificar la correcta adherencia de los minerales. El portamuestras con minerales se pesó por triplicado y por diferencia de pesos se obtuvo la cantidad total de minerales contenidos en el portamuestras, como se muestra a continuación:

Peso de minerales a analizar (g)= Peso de portamuestra con muestra (g) – peso de portamuestra sin muestra (g).

#### 3.5. Análisis de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo

En cada experimento se utilizaron 2 muestras de minerales de chile guajillo mexicano y peruano (~1 mg). Los minerales de chile guajillo se analizaron por luminiscencia ópticamente estimulada (CW-OSL) en el equipo TL/OSL Lexsyg Research, Freiberg Instruments (Figura 3.7). Se leyó la respuesta CW-OSL de las muestras sin irradiar (natural) e irradiadas, a una dosis absorbida de 10 Gy con una fuente de partículas beta de estroncio 90 (<sup>90</sup>Sr), utilizando las siguientes condiciones experimentales: estimulación óptica constante con luz azul (458 nm), verde (525 nm) e infrarroja (850 nm) a una potencia de 50 mWcm<sup>-2</sup>, las emisiones de luz en los minerales fueron detectadas durante 120 s por medio de un tubo fotomultiplicador y un arreglo de filtros ópticos (Hoya U340 y Delta BP 365/50 EX) centrado en 365 nm (FWHM de 50 nm). En el caso de la respuesta CW-OSL estimulada con luz IR, la emisión de las muestras se detectó con un arreglo de filtros ópticos (Schott BG 39 y Semrock HC 414/46) centrado en 414 nm (FWHM 46 nm).



**Figura 3.7.** a) Equipo Lexsyg Research y b) componentes internos del equipo: 1.-Tubo fotomultiplicador, 2.-Unidad de estimulación óptica, 3.- Disco giratorio para el almacenamiento y carga de muestras, 4.-Rueda (Adaptada de: Richter *et al.,* 2013)

Las muestras de minerales de chile guajillo fueron expuestas a radiación gamma de cesio 137 (<sup>137</sup>Cs) en un equipo Gammacell 3000 *Elan* con razón de dosis de 9.9474 Gy/min. En la Figura 3.8a se muestra un equipo Gammacell 3000 *Elan* y en la Figura 3.8b se esquematiza el proceso de irradiación en el equipo. En la Figura 3.8a, se observa que el equipo está compuesto de un teclado y un escáner de código de barras para la identificación del usuario y/o muestra a irradiar. El equipo utiliza cilindros metálicos (3.8a y 3.8b-1) para colocar las muestras, los cilindros son colocados en la posición de carga rotatoria (3.8b-1), el rotor gira en sentido de las manecillas del reloj hasta llegar enfrente de las fuentes de radiación (3.8b-2). El equipo tiene un blindaje interno de plomo (3.8b-3) para proteger al usuario de la radiación gamma de <sup>137</sup>Cs.



Figura 3.8. a) Equipo Gammacell 3000 *Elan* y b) esquema del proceso de irradiación de muestras (Adaptada de: Manual de Seguridad Theratronics para Gamacell 1000 Elite/ 3000 Elan (2020), Theratronics, 2020)

La dosis-respuesta CW-OSL (curva de calibración) de minerales de chile guajillo mexicano y peruano se estudió con las siguientes dosis absorbidas: 1, 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 750, 1000, 1500, 3000 y 5000 Gy. Se prepararon 4 muestras diferentes de minerales extraídos de la vaina de chile guajillo mexicano y peruano para realizar los análisis de reproducibilidad (10 ciclos de irradiación y lectura) y desvanecimiento de la respuesta CW-OSL, a temperatura ambiente y oscuridad, por tiempos de almacenamiento desde 1, 3, 6, 18, 24, 72, 120, 240, 480, 960, 1920 h. El óptimo borrado óptico de los minerales de chile guajillo mexicano y peruano se definió por un tiempo de 1 y 2 h, respectivamente. Las muestras de minerales de chile guajillo mexicano y peruano fueron borradas antes de cada irradiación en todos los experimentos.

La reproducibilidad define la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando, bajo condiciones de medición que cambian, dónde: a) Una declaración válida de reproducibilidad requiere que se especifique la condición que cambia; b) Las condiciones que cambian pueden incluir: principio de medición, método de medición, observador, instrumento de medición, patrón de referencia, lugar, condiciones de uso y tiempo; c) La reproducibilidad puede ser expresada cuantitativamente en términos de la dispersión característica de los resultados y; d) Se entiende que los resultados usualmente son corregidos (Portuondo Paisan & Portuondo Moret, 2010).

Adicionalmente, con el fin de observar el efecto de las condiciones de extracción (luz artificial y método de extracción) sobre la respuesta CW-OSL se realizó el análisis de muestras de minerales extraídos de chile guajillo (200 ± 0.5 g) irradiado a 500 Gy con rayos gamma de cesio 137. El tiempo de exposición a la luz artificial se contempló desde la preparación del chile guajillo irradiado hasta la colocación de minerales sobre portamuestras de aluminio para el análisis CW-OSL.

La elección de las condiciones experimentales, se tomaron como referencia de trabajos donde aplican la luminiscencia ópticamente estimulada para caracterizar cuarzos y
detección de alimentos irradiados (Kitis *et al.*, 205; Denby *et al.*, 2006; Thomsen *et al.*, 2006; Cruz-Zaragoza *et al.*, 2012; Feathers *et al.*, 2012; Fassoli & Martini, 2016; Wintle & Adamiec, 2017; Mejía Vital, 2018; Kazakis & Tsirliganis, 2019).

### Capítulo IV. Resultados y discusión.

A continuación, se presentan los resultados experimentales y análisis correspondientes de las medidas luminiscentes (CW-OSL) en minerales de chile guajillo (*Capsicum annuum* L.). Los estudios se realizaron en la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica del Instituto de Ciencias Nucleares ubicado en la UNAM, Ciudad de México.

# 4.1. Comparación de los métodos de extracción de minerales: densidades y tamizado

Se presenta en la Tabla 4.1, el peso total utilizado de chile guajillo mexicano y peruano en ambos métodos, así como los minerales totales obtenidos y sus respectivos rendimientos.

Chile guajillo	Mexicano		Peruano			
Metodología de extracción	Peso (g)	Minerales (g)	Rendimiento (%)	Peso (g)	Minerales (g)	Rendimiento (%)
Densidades	785	0.2015	0.025	1,220	0.1776	0.015
Tamizado	809	0.5680	0.070	1,200	0.5084	0.042

**Tabla 4.1.** Comparación de la cantidad de minerales separados de chile guajillomexicano y peruano con dos métodos de extracción diferentes

Se realizaron extracciones por separado de minerales contenidos en cada parte del chile guajillo (pedúnculo, vaina, cáliz y semillas) para observar donde se encuentra la cantidad mayor de minerales. Se realizaron 27 extracciones por el método de densidades, con una solución de etanol/ agua (50:50), donde se observó que las

semillas, pedúnculo, y cáliz contienen minerales en mínimas proporciones, comparados a la vaina, la cual contiene la cantidad mayoritaria de minerales.

Probablemente, el contenido alto de minerales en la vaina del chile guajillo se deba a que la planta capta minerales provenientes del aire y/o durante la etapa de regado. Una vez maduro el chile, se genera la capa más externa de la baya, denominada exocarpio (cáscara), la cual actúa como una barrera donde se quedan atrapados los minerales acumulados durante el crecimiento.

En el trabajo realizado por Pineda Calzada (2004), el cual detectó por termoluminiscencia (TL) chile guajillo (Capsicum annuum L.) procesado por radiación ionizante, se obtuvieron minerales de chile guajillo utilizando el método de densidades (solución a 60:40 de etanol/agua), el rendimiento encontrado fue de 6.3% a partir de 50 g de alimento, mientras que Mejía Vital (2018) trabajó con TL y luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) para detectar especias irradiadas con <sup>60</sup>Co como el pimiento negro (*Piper nigrum*), donde obtuvo rendimientos de extracción de minerales por método de densidades de 0.038%, con una solución etanol/agua de 60:40 y 0.086% con una solución etanol/ agua (70:30). Chávez-Servia et al. (2016) señala que la cantidad de minerales contenido en chiles nativos mexicanos varía debido a la región geográfica donde son recolectados y los sistemas de producción. López et al. (2013) menciona que la concentración de minerales en frutos de chile, se modifica mediante el sistema de cultivo (orgánico, sin suelo o convencional), tiempo de cosecha y variedad. Posiblemente, se puede atribuir también, por la cantidad de etanol y agua utilizada en la solución, para ello es recomendable realizar más estudios para comprobar si las proporciones de agua/etanol afecta el rendimiento de minerales.

