

PROPIEDAD TL DE CUARZO NATURAL Y SIMILITUD EN PIMIENTA NEGRA (*Piper nigrum* L.)

S. Guzmán Aguirre¹, E. Cruz-Zaragoza¹, C. Furetta¹, F. Brown², M. Barboza-Flores³

¹ Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica, Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México, A.P. 70-543, México 04510 D.F., México, ecruz@nucleares.unam.mx

² Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales, Universidad de Sonora, A.P.130, C.P.83000, Hermosillo, Sonora, México

³ Centro de Investigación en Física, Universidad de Sonora, A.P. 5-088, C.P.83190, Hermosillo, Sonora, México

El cuarzo es uno de los minerales abundantes en la naturaleza y puede ofrecer información termoluminiscente (TL), y también se localiza en la fracción mineral de algunas hierbas y especias de consumo. Se presenta el análisis de las propiedades TL de una muestra de cuarzo natural de roca y se compara con las obtenidas de la fracción polimineral de la pimienta negra (*Piper nigrum* L.) cuando fueron expuestas a radiación gamma de ⁶⁰Co. Los poliminerales de la pimienta negra fueron analizados por difracción de rayos X, donde se encontró al cuarzo como componente mayoritario. Se separaron en diferentes tamaños de partícula (10, 53, 74 y 149 μm). Las muestras fueron irradiadas a dosis relativamente bajas (1-500 Gy) y altas (0.1-40 kGy) con el objetivo de determinar la linealidad de la emisión TL en función de la dosis y el análisis de las curvas de brillo. También se obtuvo el desvanecimiento de la señal TL por efecto de la luz UV. La reproducibilidad de las señales TL en las muestras indican que a menor tamaño de partícula se obtienen mejores señales TL.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las especias de alto consumo en México es la pimienta negra (*Piper nigrum* L.), la cual se encuentra frecuentemente contaminada con microorganismos patógenos. Por ello, el empleo de la radiación para la desinfección y esterilización de hierbas y especias ha sido aceptado en muchos países. Sin embargo, un problema latente es el control de la dosis para lograr la sanitización adecuada e identificación de los alimentos procesados por radiación. La termoluminiscencia (TL), es un método físico empleado para la detección de alimentos irradiados, el cual proviene de la fracción mineral contenida en hierbas y especias (Calderón, 2000; Gastélum, *et al.*, 2002). Los poliminerales al ser expuestos a radiación generan defectos, que al ser excitados con calor emiten termoluminiscencia (TL). Este fenómeno de emisión de luz es debido a la recombinación de las cargas atrapadas que bajo estimulación térmica pueden ser liberadas y detectadas en forma de curvas de brillo, y la estructura puede depender del tipo así como de la composición de los monominerales que conforman la fracción polimineral (Favalli *et. al.*, 2006; Göksu, *et. al.*, 2001), como en el caso de la pimienta negra. En este trabajo se muestran las propiedades termoluminiscente de los poliminerales separados de la pimienta negra de origen mexicano y su similitud con las observadas en una muestra de cuarzo natural de roca.

