



FUNDACION NEXUS

CIENCIAS SOCIALES - MEDIO AMBIENTE - SALUD

TOMA Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS

Buenos Aires, septiembre/2011

Av. SANTA FE 1845 7° "D" (1123) BUENOS AIRES - TEL/FAX 5-217-2780/81
www.nexus.org.ar E-mail fundacion@nexus.org.ar

TOMA Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS

1- Introducción

El laboratorio de planta es una herramienta de diagnóstico imprescindible en cualquier sistema productivo. La información que aporta puede y debe ser utilizada como apoyo en la detección temprana de problemas de producción, en la identificación de sus causas y en su solución, en el manejo de reclamos de clientes y en la implementación de mejoras en los procesos productivos.

Los resultados de los análisis son solamente una parte de la información que puede obtenerse al analizar una muestra. Tanto en la toma de muestra como durante su procesamiento se obtiene información adicional que permite conocer mejor los materiales analizados.

Cuando esta información es adecuadamente utilizada el laboratorio se convierte en una potente herramienta de apoyo en la toma de decisiones. En esta situación los costos asociados con su funcionamiento se convierten en una inversión con una buena relación costo/beneficio.

Si por el contrario la información aportada por el laboratorio sirve solamente a fines estadísticos (esto sucede -por ejemplo- cuando los resultados del laboratorio no son utilizados como herramienta de apoyo en la toma de decisiones por las distintas áreas de la empresa directa o indirectamente relacionadas con las operaciones en planta y/o con aspectos que hacen a la calidad de los productos elaborados, es decir cuando el laboratorio no está funcionalmente integrado al resto de la empresa), el laboratorio se convierte en un generador de números con un fuerte costo asociado. En estas condiciones el laboratorio es un gasto que no aporta beneficios al sistema productivo.

Los análisis de laboratorio deben ser procedimientos de rutina realizados con la finalidad de asegurar que las materias primas cumplen con las especificaciones establecidas y que los productos elaborados responden a las formulaciones y/o especificaciones propias de la empresa y/o de los clientes.

La información sobre insumos y productos elaborados que se puede obtener está relacionada con

- Su composición química
- Sus propiedades físicas
- La identificación de los materiales que los componen

Independientemente del tipo de análisis a realizar, es importante tener siempre en cuenta que los resultados de laboratorio

- Por sí mismos no solucionan los problemas de producción
- Sirven como indicadores tempranos de posibles problemas de producción
- Aportan información necesaria en el funcionamiento de todo sistema de gestión de la calidad

Los análisis realizados en el laboratorio deben cumplir con los siguientes requisitos:

- Sus resultados deben ser confiables
- El tiempo transcurrido desde que se toma la muestra hasta que se tienen los resultados debe responder a las necesidades del sistema productivo
- La relación costo/beneficio del proceso analítico completo debe ser adecuada

En la confiabilidad de los resultados de un laboratorio inciden la forma en que se llevan a cabo tanto los procedimientos analíticos como los de muestreo.

Una muestra correctamente tomada y analizada aporta información precisa sobre la composición y las características macro y microscópicas de las materias primas y productos elaborados.

Pero de nada sirve un análisis hecho con los mayores cuidados si no se fijan y se cumplen criterios específicos relacionados con la toma de las muestras ya que, como bien dice el viejo axioma, ningún análisis es mejor que la muestra.

De la misma forma, de nada sirve una muestra correctamente tomada si los procedimientos del laboratorio no se ajustan a las necesidades específicas no solamente en los aspectos analíticos propiamente dichos sino en el tiempo requerido para obtener los resultados y los costos asociados.

2- Planes de muestreo

El primer paso para que los resultados de laboratorio puedan servir a los fines arriba mencionados es que las muestras sean tomadas respondiendo a un plan de muestreo cuidadosamente diseñado.

Para decidir qué, dónde, cómo y cuándo tomar una muestra se deberán tener en cuenta las necesidades específicas de cada caso así como las limitaciones.

Los procedimientos de toma de muestra deben ser fijados teniendo en cuenta tanto el objetivo del análisis como las características del material a analizar las cuales deben ser cuidadosamente estudiadas previo al diseño de cualquier plan de muestreo.

Según los objetivos del análisis y/o los problemas identificados el muestreo puede ser

- Aleatorio
- Selectivo o dirigido

En el muestreo aleatorio se seleccionan los puntos a muestrear según procedimientos diseñados en forma tal que se pueda asegurar que todas las fracciones del lote muestreado tienen la misma probabilidad de ser seleccionadas.