Para la extracción de minerales por el método de tamizado se obtuvieron cuatro fracciones finales con diferente tamaño de chile molido, de las cuales la fracción 1 al ser la más gruesa (> 2.2 mm), contiene el mayor número de mg de minerales, seguida de la fracción 4, la más fina (>0.8 mm), y en una proporción menor la fracción 2 y 3. Una tendencia contraria se observa en el chile peruano, donde la fracción 4, contiene el

mayor número de minerales, seguida de la fracción 1, mientras la fracción 2 y 3 sigue la misma tendencia observada en el chile guajillo mexicano. En la Figura 3.5 se muestran las cuatro fracciones de chile guajillo obtenidas en el método por tamizado. En el laboratorio es la primera vez que se realiza el método de tamizado de alimentos molidos para extraer minerales. En la Figura 4.1 se muestran los minerales extraídos de chile guajillo mexicano (izquierda) y peruano (derecha). Se observa que los minerales de chile guajillo mexicano presentan una coloración rojiza, la cual está relacionada a la cantidad de carotenoides presentes en el chile guajillo. Los minerales de chile guajillo peruano muestran una coloración amarillenta con algunos minerales color negro, esto está relacionado con la temperatura de secado de los chiles de acuerdo a un estudio realizado por Pérez Gálvez y Garrido Fernández (1997) sobre la termo degradación de carotenoides en pimentón. En este estudio se colocaron 10 g de pimentón en una estufa a temperaturas de 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 y 100 ℃, en ausencia de luz, por 7 días, y se observó que los carotenoides ß-caroteno, criptoxanteno y zeaxanteno no tuvieron variaciones de gran importancia para temperaturas de 30, 40 y 50 °C. A partir de 60 °C, la cantidad de carotenoides empieza a disminuir considerablemente. Los minerales de chile guajillo mexicano permanecen de una coloración rojiza debido a que temperatura fue la de secado solar no suficientemente alta para poder desnaturalizarlos, mientras que los minerales de chile guajillo peruano perdieron el color rojo por el tratamiento térmico de secado, posiblemente superior a 60 °C, el cual causó la pérdida de carotenoides.



Figura 4.1. Minerales obtenidos de chile guajillo mexicano (izquierda) y peruano (derecha)

La cantidad de minerales extraídos de chile guajillo mexicano es alta, debido al tipo de secado utilizado en los chiles, el cual se basa en tres parámetros importantes: temperatura, humedad relativa y velocidad de aire. Para llevar a cabo el secado de chiles quajillo no industrializados, de acuerdo con Banchero et al. (2008), se deben tener condiciones ideales como: una temperatura de entre 30-40 °C, una humedad relativa de entre 30-40% y un tiempo de secado dependiendo de la estación del año (primavera- verano: 2-3 días y otoño-invierno: 3-6 días). Con estas condiciones, se permiten tener ventajas como evitar la proliferación de microrganismos, evitar cambios color y/o ennegrecimiento, lograr un producto homogéneo, de buen color y la conservación de las esencias y sustancias antioxidantes. De acuerdo con el trabajo realizado por Castillo Téllez et al. (2017), las condiciones climáticas que obtuvieron para llevar a cabo el secado en chile costeño (Capsicum annuum L.) dados por la estación meteorológica IER (Instituto de Energías Renovables) fueron rangos de una temperatura entre 26.76 °C y 33.7°C en un periodo de 16 h de exposición solar efectiva en el proceso de secado. En otro trabajo realizado por García González et al. (2019) se trabajó el secado de chile guajillo (*Capsicum annuum L.*) a una temperatura promedio de 27.55°C por 67.5 h.

Algunos chiles comerciales son sometidos a un tratamiento previo de escaldado para inactivar microrganismos y extender la vida de anaquel del producto, debido a que el secado con sol produce degradación nutricional, contaminación por tierra y lodo e infestación de insectos por el tiempo largo de exposición directa al ambiente; sin embargo, el secado solar conserva aroma y color. Saengrayap *et al.* (2016), Mehta *et al.* (2017) y Anoraga *et al.* (2018), sometieron chiles del género *C. annuum y C. frutescens* a tratamientos de escaldado antes del proceso de secado. Saengrayap *et al.* (2016) utilizó un escaldado con agua a 90 °C por 5 minutos seguido de un enfriamiento en agua fría a 5 °C por 5 minutos y finalmente un escurrido de chiles *C. frutescens.* Después, los chiles fueron sumergidos en mezclas de soluciones, a 25 ±1 °C por 10 minutos, con una relación 1:2 como sigue: (1) 0.1% (w/w) Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y 1% (w/w) CaCl<sub>2</sub>; (3) 0.3% (w/w) Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y 1% (w/w) CaCl<sub>2</sub>, el procedimiento se llevó acabo con un grupo de control y finalmente los chiles fueron

secados con aire caliente (Memmert UF750, Alemán) en dos fases: la primera fase de control a una temperatura entre 60 y 80 °C con una velocidad de aire de 2.0 m/s, en la segunda fase se utilizó una temperatura inicial de 80 °C por 5 h y una temperatura de 60 °C. Mehta *et al.* (2017) sometió chiles, previamente cortados, a condiciones de escaldado en agua a 80  $\pm$  2 °C por 4 minutos, un drenado de un minuto, y finalmente las muestras escaldadas recibieron un baño de agua con hielos (proporción 1:4) por 2 minutos para disminuir la temperatura de escaldado. Para el secado se utilizó un gabinete de aire caliente, a 42  $\pm$  2 °C por 15 minutos y dicho gabinete fue ajustado para un secado homogenizado. Anoraga *et al.* (2018) sometió chiles a un tratamiento previo de escaldado utilizando dos diferentes métodos: escaldado con agua caliente a 90°C por 3 minutos seguido de un drenado, también se utilizó un blanco. El secado se realizó por 20 h con aire caliente a una temperatura de 60 °C y una velocidad de 2.0 m/s.

En la Tabla 4.1, se observan mejores rendimientos de minerales en chile guajillo de mercado con respecto al chile comercial, a pesar de utilizar diferentes métodos de extracción de minerales.

Con respecto a la comparación de los métodos utilizados para extraer minerales de chile guajillo, en el caso del método por densidades se siguió la metodología descrita por Neese (2012) con algunas modificaciones. Neese separó minerales de una muestra determinada empleando líquidos pesados elegidos de acuerdo con la densidad de los minerales a separar. También menciona que se pueden emplear los siguientes reactivos para llevar a cabo la extracción: bromoformo (2.89 g/cm<sup>3</sup>) y diyodometano (3.31 g/cm<sup>3</sup>), ambas sustancias son tóxicas y deben utilizarse en una campana de extracción química. Se puede emplear igualmente metatungstato de litio y amonio (3.00 y 2.4 g/cm<sup>3</sup>) y politungstato de potasio (3.1 g/cm<sup>3</sup>), los cuales no son tóxicos, pero son caros y su alta viscosidad no permite realizar una buena extracción de minerales. El politungstato de litio (2.9 g/cm<sup>3</sup>) posee una viscosidad baja, pero su densidad es fuertemente dependiente de la temperatura. Para este trabajo, se decidió utilizar inicialmente una mezcla de etanol y agua, después se extrajeron minerales solo con

agua. Uno de los objetivos de este trabajo es extraer minerales contenidos en chile guajillo, los cuales pueden ser mezclas de fases de cuarzos y feldespatos, estos minerales son más abundantes en la corteza terrestre. Existen variaciones considerables en la densidad de los minerales, la mayoría de los suelos tienen una densidad aproximada de 2.65 g/cm<sup>3</sup>. Esto se debe a que el cuarzo, la arcilla y parcialmente también el feldespato, constituyen casi la totalidad de la fracción mineral del suelo. Hay constituyentes, por ejemplo, la materia orgánica, que varían la densidad de los minerales, aun comparándola con minerales livianos. La mayoría de los suelos de origen mineral poseen contenidos relativamente bajos de materia orgánica, y no afecta el valor de la densidad de 2.65 g/cm<sup>3</sup> (Navarro-García & Navarro-García, 2013).