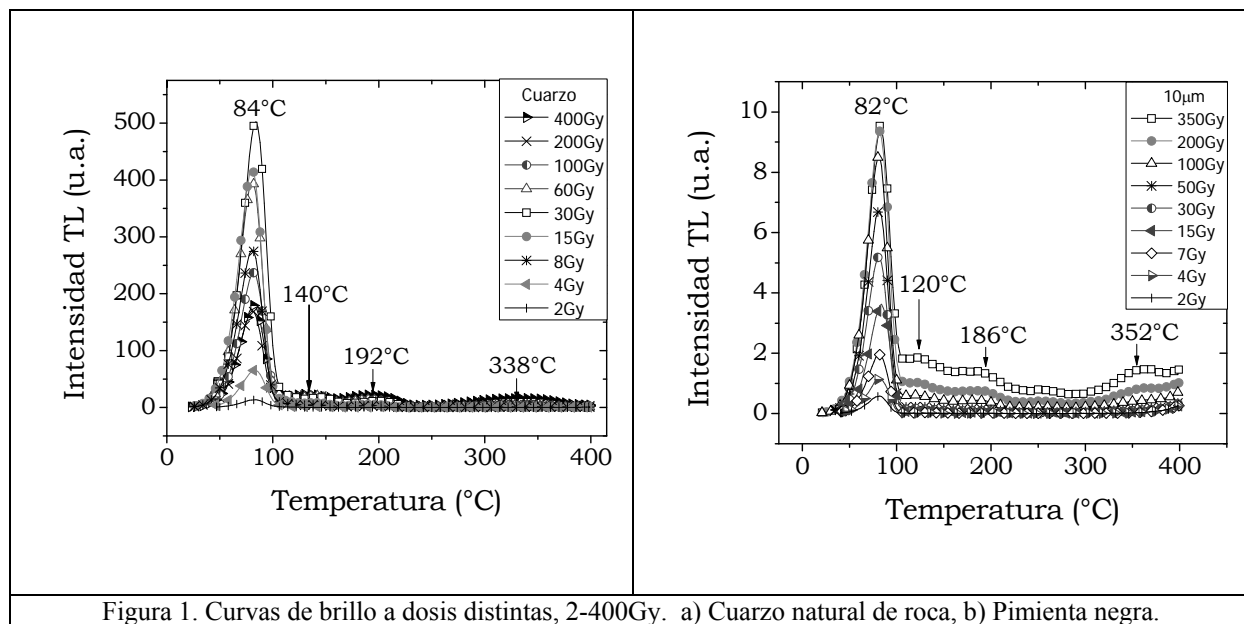
2. METODOLOGÍA

Las muestras de pimienta negra utilizadas en este trabajo provienen del estado de Veracruz, México. Una cantidad de 40g de pimienta se colocó en 500 mL de agua bidestilada y se mantuvo en agitación durante 24h, posteriormente la solución fue decantada y el sedimento lavado con agua bidestilada y se dejó sedimentar hasta 24h. La fracción inorgánica fue limpiada con H₂O₂ 30% y enseguida con HCl 10% para la eliminación total de la materia orgánica y finalmente secados con acetona. Se consideraron distintos

tamaños de partícula de 53, 74 y 149 μm , y de 10 μm con la técnica de Zimmerman. El cuarzo empleado como una referencia de polimineral, fue obtenido de una muestra de roca, el cual fue purificado y finamente molido. Para la irradiación a dosis bajas (0.5-400 Gy) se empleó el Gammacell-200 con una razón de dosis de 0.427 Gy/min y las dosis altas (0.5-40 kGy) se realizaron en el Gammabeam 651PT con razón de dosis 105.8 Gy/min ambos irradiadote se encuentran en la Unidad de Irradiación y Seguridad Radiológica del Instituto de Ciencias Nucleares UNAM. Las mediciones termoluminiscentes se realizaron en un equipo Harshaw 3500 en un intervalo de 35-400 $^{\circ}\text{C}$ con una razón de calentamiento de 2 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ para lograr buena resolución de las curvas de brillo y cada medición TL se realizó en pares de muestras similares del mismo lote. El desvanecimiento de la señal TL se generó con una lámpara de luz ultravioleta (UV) de vapor de mercurio de 218 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$, marca Pasco Scientific.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La fracción polimineral de la pimienta negra fue analizada por difracción de rayos X. El difractograma mostró una existencia mayoritaria de cuarzo en la fracción polimineral de las muestras aunque no se descarta una fracción mínima de feldespatos incrustados en el mismo cuarzo. Dada esta característica de cuarzo mayoritario en la pimienta negra, se buscó realizar una comparación con las emisiones TL de la muestra de cuarzo de roca natural. Ambas muestras fueron irradiadas a dosis relativamente bajas (1-400 Gy) en el Gammacell 200, y a dosis altas (0.1-40 kGy) en el irradiador Gammbeam 651PT determinar el intervalo lineal de la respuesta TL en función de la dosis. La figura 1, presenta las curvas de brillo de las muestras de cuarzo y polimineral de pimienta negra, irradiadas a diferente dosis (2-400 Gy).