En el muestreo selectivo -que se realiza cuando el objetivo es evaluar alguna irregularidad- se toman muestras según las alteraciones presuntas u observadas.

Del análisis de estas variables surgirán los criterios de muestreo, los cuales deben tener en cuenta

- La finalidad del análisis
- El grado de confianza en la partida o el proveedor
- Aspectos económicos
- Naturaleza de la partida
- Tamaño del lote

El plan de muestreo diseñado teniendo en cuenta estos aspectos deberá incluir procedimientos específicos para cada caso indicando como mínimo

- Lugares para tomar las muestras
- Método para tomar las muestras
- Frecuencia de muestreo
- Responsables de la toma de muestra
- Cantidad de muestras/submuestras a tomar
- Forma de almacenamiento de las muestras
- Contenido de la etiqueta
- Análisis a realizar según los objetivos
- Criterios para interpretar los resultados de los análisis.

Es importante tener en cuenta que tanto la persona que toma las muestras y las lleva al laboratorio como los técnicos del laboratorio son conjuntamente responsables de la validez de los análisis.

Ambos deben participar en la especificación de los procedimientos establecidos para la toma de muestras y asegurarse que éstos sean estrictamente cumplidos. Esta interacción es esencial para asegurar que la información que se obtendrá será adecuada para resolver los problemas por los cuales se decidió analizar el material.

3- Toma de muestras

La muestra es una porción del material a analizar cuya composición debe ser igual a la del lote completo y cuyo volumen debe ser adecuado para poder ser transportado al laboratorio y manipulado en él con facilidad sin que estas operaciones modifiquen sus propiedades. Esto significa que

- La proporción o concentración relativa de todos los componentes en las muestras debe ser igual a la del material muestreado
- Las muestras deben poder ser manipuladas de forma tal que no se produzcan alteraciones significativas en su composición tanto durante su traslado al laboratorio como su almacenamiento hasta el momento del análisis

La muestra que llega al laboratorio debe ser:

- *Aleatoria*. En una muestra aleatoria todos los elementos del conjunto tienen la misma probabilidad de ser elegidos al azar.
- *Homogénea*. Una muestra es homogénea cuando los parámetros a analizar tienen los mismos valores en toda la muestra.
- *Suficiente*. La cantidad de muestra que llega al laboratorio debe tener un tamaño adecuado (ni poca ni mucha)
- *Representativa*. La muestra ha de tener la misma composición promedio que la totalidad de la partida/lote.
- *Estar adecuadamente identificada*. Se debe etiquetar la muestra al momento de tomarla con toda la información

necesaria relacionada con su identificación y aquellos aspectos que el analista deba conocer antes de comenzar con el análisis

4- Muestras de alimentos balanceados y sus ingredientes

El muestreo (o toma de muestras) de alimentos balanceados y sus ingredientes es la práctica por la cual se obtiene una parte representativa de los mismos para verificar su calidad a través de procedimientos analíticos y tomar decisiones relacionadas con la aceptación o rechazo del producto en base a las especificaciones establecidas, la identificación de posibles problemas de producción, etc.

La correcta toma de muestras es - sin duda - uno de los puntos críticos en el proceso de análisis de una muestra. De hecho, las diferencias entre los resultados obtenidos en distintos laboratorios debidas a diferencias en procedimientos analíticos pueden llegar a ser insignificantes en comparación con las originadas por problemas en el muestreo.

Como ya se mencionó, las muestras a analizar deben tener las mismas propiedades que el lote o partida del cual han sido extraídas, es decir que deben ser *representativas*.

Para lograr este objetivo los procedimientos de muestreo deben tener en cuenta no solamente las características específicas de cada sistema a muestrear sino también el objetivo de los análisis que se realizarán (control de calidad en productos elaborados, control de homogeneidad, control de insumos, etc.).

No está de más insistir en que un correcto muestreo es uno de los pilares que permite que la información obtenida en el laboratorio sirva como apoyo en la toma de decisiones, en la identificación de posibles causas de errores en el sistema productivo, etc. Pero no hay que olvidar que un buen muestreo y un análisis correctamente realizado por sí solos no solucionan los problemas.