Al utilizar esta mezcla de etanol/agua, la cual se caracteriza por no ser volátil y no tóxica, se induce a la utilización de la química verde. La química verde está enfocada en el diseño de procesos, preparación y uso de productos químicos con un potencial de contaminación y riesgo ambiental menor a los tradicionales, basados en diferentes tecnologías (Sierra *et al.*, 2014). Por otra parte, se buscó disminuir también el costo de adquisición de reactivos. De acuerdo con el portal de Merck, el precio de las mezclas propuestas por Neese (2012) para extraer minerales oscila desde los \$715 a los \$11,795 pesos. Adquirir agua destilada en una presentación de 10 L tiene un costo de \$1,275 pesos y etanol absoluto de 2.5 L tiene un costo de \$659 pesos, dando una suma de \$1,934 pesos, con un ahorro de \$9,861 pesos (16.39%) (Merck, 2019). Por lo tanto, el método de extracción se caracteriza por ser económico y amigable con el medio ambiente. Esta metodología ha sido utilizada en la extracción de minerales en diferentes trabajos donde han utilizado mezclas de etanol/agua (Pineda Calzada, 2004; Kitis *et al.*, 2005; Curz-Zaragoza *et al.*, 2012; Lavonen *et al.*, 2014; Mejía Vital, 2018)

En el método de densidades se emplearon 10 días para extraer los minerales. En cambio, el método de tamizado solamente requiere de 6 días para extraer los minerales. Se observó que ambos métodos de separación de minerales son factibles

para su utilización en chile guajillo; sin embargo, en cuanto a costo, rendimiento y tiempo de extracción, es mejor utilizar el método de tamizado.

# 4.2. Caracterización morfológica y composición atómica de minerales extraídos de chile guajillo.

En la Figura 4.2, se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido de minerales de chile guajillo mexicano y peruano, se observan minerales de diversos tamaños y formas. Algunos tienen caras regulares y bien definidas y otros muestran severas irregularidades.

El porcentaje atómico de minerales de chile guajillo mexicano y peruano se enlista en la Tabla 4.2, donde el elemento mayoritario contenido en minerales de chile guajillo mexicano y peruano, es el oxígeno (55.40 y 66.06%), seguido del silicio (21.33 y 21.08%), los cuales, forman parte de la composición química de los cuarzos. Se encontraron otros elementos en mediana proporción, los cuales fueron el carbono (8.93 y 2.13%), potasio (6.18 y 1.29%) y aluminio (6.71 y 4.85%) y en baja proporción, se encontraron elementos como el hierro (0.49 y 0.65%), sodio (0.32 y 2.41%). cobre (0.23 y 0.21%), zinc (0.12 y 0.10%) y titano (0.09% en ambos chiles). Estos elementos presentes en minerales de chile guajillo mexicano y peruano pueden formar fases de cuarzos y feldespatos alcalinos, con composición entre las ortoclasas (KAISi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) y alubita (NaAISi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>), o plagiolclasas, con composición entre la albita (NaAISi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) y anortita (CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) (Klein & Hulburt Jr, 1997; Mejía Vital, 2018).

De acuerdo con el trabajo realizado por Kitis *et al.* (2005) se encontraron en chile guajillo mexicano (paprika) minerales naturales, cuya composición fue: 60% de cuarzo, albita (NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) en un 30%, el cual corresponde al grupo de los feldespatos álcali, y ortoclasa (KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) con un 10%, correspondiente al grupo de los feldespatos potásicos. Debido a los porcentajes atómicos reportados en este trabajo, posiblemente, los chiles guajillo contienen minerales con este tipo de feldespatos y cuarzos. Para ello, es necesario caracterizar a los minerales de chile guajillo con una técnica analítica que permita obtener la composición cuantitativa de las fases minerales.



Figura 4.2. Microscopía electrónica de barrido de minerales separados de chile guajillo mexicano (izquierda) y peruano (derecha)

Tabla 4.2. Composición atómica de minerales separados de chile guajillo mexicano y

peruano				
	Mexicano	Peruano		
Elemento	% Atómico			
C	8.93	2.13		
0	55.40	66.06		
Na	0.32	2.41		
Mg	0.20	0.52		
AI	6.71	4.85		
Si	21.33	21.08		
К	6.18	1.29		
Ті	0.09	0.09		
Fe	0.49	0.65		
Cu	0.23	0.21		
Zn	0.12	0.10		

## 4.3. Propiedades CW-OSL de minerales de chile guajillo

La respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano, sin irradiar (natural) e irradiados a 10 Gy con partículas beta de <sup>90</sup>Sr, se muestra en la Figura 4.3.

Los minerales fueron estimulados con luz azul (2.70 eV), verde (2.36 eV) e infrarroja (IR, 1.46 eV) para determinar cuál luz de estimulación promueve la mayor intensidad CW-OSL, la cual fue detectada con filtros de detección en 365 nm para luz de estimulación azul y verde (458 y 525 nm), y con filtros de detección en 410 nm con luz de estimulación IR (850 nm). Se observa la mejor respuesta CW-OSL en minerales (sin irradiar e irradiados) estimulados con luz azul debido a la presencia de fases minerales de cuarzo, los cuales presentan emisiones en 360-390 nm y una en 380 nm asociada con el anión neutro  $[AIO_4]^0$  (Timar-Gabor, 2018). Además de estas emisiones, se conocen otras tres principales en 635 nm (roja), 490 nm (azul) y en la región UV (315-330 nm), estas emisiones han sido detectadas por termoluminiscencia resuelta en el tiempo y radio luminiscencia (Fasoli & Martini, 2016). Huntley et al. (1996) sugirió que diferentes trampas con diferente sección transversal de ionización óptica son las responsables de la curva de decaimiento CW-OSL, además, las trampas con sección transversal grande están asociadas con la luminiscencia inicial durante la estimulación óptica. Con luz de estimulación verde la intensidad CW-OSL de minerales de chile guajillo muestra un decaimiento similar al observado con luz de estimulación azul, la única diferencia es que la luz verde estimula ópticamente una cantidad menor de electrones atrapados, y por lo tanto la intensidad de la respuesta CW-OSL es menor debido a la energía de la luz de estimulación verde (2.36 eV). La curva CW-OSL de minerales estimulados con luz infrarroja (Figura 4.3) muestra una intensidad baja con un decaimiento lento comparado con las curvas CW-OSL obtenidas con luz azul y verde, este decaimiento lento puede ser atribuido a que solamente se están observando las emisiones CW-OSL de minerales de cuarzo contenidos en minerales de chile guajillo mexicano y peruano, este decaimiento CW-OSL lento es característico de minerales naturales de cuarzo estimulados con luz IR, los cuales han sido ampliamente estudiados. Sin embargo, Hütt et al. (1988) reportó el fenómeno de luminiscencia estimulada en infrarrojo (IRSL) para muestras de feldespatos. Cuando los feldespatos irradiados son estimulados con luz infrarroja en el rango de 800 a 900 nm se observa una respuesta fuerte IRSL en longitudes de onda del visible. Emisiones intensas y anchas de muestras de albitas potásicas estimuladas con luz IR (880 nm) han sido reportadas en 300, 390 (región violeta) y 550 nm (amarilla-verde) (Clarke & Rendell,

1997). La respuesta CW-OSL de minerales, sin irradiar, obtenida con luz azul muestra una intensidad mucho menor comparada con la respuesta CW-OSL de minerales irradiados (Figura 4.3). Sin embargo, la respuesta CW-OSL de minerales de chile quajillo mexicano sin irradiar presenta un ligero decaimiento de la intensidad en los primeros segundos de estimulación con luz azul, este decaimiento puede estar relacionado con una posible exposición del chile guajillo a radiación ionizante. Para corroborar esta suposición es importante tomar muestras de diferentes zonas, preferentemente zonas bajas o medias donde los minerales son protegidos de la exposición a la luz solar y/o artificial durante el almacenamiento del chile guajillo. La luminiscencia CW-OSL se ha utilizado ampliamente en datación de sedimentos, a partir del uso de luz verde de un láser de argón (514 nm) para estimular la luminiscencia de minerales de cuarzo presentes en los sedimentos. Se descubrió que la luz infrarroja (IR) también podría ser utilizada para estimular la luminiscencia OSL en feldespatos (Otero Romero, 2012). Por lo tanto, la luminiscencia CW-OSL de minerales extraídos de chile guajillo mexicano y peruano, los cuales están compuestos por mezclas de cuarzos y feldespatos, servirá para la detección de este tipo de alimentos irradiados, y permitirá sentar las bases en la aplicación de esta luminiscencia en el área de alimentos procesados por radiación ionizante.