La muestra correspondiente al cuarzo natural exhibe la presencia de un pico alrededor de 84 $^{\circ}\text{C}$, mismo que presentan los poliminerales de la pimienta negra de 10 μm a 82 $^{\circ}\text{C}$. Los tres picos en 140, 192 y 338 $^{\circ}\text{C}$ que presenta el cuarzo, son similares a los de 124, 186 y 356 $^{\circ}\text{C}$ que se observan en la pimienta negra. Aunque hay un ligero desplazamiento en las temperaturas, esto puede deberse a las fracciones o trazas de feldespatos o impurezas que contienen los poliminerales de la pimienta negra y que pueden ser capaces de modificar la estructura de las curvas de brillo de las muestras. Los distintos tipos de cuarzo existentes en la naturaleza hacen complicado una comparación entre ellos, sin embargo, la muestra de cuarzo de roca que

se considera aquí presenta una buena concordancia en las posiciones en temperatura de los picos encontrados para la pimienta negra, y también con cuarzo sedimentario Australiano. Los picos TL reportados por Franklin y col. de ese cuarzo se localizaron en 100, 180, 220, 260, 305, 350 y 450 °C (Franklin et al., 1995). En las figuras 2a y 2b, se observa que ambas muestras presentan el pico de alta temperatura, el cual, como se ha observado en otros trabajos, es característico del cuarzo (Gómez-Ros, *et. al.*, 2006; Favalli *et. al.*, 2006) y ha sido considerado de utilidad para datación principalmente debido a la estabilidad térmica que presentan las trampas correspondientes en el gap.

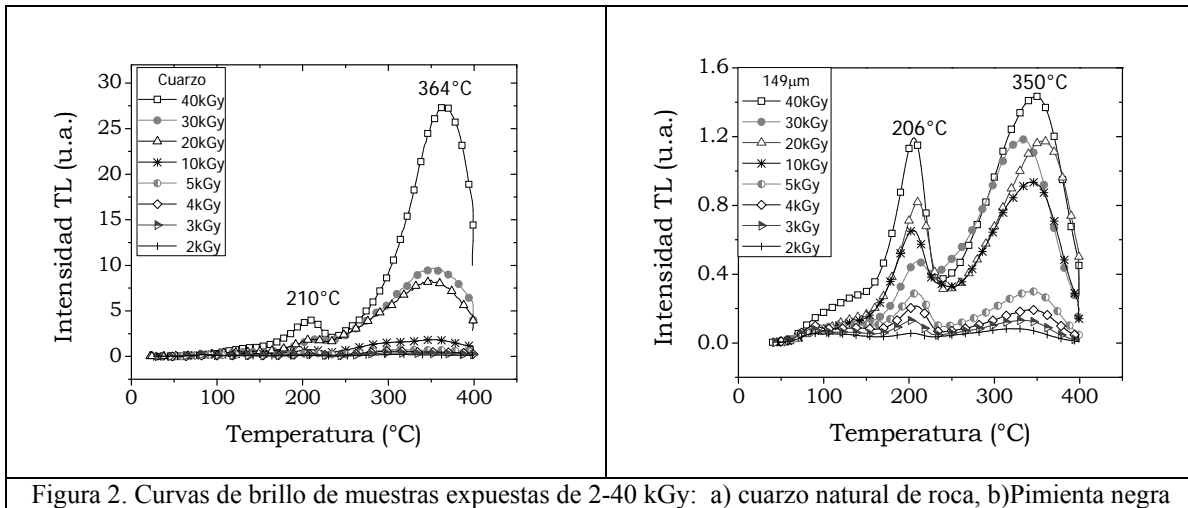


Figura 2. Curvas de brillo de muestras expuestas de 2-40 kGy: a) cuarzo natural de roca, b) Pimienta negra