5- Tipos de muestras

Existen distintos tipos de muestras. Dependiendo de la forma en que ha sido tomada una muestra puede ser

- Simple o puntual
- Compuesta
- Compensada

Las muestras *puntuales o simples* son aquellas tomadas en un momento determinado en un punto dado y representan solamente la composición de la fuente en ese momento y lugar.

Las muestras formadas por mezclas de muestras simples tomadas en un mismo punto en momentos distintos o al mismo tiempo en puntos distintos de un mismo lote son conocidas como muestras *compuestas* y son las más frecuentes en el análisis de alimentos balanceados y sus insumos.

Resulta conveniente en algunos casos combinar las muestras simples en cantidades proporcionales al volumen del cual fueron tomadas. En este caso se habla de muestras *compensadas*.

Los criterios que se fijarán para decidir qué tipo de muestra se tomará dependerán de los objetivos previstos para cada análisis.

6- Muestras Representativas

Para poder tomar decisiones adecuadas a partir de los resultados del laboratorio es necesario realizar los análisis sobre muestras representativas del lote que se desea analizar.

Si la muestra es representativa será posible extrapolar al lote completo los resultados que el laboratorio obtuvo sobre la muestra.

Se trata de uno de los aspectos más difíciles de controlar y el que suele generar mayores conflictos cuando se envían muestras a más de un laboratorio.

Una muestra es representativa cuando su composición es igual (o lo más cercana posible teniendo en cuenta las limitaciones propias de cada sistema) a la del lote a analizar.

Hay muchos factores que inciden en la representatividad de una muestra. Los más importante son:

- *Homogeneidad de la partida.* Una partida es homogénea cuando la distribución de sus partículas es tal que la probabilidad de encontrar una cantidad dada de dichas partículas en cualquier fracción del lote es la misma. Cuanto menor sea la homogeneidad, más difícil será obtener una muestra representativa. Es importante destacar que, debido a la diversidad en las propiedades de las distintas partículas que componen los alimentos balanceados y sus insumos (tamaño, forma, densidad, etc.), es muy difícil lograr una distribución homogénea y estable durante toda la vida útil del lote. De allí la necesidad de controlar sistemáticamente esta variable en cualquier sistema productivo.
- *Cantidad de muestras primarias.* Cuanto mayor sea la cantidad de sitios muestreados e independientemente del volumen total muestreado, más representativa será la muestra
- *Personal responsable.* Si las muestras son tomadas por personal no idóneo aumenta la probabilidad de tener muestras poco representativas
- *Material utilizado.* El material utilizado para tomar y conservar las muestras debe ser acorde con las propiedades del producto a muestrear.

En muchos casos no es posible lograr una muestra representativa. En estas situaciones se determinará la forma de tomar las muestras en función del objetivo deseado.

Una muestra representativa se obtiene tomando pequeñas porciones al azar (conocidas como muestras elementales, primarias o submuestras) en distintos sitios del lote. La mezcla de las muestra elementales y la reducción en tamaño hasta el requerido según procedimientos establecidos da por resultado la muestra que se envía al laboratorio.

La cantidad de submuestras a tomar y su peso/volumen dependen de las características del lote a analizar. A modo de ejemplo en la Tabla I se indica la cantidad mínima de muestras primarias que se recomienda tomar según el tipo de depósito y en la Tabla II la relación existente entre el tamaño promedio de las partículas del lote y el tamaño mínimo de las muestras.

En el concepto de representatividad de la muestra está implícito que la muestra debe provenir de un mismo material es decir que no se mezclan lotes o partidas diferentes. En los casos en que en un lote se observan fracciones claramente diferentes se debe muestrear por separado cada fracción.

Contrariamente, cuando el análisis de dos muestras supuestamente provenientes del mismo lote indican propiedades diferentes, debe considerarse la posibilidad de que éstas no provengan del mismo lote.

Es importante respetar rigurosamente los procedimientos establecidos para la toma de muestras aún cuando éstos sean laboriosos o incómodos. Como se dijo repetidas veces, una mala toma de muestra invalida cualquier análisis y lleva a tomar decisiones equivocadas. Si la muestra que llega al laboratorio no es representativa de la partida a analizar, los resultados de las determinaciones realizadas no se podrán extrapolar al total de la partida "representada" por esa muestra y el análisis será un gasto inútil o, lo que es peor, se tomarán decisiones que influirán en la línea de producción a partir de información errónea.