El cambio en la rapidez de decaimiento de la intensidad CW-OSL puede deberse al origen de los minerales extraídos. Un comportamiento similar se observa en el trabajo realizado por Preusser *et al.* (2009) debido a la composición de los minerales, así como el origen geológico. En resumen, los cuarzos poseen baja sensibilidad OSL, lo cual ocasiona mediciones OSL imprecisas. Una posible razón es que los centros de emisión de algunos granos de cuarzo emiten fotones en una región de longitud de onda diferente a la medida por el tubo fotomultiplicador (Preusser *et al.*, 2009).

71



**Figura 4.3.** Respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano sin irradiar (natural) e irradiados a 10 Gy con partículas beta de <sup>90</sup>Sr

En la Figura 4.4 se muestra la dosis-respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano expuestos a radiación gamma de <sup>137</sup>Cs (1-5000 Gy), donde se puede observar un incremento de la intensidad CW-OSL (intensidad integrada a partir de la suma de las intensidades desde 0.5 hasta 20 s menos el promedio de la intensidad de los últimos 10 datos de la curva CW-OSL) conforme se incrementa la dosis de radiación gamma de <sup>137</sup>Cs, en dosis hasta 1000 Gy la intensidad CW-OSL muestra una relación lineal con la dosis de radiación gamma y a dosis mayores (> 1000 Gy) la intensidad CW-OSL no crece proporcionalmente con la dosis; es decir, la intensidad CW-OSL es menor a la propuesta en el ajuste lineal (línea roja), este comportamiento está relacionado con la concentración de trampas disponibles para electrones y huecos, conforme aumenta la dosis de radiación se genera una concentración mayor de electrones y huecos los cuales no tienen suficientes lugares disponibles para ser atrapados y puedan contribuir en la intensidad CW-OSL durante la

estimulación óptica. Esto sucede para los dos tipos de minerales encontrados en chile guajillo mexicano y peruano.





En la Tabla 4.3 se enlistan valores de las razones OSL<sub>1</sub>/OSL<sub>2</sub>, calculadas a partir de la normalización de la intensidad integrada CW-OSL del experimento de dosis respuesta. Esta normalización forma parte del estándar EN 1788 (2001), el cual es ampliamente utilizado en la identificación de alimentos irradiados a partir de la normalización de la respuesta termoluminiscente (TL<sub>1</sub>/TL<sub>2</sub>) de minerales de silicato. En este trabajo se aplica esta normalización de forma análoga en la respuesta CW-OSL (OSL<sub>1</sub>/OSL<sub>2</sub>) para tratar de identificar chile guajillo mexicano y peruano como irradiados. El valor de OSL<sub>1</sub> representa la intensidad integrada CW-OSL para cada dosis de radiación y el valor OSL<sub>2</sub> es la intensidad integrada CW-OSL obtenida a partir de la lectura realizada en muestras irradiadas (por segunda ocasión) a 1 kGy. El valor de la razón OSL<sub>1</sub>/OSL<sub>2</sub>

permite discriminar entre muestras irradiadas y no irradiadas, valores de OSL<sub>1</sub>/OSL<sub>2</sub> mayores o iguales a 0.1 indican que los alimentos han sido irradiados y valores menores a 0.1 están relacionados con alimentos no irradiados.

Los minerales extraídos de chile guajillo mexicano son considerados irradiados desde 100 Gy hasta 5000 Gy y los minerales separados de chile guajillo peruano son identificados como irradiados entre 250 y 4500 Gy. Por lo tanto, mediante de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano se puede identificar este tipo de alimentos como irradiados y no irradiados.

	Mexicano	Peruano
Dosis (Gy)	OSL <sub>1</sub> /OSL <sub>2</sub>	
1	0.010	0.017
5	0.013	0.017
10	0.019	0.020
25	0.038	0.029
50	0.071	0.047
100	0.136	0.078
250	0.309	0.198
500	0.565	0.449
750	0.823	0.714
1000	1.000	0.923
1500	1.305	1.126
2500		1.511
3000	1.747	
4500		1.926
5000	2.785	

**Tabla 4.3.** Razón OSL<sub>1</sub>/OSL<sub>2</sub> de la dosis respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano

74

La Figura 4.5 muestra la reproducibilidad de las lecturas CW-OSL, donde los minerales de chile guajillo mexicano y peruano son irradiados a una misma dosis (500 Gy) y analizados por CW-OSL inmediatamente, este proceso se repitió 10 veces. La reproducibilidad de minerales de chile guajillo mexicano exhibe un incremento constante de la intensidad CW-OSL integrada en las lecturas 1-5 (Figura 4.5 rombos azules), este incremento de la intensidad CW-OSL puede estar relacionado con una intensidad remanente en los minerales, la cual no es estimulada completamente durante el tiempo de análisis CW-OSL (180 s) y contribuye significativamente en la siguiente medida CW-OSL. Con el propósito de evitar el incremento de la intensidad CW-OSL y disminuir drásticamente la intensidad remanente entre cada proceso de irradiación y lectura, se aplicó un borrado óptico en minerales de chile guajillo mexicano (Figura 4.6), para esto los minerales después del análisis CW-OSL fueron expuestos a luz blanca de un foco led (10 W) por diferentes tiempos. El mismo procedimiento de borrado óptico (Figura 4.5) fue también aplicado a los minerales de chile guajillo peruano y por lo tanto la reproducibilidad muestra un comportamiento constante durante los 10 ciclos de lectura e irradiación.

La respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano obtenida después del borrado óptico por 5, 15, 30 y 60 min se observa en la Figura 4.6, el experimento de borrado óptico sugiere un tiempo de una hora, donde se obtiene una intensidad CW-OSL remanente relativamente baja en minerales de chile guajillo mexicano; por lo tanto, a partir de la lectura 6 se utilizó un borrado óptico con luz blanca de una hora antes de la irradiación de minerales contenidos en chile guajillo mexicano con rayos gamma de <sup>137</sup>Cs.

Las lecturas de reproducibilidad 6-10 de la Figura 4.5 (círculos naranjas) tienen un comportamiento constante de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano, esto es más evidente al comparar con el promedio de las lecturas 1-5 (línea roja) y con el promedio de las lecturas 6-10 (línea verde). El coeficiente de variación (CV) para las primeras 5 lecturas es de 18.8% y el CV para las lecturas 5-10 es de 3.5%, con el borrado óptico de los minerales antes de la irradiación se mejora

drásticamente la reproducibilidad de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano. Para minerales de guajillo peruano fue necesario realizar un borrado óptico con luz blanca de dos horas antes de la irradiación con rayos gamma de <sup>137</sup>Cs, las lecturas muestran un comportamiento constante de la respuesta CW-OSL. El CV de la reproducibilidad CW-OSL de minerales de chile guajillo peruano es de 2.61%.

Recientemente Kasakis & Tsirliganis (2019), realizaron un borrado óptico en huesos de pollo siguiendo el protocolo SARHS (Single Alicuot Regenerative Heat Sensibilization), el protocolo consiste en la exposición de dosis regenerativas adecuadas para materiales sensibles al calor, los cuales, exhiben sensibilización en la respuesta OSL. Este protocolo fue diseñado específicamente para restaurar la señal luminiscente en cuarzos (Murray & Wintle, 2000 y 2003). El protocolo elimina cualquier efecto de sensibilización en cuarzos sin emplear calentamiento. El objetivo de este método es aplicar un borrado óptico con un simulador solar entre la estimulación óptica y la irradiación del material, con este borrado óptico se obtiene una curva de calibración de la muestra restaurada a su estado inicial (Preusser *et al.*, 2009; Kasakis *et al.*, 2017). Kasakis & Tsirlinganis (2019) emplearon borrados ópticos con tiempos de 30, 60 y 90 min, encontrando el óptimo borrado óptico en 60 min (1h). Estos resultados a pesar de provenir de una matriz alimentaria diferente, concuerda con los resultados obtenidos para minerales contenidos en chile guajillo mexicano.