Los picos de las emisiones TL se ven influenciados por las dosis altas. El primer pico que estaba en 82 °C disminuye y se generan claramente los picos de alta temperatura (206 y 350 °C) que deben corresponder al cuarzo en las muestra. Este fenómeno puede deberse a la transferencia de cargas de niveles de menor a mayor temperatura. Sin embargo, el mecanismo de recombinación es complejo dada la evolución de las curvas de brillo ante la influencia de las dosis, una consideración de distribución de trampas (Cruz-Zaragoza, *et. al.*, 2006) podría ayudar a explicar el comportamiento. Por otra parte, la respuesta TL de la muestra de cuarzo aumentó hasta 40 kGy (figura 3a) con una respuesta lineal menor a 10 Gy y una región sublineal en las dosis posteriores. Para la pimienta negra el resultado es distinto, una región lineal se presentó entre 0.1-0.5 kGy y a partir de 0.6 kGy se observó un aumento ligero de la intensidad TL y enseguida la región de saturación conforme aumentaba la dosis hasta 40 kGy, ésta última puede estar asociada al daño por radiación (figura 3b) debido a la alta ionización y el agotamiento de trampas para retener a las cargas generadas por la dosis alta en el polimineral.

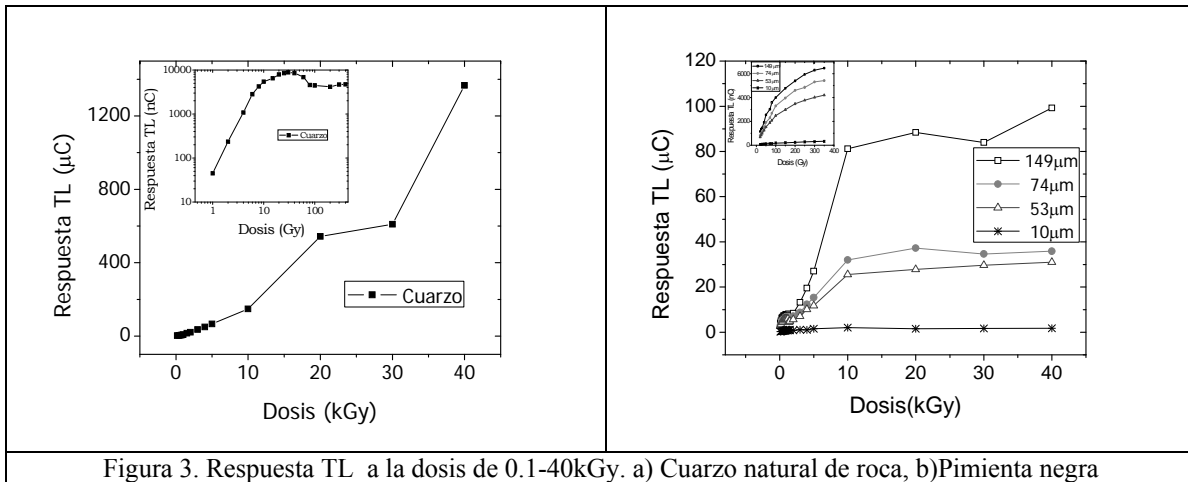


Figura 3. Respuesta TL a la dosis de 0.1-40kGy. a) Cuarzo natural de roca, b) Pimienta negra

La estabilidad de los picos TL fueron evaluados utilizando iluminación de luz UV en un intervalo de tiempo de 1-240 min. Se irradiaron las muestras a una dosis de control de 10 Gy con radiación gamma. En ambos tipos de muestras el primer pico disminuyó su intensidad TL rápidamente entre 0-8 min pero siempre ubicado en la misma temperatura (figura 4). Sin embargo, para la muestra del cuarzo después de 8 min se observa ya la presencia de 3 picos (94, 142 y 194 °C) los cuales disminuyen conforme aumenta el tiempo de exposición a la luz UV (recuadro fig. 4a) y tienden a prevalecer el pico de alta temperatura. La pimienta negra, presenta la disminución de la señal TL conforme aumenta el tiempo de exposición a la luz UV (figura 4b), manteniéndose el pico a la misma temperatura.