7-Tamaño de las muestras

La muestra que llega al laboratorio además de ser representativa del lote a analizar debe tener un tamaño adecuado. En la tabla II se indica- a modo de ejemplo- el tamaño mínimo que debe tener una muestra según el tamaño promedio de sus partículas.

Tipo de depósito	Tamaño del lote	Cantidad mínima de muestras a tomar
A granel	Hasta 500 kg	5
	De 501 a 3000 kg	1 cada 300 kg y no menos de 8
	De 3001 a 21000 kg	1 cada 500 kg y no menos de 10
En bolsas	Hasta 5 bolsas	Muestrear todos los envases y no menos de 5 muestras
	De 6 a 30	Muestrear 1 de cada 3 envases y no menos de 5 muestras
	De 31 a 400	Muestrear 1 cada 5 envases y no menos de 10 muestras
	401 o más	1 de cada 7 bolsas y no menos de 80

Tabla I- Cantidad mínima de submuestras en función de la forma de almacenamiento y el tamaño del lote

En muestras de alimentos balanceados se acepta como regla general que la muestra que se envía al laboratorio debe pesar entre 0.5 y 1 kg. Cuando se trata de insumos minerales el tamaño de la muestra dependerá de la composición y de las propiedades de las partículas del mineral o mezclas de minerales.

Tamaño promedio de partícula mm	Malla (pulgadas)	Peso mínimo de la muestra g (*)
6	4	146
4	6	44
2	10	5.3
1	20	0.68
0.25	60	0.013
0.16	100	0.0027
0.1	140	0.00068

Tabla II- Relación entre el tamaño de partícula y la cantidad de muestra

(*) Basada en una densidad media de 1.3 g/cm³

Es importante destacar que el tamaño de la muestra nada dice sobre su representatividad. Una muestra muy grande que fue tomada solamente en un punto del lote no es representativa.

8-Heterogeneidad del lote

El objetivo de la toma de muestra es lograr que una fracción menor represente la composición de cantidades significativamente mayores (un lote de varias toneladas debe ser representado por una muestra de no más de 1 kg).

Para lograr este objetivo, el aspecto más importante a evaluar al momento de determinar cómo tomar una muestra en un material determinado es el grado de heterogeneidad del lote el cual a su vez dependerá de la forma en que las distintas partículas que lo componen se distribuyen en la masa total. Cuanto más heterogéneo sea un lote más difícil será lograr una muestra representativa.

La cantidad óptima de submuestras a tomar y su tamaño dependerá de los tamaños, formas, densidades, propiedades químicas, propiedades superficiales y otras de las partículas que componen el lote. En todos los casos deben ser considerados también aspectos prácticos y económicos. El balance entre todos estos factores determinará la cantidad real de muestras y/o submuestras a tomar, su tamaño y la forma en que se mezclarán. Al momento de interpretar los análisis y/o comparar resultados de distintos laboratorios estos factores deben ser tenidos en cuenta.

En los alimentos balanceados y sus insumos es muy frecuente encontrar mezclas de partículas de tamaños, formas, propiedades físicas y propiedades químicas muy diferentes que se distribuyen en formas desiguales dificultando la toma de muestra representativas. Este hecho se refleja en diferencias en la composición de muestras tomadas en distintos sitios seleccionados al azar en el lote.

Para cuantificar esta heterogeneidad -y con ello la calidad del mezclado en la elaboración de alimentos balanceados- se realizan ensayos de mezclado cuyo objetivo es obtener el coeficiente de variación.

Operativamente se determina la concentración de un mismo componente en una serie de muestras tomadas según criterios preestablecidos en distintos puntos de un mismo lote. El coeficiente de variación es la desviación standard de dichos análisis expresada como porcentaje del valor promedio y da una idea clara de cuán

heterogéneo es el lote. Se acepta que un lote homogéneo debe tener un coeficiente de variación menor a 10 %.

Esta variabilidad responde tanto a problemas asociados exclusivamente con el proceso de elaboración como a diferencias entre las propiedades de las distintas partículas que componen el lote.

9-Diseño de un plan de muestreo

Como ya se mencionó, en el diseño de un plan de muestreo (qué, cuándo, dónde, cómo, quién, con qué frecuencia y qué análisis realizar) es necesario tener en cuenta las propiedades de cada tipo de material a muestrear y el objetivo para el cual se solicita el análisis. No tener en cuenta estas variables en la elaboración de las recomendaciones específicas para cada caso puede llevar a cometer errores costosos.