**Figura 4.5.** Reproducibilidad de la respuesta CW-OSL de minerales separados de chile guajillo mexicano y peruano. Los datos representan el promedio de la respuesta CW-OSL de tres muestras y las barras de error representan la desviación estándar (n=2)



Figura 4.6. Respuesta CW-OSL remanente de minerales de chile guajillo mexicano y peruano después de diferentes tiempos de borrado óptico

Finalmente, la Figura 4.7 muestra la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano irradiados a 500 Gy y almacenados por tiempos de 1, 3, 6, 18, 24, 72, 120, 240, 480 y 960 h en la oscuridad a temperatura ambiente. La intensidad CW-OSL integrada para ambos minerales exhibe un incremento en las primeras horas de almacenamiento comparada con la intensidad CW-OSL medida inmediatamente después de la irradiación, lo cual es contrario al comportamiento esperado en este experimento debido a que la respuesta debe disminuir paulatinamente con el tiempo de almacenamiento. Las gráficas insertadas en la Figura 4.7 muestran con mayor detalle el comportamiento de la intensidad CW-OSL integrada para tiempos de almacenamiento desde 0 hasta 120 h. Los minerales de chile guajillo mexicano muestran un incremento en la intensidad CW-OSL en la mayoría de los tiempos de almacenamiento y los

minerales de chile quajillo peruano exhiben un incremento en la intensidad CW-OSL en todos los tiempos de almacenamiento. La Tabla 4.4 enlista el porcentaje de intensidad CW-OSL integrada para cada tiempo de almacenamiento, donde la intensidad CW-OSL medida inmediatamente después de la irradiación de los minerales de chile guajillo mexicano y peruano representa el 100% de la intensidad. En el desvanecimiento de minerales de chile quajillo mexicano se observa un porcentaje mayor al 100% de intensidad CW-OSL para tiempos de almacenamiento desde 1 hasta 24 h, 120 y 240 h y una pérdida del 12, 10 y 7% de intensidad CW-OSL para tiempos almacenamiento de 72, 480 y 960 h, respectivamente. Para el caso de minerales de chile guajillo peruano, hay un incremento de la intensidad CW-OSL integrada para todos los tiempos de almacenamiento, a 24 h de almacenamiento se presenta el mayor incremento (47%) de la intensidad CW-OSL, sin embargo, para tiempos de almacenamiento desde 72 hasta 960 h la intensidad CW-OSL integrada disminuye comparada con la intensidad a 24 h de almacenamiento. El entorno electrónico en minerales de cuarzo y feldespatos es bastante complejo ya que hay numerosas transiciones electrónicas que ocurren simultáneamente durante los procesos de irradiación y relajación, además, estas transiciones electrónicas pueden competir para alcanzar un nivel determinado de energía en la banda prohibida. En particular, hay trampas de baja energía que son altamente inestables a temperatura ambiente y después de la irradiación los electrones pueden liberarse de estas trampas sin ninguna estimulación externa. La liberación de electrones de trampas más estables puede ocurrir espontáneamente en una baja tasa creando un efecto de desvanecimiento extendido en el tiempo (González Maestrando, 2016). Este comportamiento de desvanecimiento está relacionado con electrones atrapados en trampas profundas, los cuales necesitan una energía mayor para su liberación. De acuerdo con Polymeris et al. (2006) se sugiere que, para no observar el incremento de la intensidad CW-OSL en minerales compuestos de cuarzos y feldespatos, se aplique un borrado óptico o un tratamiento térmico antes de irradiar los minerales.



Figura 4.7. Desvanecimiento de la intensidad CW-OSL integrada de minerales de chile guajillo mexicano y peruano almacenados por diferentes tiempos. Las gráficas insertadas muestran el desvanecimiento de la intensidad CW-OSL integrada desde 0 hasta 120 h de almacenamiento. Los datos representan el promedio de dos muestras de minerales

Chile guajillo	Mexicano	Peruano	
Tiempo de	Intensidad CW-OSL integrada		
almacenamiento [h]	[%]		
0	100	100	
1	103	131	
3	109	142	
6	107	146	
18	114	146	
24	109	147	
72	88	133	
120	107	107	
240	105	107	
480	90	103	
960	93	101	

**Tabla 4.4.** Porcentaje de intensidad CW-OSL integrada en minerales de chile guajillomexicano y peruano almacenados por diferentes tiempos

## Efecto de las condiciones de extracción en la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano

En este experimento se pesaron 2 muestras de  $200 \pm 0.5$  g de chile guajillo mexicano y peruano molido. y después, cada muestra se irradió a 500 Gy. Después se extrajeron los minerales con los métodos de densidades y tamizado, y finalmente se midió la respuesta CW-OSL. A continuación, en la Figura 4.8, se compara la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano después de la extracción y la obtenida después de ser borrados ópticamente (2 h) e irradiados a 500 Gy.

La respuesta CW-OSL de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano después de la extracción por el método de tamizado es menor a la respuesta CW-OSL de los mismos minerales irradiados a 500 Gy, un efecto similar se observa en la

respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano extraídos por el método de densidades. Sin embargo, la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano después de la extracción por los métodos de tamizado y densidades aún es suficientemente intensa para considerar al chile guajillo irradiado. Independientemente del método de extracción utilizado se pierde un porcentaje de la intensidad CW-OSL integrada de 54 y 70% para minerales de chile guajillo mexicano y peruano, respectivamente, está perdida en la intensidad CW-OSL debe ser considerada para evitar una interpretación errónea en la identificación de chile guajillo irradiado. La pérdida de intensidad CW-OSL puede estar relacionada principalmente con la exposición de los minerales a luz artificial por periodos de tiempo prolongados. Esto se asemeja a un borrado óptico de minerales, con la diferencia de exponerlos a luz artificial.

En la Tabla 4.5 se enlista el tiempo de exposición de los minerales a la luz artificial. Los minerales de chile guajillo mexicano extraídos por el método de tamizado fueron expuestos a la luz artificial durante más tiempo (25.5 h) en comparación con el tiempo en el método de densidades y el tiempo de exposición a la luz de minerales de chile guajillo peruano en ambos métodos. Sin embargo, la intensidad CW-OSL de minerales de chile seto debe ser considerado una ventaja de utilizar el método de extracción por tamizado.

Lindvall *et al.* (2017), realizaron distintos borrados ópticos con luz de laboratorio en cuarzos. Las muestras se colocaron en un banco y fueron expuestas a luz blanca de un tubo fluorescente colgando del techo (10 s-15 min), después, se colocaron frente a una pantalla de computadora (10 s-15 min) y, por último, se colocaron en un cuarto con luz roja (24 h). Los autores concluyeron que la luz de la pantalla de computadora y la luz fluorescente blanquea las muestras en un 20% en menos de 10 segundos, por lo cual, se requieren de tiempos prolongados para reducir la señal luminiscente de cuarzos, mientras que para las muestras que permanecieron 1 día en el cuarto con luz roja, hubo una reducción de entre 3 y 21%. Los resultados obtenidos en este trabajo concuerdan con las observaciones de Lindvall *et al.* (2017) y podemos decir, que la luz artificial del

laboratorio afecta drásticamente la respuesta CW-OSL de minerales de cuarzo. Una alternativa para contrarrestar el efecto de la luz artificial sería extraer minerales en un cuarto con luz roja, sin embargo, el proceso de extracción sería complicado y el rendimiento de los minerales se vería afectado.



Figura 4.8. Respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano obtenidos por el método de densidades y tamizado

**Tabla 4.5.** Tiempo de exposición a luz artificial en minerales de chile guajillo mexicano y peruano durante la extracción de los mismos por los métodos de densidades y

tamizado				
Chile guajillo	Mexicano	Peruano		
Método de	Tiempo de exposición a luz			
extracción	artificial			
Densidades	13 h con 6 min	13 h con 28		
Deneladoo		min		
Tomizodo	05 h con 06 min	14 h con 40		
1 41112 400	25 n con 26 min	min		

### Conclusiones

• Se extrajeron minerales de chile guajillo mexicano y peruano utilizando los métodos de densidades y tamizado, donde el método de tamizado optimiza la extracción de minerales por que disminuye el tiempo de extracción, la cantidad de agua bidestilada y se obtiene un mejor rendimiento porcentual de minerales extraídos.

• El método de tamizado es más económico y amigable con el medio ambiente.

• El origen del chile guajillo y el proceso de secado industrial y artesanal repercute en la coloración de los minerales.

• La cantidad mayor de minerales se encuentran en la vaina de chile guajillo mexicano y peruano debido a que esta actúa como una capa protectora.