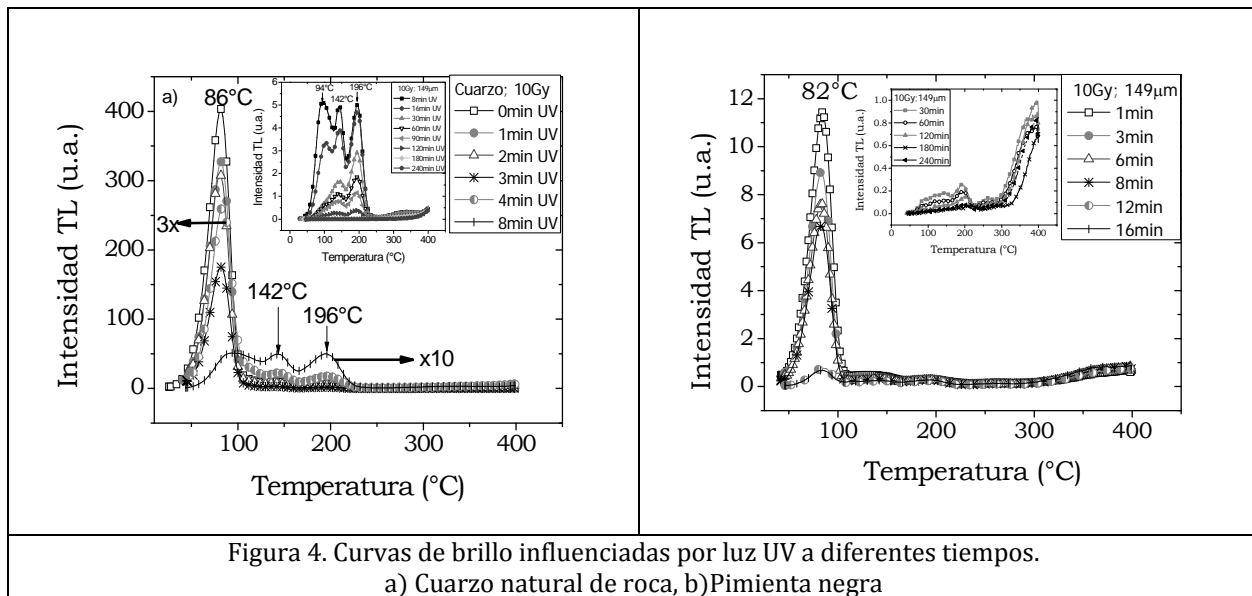
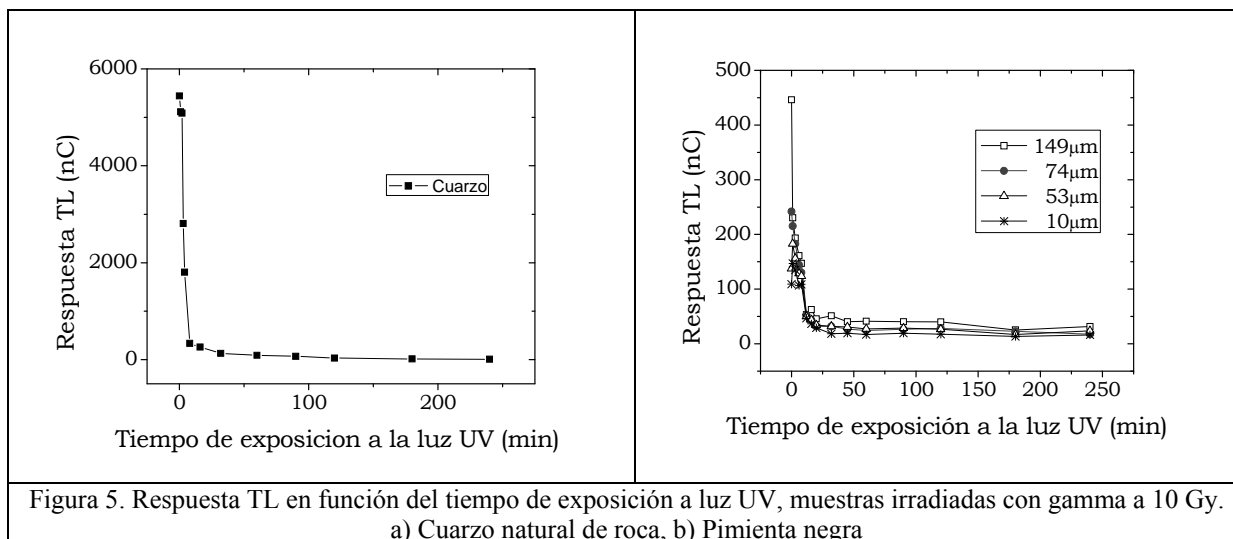