A modo de ejemplo, si el objetivo del análisis es obtener información sobre el grado de homogeneidad de un lote, entonces es necesario obtener varias muestras distribuidas homogéneamente en todo el lote y analizarlas por separado.

Si el objetivo del análisis es obtener información sobre la composición más probable en el lote se deben mezclar todas las muestras tomadas y reducir su tamaño –siguiendo procedimientos específicos- al adecuado para enviarlo a laboratorio.

Es el objetivo del análisis el que determinará las características del plan de muestreo. Al diseñar un plan de muestreo debe centrarse la atención en:

- *Atributos* cuando interesa evaluar características cualitativas que pueden llevar a aceptar o rechazar el producto
- *Variables* cuando interesa cuantificar distintas variables (contenido de nutrientes, minerales, componentes).
- *Calidad esperada* cuando no interesa conocer el valor de un atributo o variable sino si éste responde a una especificación dada

- *Aleatorio* cuando el objetivo del análisis es evaluar la calidad global

Según el objetivo del análisis y los resultados esperados la cantidad de muestras a tomar con respecto a la cantidad ideal será

- *Reducido*, cuando se presume o se sabe que la calidad del producto es superior a la esperada o que el producto es altamente homogéneo.
- *Riguroso*, cuando se sospecha que la calidad del producto es inferior a la prevista o es muy heterogéneo

Cuando los muestreos son aleatorios, están regidos por planes preestablecidos basados únicamente en el azar donde todos los elementos constituyentes de la partida tienen la misma probabilidad de ser seleccionados. Sin embargo, cuando por alguna razón se sospecha una distribución alterada en la partida la forma de tomar las muestras debe ser tal que refleje estas expectativas.

10-Procedimientos para la toma de muestras

Existen diversas técnicas para llevar a cabo un muestreo adecuado dependiendo del tipo de material, la cantidad y el contenedor en el que se encuentren. Cuando el objetivo es evaluar la calidad de un lote, el muestreo debe ser aleatorio.

Si bien los procedimientos de toma de muestra son específicos para cada situación, todos tienen aspectos en común. De ellos los más importantes son

1. Se deberán fijar criterios para seleccionar los sitios de toma de muestra (ubicación y cantidad) en función de las características tanto del producto a muestrear como del contenedor en que se encuentran
2. Se deben tomar siempre varias muestras de diversas partes de un lote (submuestras o muestra primarias) que, según el objetivo del análisis, se mezclarán o no

3. La reducción del tamaño de la muestra hasta el requerido para enviarla al laboratorio debe realizarse siguiendo procedimientos adecuados.
4. Toda muestra que se envíe para su análisis debe ser adecuadamente etiquetada en el momento de tomarla

A modo de ejemplo, en las Tablas III y IV se indica la relación entre el tamaño del lote y la cantidad de sub muestras a tomar cuando se trata de lotes embolsados o a granel.

Los criterios para seleccionar los sitios donde se tomarán las muestras dependerán en gran medida de la forma de almacenamiento de la partida.

Cantidad de bolsas por lote	Muestrear (bolsas)
Hasta 99	10
100-199	15
200-299	20
300-499	30
500-799	40
800-1299	55
1300-3 199	75
3 200-7 999	115
8 000-21 999	150
22 000-49 999	225

Tabla III- Criterio para determinar la cantidad de bolsas a muestrear según el tamaño del lote

Quando se trata de lotes en bolsas o envases y en número suficiente la mejor forma de obtener un muestreo aleatorio es utilizando tablas de números aleatorios. Quando se debe muestrear un lote a granel se debe trabajar con caladores de diseño apropiado

y sondear varios lugares. No siempre la cantidad de muestras o su distribución permiten trabajar de esta forma.

A modo de ejemplo en las siguientes secciones se indican algunos procedimientos standard para tomar muestras en bolsas, a granel, en silos, en camiones y muestras líquidas.

10.1- Procedimiento standard para el muestreo de partidas en bolsas

Cuando un producto se almacena en bolsas es necesario muestrear suficiente cantidad de bolsas como para asegurar que la muestra refleje todas las posibles irregularidades del lote.