• Los minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano presentaron una composición atómica que indica la presencia de fases cristalinas de cuarzos y feldespatos.

• La respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo aumenta proporcionalmente con el incremento de la dosis de radiación gamma de <sup>137</sup>Cs en un rango de 1-750 Gy para chile mexicano y 1-1000 Gy para chile peruano.

• A partir de la razón OSL<sub>1</sub>/OSL<sub>2</sub> se puede identificar chile guajillo mexicano irradiado desde 100 Gy hasta 5000 Gy y chile guajillo peruano irradiado desde 250 hasta 4500 Gy.

• Se optimizó el borrado óptico con luz blanca de la intensidad CW-OSL remanente, siendo de 1h para minerales de chile guajillo mexicano y 2h para minerales de chile guajillo peruano.

84

• La reproducibilidad de la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano es aceptable con coeficientes de variación de 3.5% y 2.6%, respectivamente.

• El desvanecimiento de la intensidad CW-OSL integrada de minerales contenidos en chile guajillo mexicano y peruano muestra un comportamiento diferente al esperado; es decir, la intensidad CW-OSL integrada es mayor en comparación con la medida inmediatamente después de la irradiación de los minerales.

• Las condiciones de extracción (luz artificial y tiempo de extracción) afectan la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo mexicano y peruano independientemente del método de extracción utilizado.

• Los resultados experimentales de la Luminiscencia Ópticamente Estimulada de minerales, contenidos en chile guajillo mexicano y peruano, expuestos a radiación gamma de <sup>137</sup>Cs, demostraron la factibilidad de utilizar este tipo de luminiscencia como método de identificación de chile seco irradiado.

## Trabajo a futuro

- Estudiar la respuesta CW-OSL de minerales de chile guajillo bajo distintas condiciones experimentales como exposición directa e indirecta a la luz solar e irradiación a temperatura de hielo seco debido a que las propiedades del hielo seco permiten una mayor prolongación de temperatura baja.
- Analizar la respuesta estimulada térmicamente (termoluminiscencia) de minerales contenidos en chile guajillo y comparar los resultados obtenidos con los presentados en este trabajo de tesis.

#### Bibliografía

Alcérreca Sánchez, M, I. (2008). La irradiación de alimentos: su normatividad y etiquetado. Entorno Nuclear, 1, 13-15

Alpinovezza, A, R., Alves de Morais Júnior, Gonçalves, I, D., Lagareiro Netto, A, A., & Marcucci, M, C. (2015). Pimientos del género *Capsicum*: propiedades y acciones terapéuticas. *Revista de Fitoterapia*, 15, 121-130

Adem, E., Ávalos, M., Barrio, R., Bokhimi, X., Brandan, M, E., Chávez, E, R., García, G., Menchaca, A., Michaelian, K., Miranda, J., Moreno, J., Rickards, J., Robledo, A., Rodríguez, M., & Ruvalcaba, J, L. (2019). *Física experimental interdisciplinaria,* CopltarXives, México: UNAM, pp. 10-15

Aguilar Hernández, R., & Esparza Frausto, G (2010). Situación y perspectivas de la producción de chile seco en Zacatecas. *Revista de geografía agrícola,* 45, 19-38

Aguirre-Mancilla C, L., Iturriaga De la Fuente, G., Ramírez-Pimentel, J, G., Covarrubias-Prieto, J., Chablé-Moreno, L., & Raya-Pérez, J, C. (2017). El chile (*C.annuum* L.), el cultivo y producción de semilla. *Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 5, 19-27

Aniel Kumar, O., Subba Tata, S (2009). Ascorbic acid contents in chilli peppers (*Capsicum* L.). *Notulae Scientia Biologicae*, 1, 50.52

Anoraga, S, B., Sabarisman, I., & Ainuri, M. (2018). Effect on different pretreatments on dried chilli (*Capsicum annuum* L.) quality. *IOP Publishing*, 131, 1-5

Arvanitoyannis, I, S. (2010). Irradiation of food commodities. techniques, applications, detection, legislation, safety and consumer opinion. USA: Elsevier, pp.70-75

Bailiff, I, K. (2000). Chatracteristics of time-resolved luminiscence in quartz. *Radiant Measure*, 32, 401-405

Banchero, L., Carballo, S., & Telesca, J. (2008). *Manual del secado solar de especias medicinales y aromáticas para predios familiares.* Uruguay: Unidad de Comunicación y Transferencia de Tecnología del INIA, pp. 14-15

Barkai-Golan, R., & Follet, A, P. (2017). *Irradiation for quality improvement, microbial safety and phtytosanitation of fresh produce*, UK: Elsevier, pp. 2-4

Beom-Seok, S., Byeong-Keun, K., Young-Min, Y., Koo, J., Jong-heum, P., Jae-Kyung, K., Cheong-Tae, K., Yunjong, L., Dong-Ho, K., Sang-Ryeol, R. (2016). Identification of red pepper powder irradiated with different types of radiation using luminiscence methods: A comparative study. *Food Chemistry*, 200, 293-300

Bøtter-Jesen, L., McKeever, S, W, S., & Wintle, A, G. (2003). *Optically stimulated luminescence dosimetry*. Amsterdam: Elsevier, pp.27-29, 47-49, 56-58

Bulur, E. (1996). An alternative technique for optical stimulated luminescence (OSL) experiment. *Radiant Measurement*, 26, 701-709

Cabello Rivero, M (2019). Instalaciones eléctricas interiores, México: Editex, p.251

Camean Fernández, A, M., & Repetto Jiménez, M. (2012). *Toxicología alimentaria*, Madrid: Ediciones Díaz de Santos, pp. 638-639

Castillo, J, C, M., Carrascosa, J, M, A., & Verdú Aroca, J, A. (2019). *Infraestructuras comunes de telecomunicación en viviendas y edificios*, México: Editex, p. 119

Castillo Téllez, M., Pilatowksy-Figueroa, I., López-Vidaña, E, C., Sarracino-Martínez, O & Hernández-Gálvez, G. (2017). Dehydration of the red chilli (*Capsicum annuum* L.,

Costeño) using and indirect-typed forced convection solar dryer. Applied Thermal Engineering, 114, 1137-1144

Chávez-Servia, J, L., Vera-Guzmán, A, M., Carrillo Rodríguez, J, C, & Heredia García. (2016). Variación en contenido de minerales en frutos de variedades autóctonas de chile (*Capsicum anuum* L.), cultivadas en invernadero. *VITAE, Revista de la Facultad de Ciencias farmacéuticas y Alimentarias*, 13, 48-57

Chithambo, M, L., & Galloway, R B. (2000). A pulsed light emitting diode system for stimulation of luminescence. *Measure Scientific Technology*, 11, 418-424

Chithambo, M, L. (2018). An introduction to time-resolved optically stimulated *luminescence*, USA: Morgan & Claypool Publishers, pp. 1-9

Ciju, R, J. (2019). Chile peppers, España: Agrihortico, pp.3-4

CICATA. (2020). Productos y servicios: MEB. Recuperado el 21 de febrero de 2020, de <u>https://www.cicata.ipn.mx/assets/files/cicata/assets/Servicios/Empresa/Microscopia\_Ele</u> ctronica\_Barrido\_SEM.pdf

Clarke, M, L., & Rendell, H, M. (1997). Stability of the IRSL spectra of alkali feldespars. *Physica Status Solidi*, 199, 597-604

CODEX STAN 106-1983. NORMA GENERAL DEL CODEX PARA LOS ALIMENTOS IRRADIADOS. REV.1.1983. Recuperado el 21 de febrero de 2020, de <u>www.fao.org</u>

Crews, C., Driffield, M., & Thomas, C. (2012). Analysis of 2-alkylcyclobutanones for detection of food irradiation: current status needs and prospects. *Journal of Food Composition and Analysis*, 26, 1-11

Crúz Pérez, A, B., González Hernández, V, A., Soto Hernández, R, M., Guitérrez Espinoza, M, A., Gardea Béjar, A, A., & Pérez Grajalez, M. (2007). Capsaicinoides, vitamina C, y heterósis durante el desarrollo del fruto de chile manzano. *Agrociencia*, 6, 627-635

Cruz Zaragoza, E., Marcazzó, J., & Chenov, V. (2012). Photo- and thermally stimulated luminescence of polyminerals extracted from herbs and spices. *Radiation Physics and Chemistry*, 81, 1227-1231