Figura 4. Curvas de brillo influenciadas por luz UV a diferentes tiempos.
 a) Cuarzo natural de roca, b) Pimienta negra

El cuarzo y la pimienta negra presentaron un decaimiento rápido de tipo exponencial en los primeros minutos de exposición a la luz UV, y al cabo de 2 horas la señal se perdió en 99%, aún para los distintos tamaños de partícula para la pimienta negra (figura 5).



Finalmente, las muestras también fueron expuestas a 10 Gy para obtener la reproducibilidad de las señales TL. Para el cuarzo la desviación estándar fue de 0.711% y para la pimienta negra fue 7.18% para el tamaño de partícula de 10 μm . El tamaño de partícula es un factor importante en la reproducibilidad de las señales TL debido probablemente a mayor concentración de impurezas que pueden contenerse en mayor área de las partículas.

4. CONCLUSIONES

Los poliminerales de pimienta negra con distinto tamaño de partícula (10, 53, 74 y 149 μm) y la muestra de cuarzo, fueron expuestos a dosis relativamente bajas (0.5 – 400 Gy) y altas (0.1-40 kGy) de radiación gamma de ^{60}Co . Se determinó una respuesta lineal a la dosis menor a 10 Gy para la muestra del cuarzo, y una región sublineal a dosis iniciales. Para la pimienta negra se determinó una región lineal entre 0.1-0.5 kGy, y a partir de 0.6 kGy se observó un aumento ligero de la intensidad TL y enseguida una región de saturación hasta 40 kGy. La muestra de cuarzo natural presentó un pico alrededor de 84 $^{\circ}\text{C}$, mismo que presentó la pimienta negra de 10 μm a 82 $^{\circ}\text{C}$. Los tres picos en 140, 192 y 338 $^{\circ}\text{C}$ que presentó el cuarzo, son similares a los de 124, 186 y 356 $^{\circ}\text{C}$ que se observan en la pimienta negra. Las señales TL se mostraron muy inestables bajo el blanqueo con luz UV, y la pérdida fue del 99% al cabo de dos horas, mientras la mejor reproducibilidad fue para el menor tamaño de partícula (10 μm) de la pimienta negra.

REFERENCIAS

- Calderón, T., Correcher, V., Millán, A., Beneitez, P., Rendell, H., Larson, M., Townsend, P. and Wood, R., 1995. J. Phys. D: Appl. Phys. 28, 415.
- Calderón, T., 2000. La irradiación de alimentos. España. McGraw Hill/Interamericana. Madrid, España.
- Cruz-Zaragoza, E., Furetta, C., Kitis, G. Teuffer. C. and Barboza-Flores M., 2006. Amer. Journal Food Tech. 66-76.
- Favalli, A., Furetta, C., Cruz-Zaragoza, E. and Reyes, A., 2006. Radiat. Effects and Defects in Solids. 591-602.
- Franklin, A.D., Prescott, J.R., Scholefield, R.B., 1995. J.Lumin.63, 317-326.

XI INTERNATIONAL SYMPOSIUM AND XXI NATIONAL CONGRESS ON SOLID STATE DOSIMETRY
Sept. 28th to Oct. 2nd, 2009. Hermosillo, Son., Mexico

- Gastélum, S., Osuna, I., Meléndrez, R., Cruz-Zaragoza, E., Chernov, V., Calderón, T. and Barboza-Flores M., 2002. Radiat. Prot Dosim. 101, 1-4.
- Gómez-Ros, J. M., Furetta, C., Cruz-Zaragoza, E., Lis, M., Torres, A. and Monsivais, G., 2006. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 566, 727–732.
- Kitis, G., Cruz-Zaragoza, E. and Furetta, C., 2005. App. Radiat. And Isotopes. 63, 247-254