Da Wen, S. (2014). *Emerging technologies for food processing (2nd ed.).* USA: Elsevier, pp. 293-294, 298-307

Delincée, H. (2002). Analytical methods to identify irradiated food: a review. *Radiation Physics and Chemistry*, 63, 455-458

Denby, P. M., Bøtter-Jesen, L.,Murray, A, S., Thomsen,K,J.,Moska,P. (2006). Application of pulsed OSL to the separation of theluminescence components from a mixed quartz/feldspar sample. *Radiation Measurements*, 41, 774-779

EN 1788 (2001). Commission Regulation (EC) No 1788/2001 of 7 September 2001 laying down detailed rules for implementing the provisions concerning the certificate of inspection for imports from third countries under Article 11 of Council Regulation (EEC) No 2092/91 on organic production of agricultural products and indications referring thereto on agricultural products and foodstuffs . Recuperado el 20 de enero de 2020, de https://op.europa.eu/en/publication-detail/-/publication/32107ccc-d346-40b7-ad63-273c5ac81be5/language-en

Fan, X., & Sommers, C, H. (2013). *Food irradiation research and technology (2nd ed.)*. UK: Wiley-Blackwell, pp. 9-46, 75-96

Fasoli, M., & Martini, M. (2016). The composite nature of thermoluminiscence UV emission of quartz. *Journal of Luminiscence*, 173, 120-126

Fattahi, M., & Stokes, S. (2000). Extending the time range of luminescence dating using red TL (RTL) from volcanic quartz. *Radiant Measurement*, 32, 479-485

Feathers, K, L., Aksel-Casson, M., Henck-Schmidt, A & Chitambo, L. (2012). Application of pulsed OSL to polymineral fine-grained samples. *Radiation measurements,* 47, 201-209

Feria de las ciencias UNAM (2017). Chiles de México: Colorantes cosméticos. Recuperado el 30 de enero de 2019, de https://www.feriadelasciencias.unam.mx/anteriores/feria17/102.pdf

Feliciano, C, P. (2018). High-dose irradiated food: Current progress, aplications and prospects. *Radiation Physics and Chemistry*, 144, 34-36

Ferreira, I, C, F, R., Amilcar, L, A., & Cabo Verde, S. (2018). *Food irradiation Technologies: concepts, applications and outcomes*. Cambridge: Royal Society of Chemistry, pp. 5-24, 28-46, 123-160, 210-227, 237-274, 404-419

FAO & OMS. (1999). *Codex Alimentarius: requisitos generales, (Volumen 1, 2da ed.).* Italia: Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, p. 335

Furetta, C. (2008). Questions and answers on thermoluminiscence (TL) and optically stimulated luminescence (OSL). Singapore: World Scientific, pp.103-105

García González J, M., Hernández Acevedo, Y., Conejo Flores, R., Pilatowski Figueroa, I & García Saldívar, V, M. (2019). Deshidratación de chile guajillo (*Capsicum annuum*) utilizando el secador solar tradicional en planta, a cielo abierto, micro túnel y

convencional. Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos, 4, 377-384

González Maestrando, V, E. (2016). *Dosimetría in vivo con el uso de OSL nanoDot.* Argentina: Universidad Nacional de Cuyo, Instituto Balseiro. Tesis Carrera de Maestría en Física Médica, pp. 10-11

Götze, J., & Möckel, R. (2014). Quartz: deposits, mineralogy and analytics. Berlin. Springer Science & Buisness Media, pp.1-6

Gray Star Company (2020). Genesis irradiator. Recuperado el 20 de febrero de 2020, de <u>http://www.graystarinc.com/genesis.html</u>

Guevara González, R, G., Pons Hernández, J.L., Torres Pacheco, I., & González Chavira, M, M. (2018). *Manual práctico para el cultivo de chile.* Madrid: Ediciones Mundi-Prensa, pp. 3-7

Hallman, G, J., Loaharanu, P. (2016). Phytosanitary irradiation-development and application. *Radiation Physics and Chemistry*, 129, 39-45

Hernández, A, G. (2010). Tratado de nutrición tomo II: composición y calidad nutritiva en los alimentos (2a ed.). España: Editorial Médica Panamericana, pp. 541-542

Huntley, D. J., Short, M. A. & Dunphy, K. (1996). Deep traps in quartz and their use for optical dating. *Can. J. Phys*, 74, 81–91.

Hütt, G., Jaek, I., & Tchonka, J (1988). Optical dating : k-feldespars optical response stimulation spectra. *Quatern Science*, 7, 381-385

Jain, M., & Bøtter-Jesen, L. (2014). Luminiscence instrumentation. *Trans Tech Publications*, 357, 245-260

JECFI Commitee Report (1981). Wholesomeness of irradiated food, *Technical Report* Series 659, Geneva: WHO

Kazakis, N. A., Tsetine, A.T, Kitis, G., & Tsirliganis, N.C. (2018). A SAR protocol for heat- sensitive materials exhibiting sensitization (SARHS) for the estimation of the equivalent dose. *Radiation. Measurements*, 99, 1–9.

Kazakis, N, A., Tsirliganis, N, C. (2019). Optically stimulated luminescence investigation of chicken bones towards their use at food post-sterilization and retrospective dosimetry. *Applied Radiation and Isotopes*, 154, 1-8

Kharfi, F., & Kefti, R. (2018). Irradiated black pepper identification based on thermoluminiscence of silicate minerals. *Journal of Radio analytical and Nuclear Chemistry*, 315, 503-507

Kitis, G., Zaragoza Cruz, E., & Furetta, C (2005). Thermoluminiscence properties of chile guajillo (paprika) mexicano. *Applied Radiation and Isotopes*, 63, 247-254

Klein, C., & Hurlbut Jr, S, C. (1997). *Manual de mineralogía: (vol 2.).* España: Editorial Reverte, pp. 589-592

Lacroix, M., Marcotte, M., Ramaswamy, H. (2002). *Irradiation in combination with others processes for the preservation of fruits, vegetables, nuts and spices.* USA: Marcel Dekker Inc., pp. 623-652

Lindvall, A., Stjern, R., & Alexanderson, H. (2017). Bleaching of quartz OSL signals under natural and laboratory light conditions. *Ancient TL*, 35, 12-20

López, A., Fenoll, J., Hellín, P., & Flores, P. (2013). Physical characteristics and mineral composition of two pepper cultivars under organic, conventional and soilless cultivation. *Scientia Horticulturae*, 150, 259-266

Lukey, B, J., Romano Jr, J, A., & Salem, H. (2019). *Chemical warfare agents:* biomedical and psychological effects, medical countermeasures and emergency response (3rd ed.). Florida: CRC Press, pp.726-727

Mahindru, S, N. (2009). *Food preservation and irradiation*. New Delhi: APH Publishing Corporation, pp 1-2, 113-115

Manual de Seguridad Theratronics para Gamacell 1000 Elite/ 3000 Elan (2020). Recuperado el 20 de febrero de 2020, de http://www.theratronics.ca/PDFs/BT\_MBTS\_8005\_GC1000E\_3000E\_3\_V112013\_webS ECURE.pdf

Maraver, J., Moreno, I, M., Jos, A & Camean, A, M. (2012). *Irradiación de alimentos: toxicología alimentaria*. Madrid: Ediciones Díaz de Santos, pp. 638-639

McLaughlin, W, L., Boyd, A, W., Chadwick, K, H., McDonald, J, C & Miller, A. (1989). Dosimetry for radiation processing. New York: Taylor and Francis, p. 251

Mehta, D., Prasad, P., Bansal, V & Siddiqui, M, W. (2017). Effect on drying techniques and treatment with blanching on the physicochemical analysis of bitter-gourd and capsicum. *LWT- Food Science and Technology*, 84, 479-488

Mejía Vital, A, E. (2018). Detección por luminiscencia estimulada térmica y ópticamente de especias (orégano y pimienta negra) irradiadas con cobalto 60. UNAM, México,

Facultad de Química, Tesis en Licenciatura en Química de Alimentos, pp. 39-40, 52-61, 69

Merck. (2019). Catalogo Merck México. Recuperado el 4 de diciembre de 2019, de <u>https://www.merckmillipore.com/MX/es</u>

Molins, R. A (2001). *Food irradiation: principles and applications*. Toronto: Wiley & Sons INC., Publication, pp.43-46

Monroe, J, S., Wilcander, R & Pozo, M. (2008). *Geología: dinámica y evolución de la tierra (4a ed.), España*: Editorial Paraninfo, España, p. 77

Morehouse, K, M. (2002). Food irradiation: US regulatory considerations. *Radiation Physics and Chemistry*, 63, 281-284

Muhammad, S., & Uebersax, A, M. (2018). *Handbook of vegetables and vegetable processing (*2nd *ed.*). Singapour: Wiley Blackwell, pp.633-656

Mukherjee, S (2011). *Applied mineralogy: applications in history and environment*, Springer, USA, pp. 13-20, 191, 204-208

Murray , A, S., & Wintle, A, G. (2000). Luiminiscene dating of quartz using an improved single- aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements*, 32, 57-73

Murray, A, S., & Wintle, A, G. (2003). The single aliquot regenerative protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements*, 37, 377-381

Navarro García, G., & Navarro García, S. (2013). *Química agrícola: química del suelo y de los nutrientes esenciales para las plantas (3a ed.)*. España: Mundiprensa, pp. 64-66

Neese, W, D. (2012). *Introduction to mineralogy (2nd ed.).* USA: Oxford University Press, pp. 3, 4, 6-8, 201-204, 211-214, 231-233, 236, 241-244, 253

Nollet, L, M, L., & Toldra, F. (2009). *Processed meats and poultry analysis*. Florida: CRC Press, pp. 734-736

Otero Romero, M. (2012). *Revisión de algunos procedimientos para la datación por dosimetría OSL.* Perú: Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ingeniería, Tesis de Ingeniería Química, pp. 16-18

Pérez Gálvez, A., & Garrido Fernández, J. (1997). Termo degradación de carotenoides en el pimentón. *Grasas y Aceites*, 48, 290-296

Peter, K.V. (2012). *Handbook of herbs and spices: volume 1 (2nd ed.).* UK: Woodhead publishing, pp. 30-35, 116-120, 124

Peter, K.V. (2012). *Handbook of herbs and spices: volume 2 (2nd ed.)*. UK: Woodhead publishing, pp. 72-80

Pineda Calzada, S. (2004). *Detección por termoluminiscencia de alimentos (chile guajillo y orégano) procesados por radiación ionizante*. Ciudad de México: UNAM, Facultad de Química, Tesis de Licenciatura en Química de Alimentos, pp. 40-42
Polymeris, G, S., Tsirliganis, N., Loukou, Z., & Kitis, G. (2006). A comparative study of the anomalous fading effects of TL and OSL signals of Durango apatite. *Revista Physical Status Solid*, 203, 578-590

Portuondo Paisan, Y., & Portuondo Moret, J. (2010). La repetibilidad y reproducibilidad en el aseguramiento de calidad de los procesos de medición. *Tecnología Química*, 30, 117-121

Preusser, F., Chithambo, M, L., Götte, T., Martini, M., Ramseyer, K., Sendezera, E, J., Susino, G, J., & Wintle, A, G. (2009). Quartz as a natural luminiscence dosimeter. *Earth Science-reviews*, 97, 184-214

Public Citizen. (2000). *The top 10 problems with irradiated food.* USA: Public Citizen: Protecting Health, Safety & Democracy, pp 1-2

Ravindran, P, N. (2017). The encyclopedia of herbs & spices. UK: CABI, pp.181-190

Ravindran, R., Jaiswal, A, K. (2019). Wholesomess and safety aspects of irradiated foods. *Food Chemistry*, 285, 363-368

Richter, D., Richter, A., & Dornich, K. (2013). Lexsyg- a new system for luminescence research. *Geochronometria, Springer*, 1-9

Roberts, P, B. (2016).Food irradiation: standards, regulations, and worldwide trade. *Radiation Physics and Chemistry*, 129, 30-34

Rutley, F. (2012). *Rutley's elements of mineralogy (26th ed.).* London: Thomas Murby & CO, pp 1-4

Saengrayap, R., Boonlap, N., & Boonsorn, U. (2016). Effect of pretreatment methods on the color changes during drying of red chilli (*Capsicum frutescens* L.). *MATEC Web of conferences*, 62, 1-6

Sánchez Segura, L., & Gutiérrez López, G, F. (2016). El picor del chile, biosíntesis de la capsaicina y diferenciación morfológica. *Ciencias*, 118-119, 34-17

Sandeva, I., Spasevska, H., Ginovska, M., & Stojanovska-Georgievska, L. (2017). Effects of radiation doses to photo stimulated response of certain herbs and spices. *Metrology and measurements systems*, 24, 143-151

Santamaría, M, R. (2010). *Industria alimentaria: tecnologías emergentes*. España: Universidad politécnica de Catalunya, pp.104-106,114

Secretaría de Salud. (1995). NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-033-SSA1-1993, BIENES Y SERVICIOS. IRRADIACIÓN DE ALIMENTOS. DOSIS PERMITIDAS EN ALIMENTOS, MATERIAS PRIMAS Y ADITIVOS ALIMENTARIO. Recuperado el 19 de mayo de 2019, de <u>http://www.salud.gob.mx/unidades/cdi/nom/033ssa13.html</u>

SERNAC (2004). Irradiación de alimentos. Información al consumidor sobre el significado del tratamiento con energía ionizante. Chile: Servicio Nacional del Consumidor, pp.13-14

SIAP & SAGARPA. (2017). *Planeación agrícola nacional 2017-2030*. México: SIAP-SAGARPA, pp.1-2

SIAP & SAGARPA. (2018). Atlas agroalimentario 2012-2018, .México: SIAP & SAGARPA, pp.64-67

SIAP & SAGARPA (2019). *Panorama agroalimentario 2019*. México: SIAP & SAGARPA, pp.60-61

Sierra, A., Meléndez, L., Ramírez-Monroy, A., & Arroyo, M. (2014). La química verde y sustentable. *Revista Iberoamericana para la Investigación y el Desarrollo Educativo*, 5, 1-15

Stefanova, R., Vasilev, N, V., & Spassov, S, L. (2010). Irradiation food: Current legislation framework and detection of irradiated foods. *Food Analytical Methods*,3, 225-252

Suárez, R. (2001). Conservación de los alimentos por irradiación. UCEL (Rosario, Argentina), 6, 85-124

Sumaya-Martínez, M, T., Sánchez Herrera, L, M., Torres García, G., García Paredes, D. (2012). Red del valor del mango y sus desechos con base en las propiedades nutricionales y funcionales. *Quinta Época*, 30, 826-833

Tainer, R, D., & Grenis, A, T. (1993). *Especias y aromatizantes alimentarios*. España: Editorial Acribia S.A., pp. 50-51

Theratronics (2020).Product overview. Recuperado el 20 de febrero de 2020, de http://www.theratronics.ca/product\_gamma.html#

Thomsen, K, J., Bøtter-Jesen, L., Denby, P, M., Moska, P., & Murray, A, S (2006). Developments in luminescence measurement techiniques. *Science Direct*, 41, 768-773

Timar Gabor, A. (2018). Electron spin resonance characterization of sedimentary quartz of different grain sizes. *Radiation Measurements*, 120, 59-65

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (2007). *Modelo insumo-producto (integración de la matriz insumo-producto).* Tabasco: CIPDACEA., p.375

Vallejo Rueda, J, D. (2015). *Dosimetría in vivo mediante OSLD, en tratamientos de radioterapia de intensidad modulada IMRT.* Argentina: Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ciencias Extactas y Naturales. Tesis de título de magister en Física Médica, pp. 16-17

Wagner, G, A. (2013). Age determination of young rocks and artifacts: physical and chemical clocks in quaternary geology and archeology. Germany: Springer Science & Business Media, pp. 235-236

Wenk, H, R., Bulakh, A. (2016). *Minerals: their constitution and origin (2nd ed.).* United Kingdom: Cambridge United Press, pp.416-417

Wikiwand. (2020). Feldespato. Recuperado el 17 de enero de 2020, de <u>https://www.wikiwand.com/an/Feldespato</u>

Wintle, A, G., & Adamiec, G. (2017). Optical stimulated luminescence signals of quartz: A review. *Radiation Measurements*, 98, 10-33

Yukihara, E, G., & McKeever, S, W, S. (2011). *Optical stimulated luminescence: Fundamentals and applications*. USA: Wiley Publication, pp. 13-14

Zanardi, E., Caligliani, A., & Novelli, E. (2018). New insights to detect irradiated food: An overview. *Food Analytical Methods*, 11, 224-235