Como ya se mencionó, el método de muestreo aleatorio más imparcial y contrastado es el que utiliza tablas de números aleatorios. Son tablas elaboradas de forma tal que en cualquier columna la probabilidad para cualquier dígito de ocupar un lugar es completamente independiente de la de los que lo preceden y suceden en la misma fila o columna.

Para utilizar estas tablas se debe determinar previamente y según el tamaño y la homogeneidad esperada del lote el número de submuestras a tomar (Tabla III). Para seleccionar las bolsas a muestrear se numeran en forma consecutiva todas las bolsas del lote. Se selecciona al azar una página de la tabla, dentro de la página se selecciona también al azar una fila y se leen los números correspondientes utilizando tantas columnas como submuestras se deban tomar.

No siempre es posible utilizar el procedimiento aleatorio. En este caso podrá recurrirse al métodos de muestreo sistemáticos en los cuales se seleccionan las bolsas a muestrear según diferentes procedimientos. El más adecuado consiste en seleccionar las bolsas a muestrear a partir del cociente entre el número de unidades en el lote y el número de muestras primarias a tomar (Tabla III).

Cuando ninguno de los dos métodos anteriores es factible, se puede recurrir a un esquema práctico (pero eficaz) que consiste en trazar una M imaginaria considerando la totalidad de las bolsas visibles en uno de los laterales y muestrear solamente las bolsas por las que pasan las líneas imaginarias teniendo en cuenta que el

número mínimo de bolsas a muestrear por lote se ajustará a lo señalado en la Tabla III y que si el número de bolsas almacenadas es mayor al número máximo considerado en la tabla, se deberán muestrear las bolsas restantes como si se tratara de un lote distinto.

El muestreo de bolsas puede hacerse mediante muestreadores especiales para este fin. Las muestras deben tomarse introduciendo el calador en diagonal y el agujero hecho por el calador deberá ser adecuadamente tapado inmediatamente después.

10.2- Procedimiento standard para el muestreo de partidas a granel

Cuando la materia prima se encuentra a granel y siempre que sea posible se deben tomar muestras en tres niveles diferentes con muestreadores adecuados y en varios puntos seleccionados de acuerdo a la capacidad del transporte o bodega. En la Tabla IV se indica la cantidad mínima de muestras a tomar según el peso del lote.

Peso del lote Toneladas	Número de puntos a muestrear
1-15	5
15-30	9
30-50	11

Tabla IV- Cantidad de puntos a muestrear según el tamaño del lote en vagones o bodegas

Es muy importante evitar tomar muestras del material que se encuentra pegado a las paredes ya que puede no tener la misma composición que el resto del lote.

También es posible tomar muestras de materiales almacenados a granel al momento de descargar el producto. En este caso se coloca un recipiente al momento de la descarga a intervalos de tiempo regulares cubriendo la totalidad de la descarga. Este procedimiento es el más adecuado cuando se sospechan irregularidades en el lote o cuando por las características del producto a muestrear es imposible tomar muestras de las secciones inferiores.

La cantidad de submuestras a tomar dependerá del tamaño del lote y del objetivo del análisis. Cuando los objetivos del análisis, la homogeneidad del lote y otras causas indiquen que no se requiere un muestreo muy exhaustivo se pueden tomar las submuestras una vez comenzada la descarga, en la mitad del proceso y poco antes de terminar. Se debe evitar tomar muestras al principio propiamente dicho y también exactamente al final.

10.3-Procedimiento standard para el muestreo de partidas en camiones

Para muestrear en camiones es necesario usar caladores adecuados. El calador o muestreador debe ser introducido en el producto a muestrear con un ángulo a aproximadamente 10° de la vertical, con las aberturas cerradas. Estas aberturas deberán ser abiertas de cara hacia arriba, mientras se le da al calador un movimiento suave hacia arriba y hacia abajo para que todos los compartimentos se llenen homogéneamente. Luego se cierran las aberturas, se retira el calador y se vacía su contenido en un recipiente limpio.

Se deben seleccionar varios puntos de muestreo de forma tal que estén distribuidos homogéneamente en el camión evitando tomar muestras en las cercanías de los bordes. Si se observan partículas dañadas o material extraño en algún punto de muestreo se debe intensificar la toma de muestras en dicho punto para poder evaluar el daño. Se deben tomar como mínimo 5 submuestras debidamente espaciadas y tomadas en profundidad suficiente como para cubrir todo el volumen del camión .

Si por alguna razón se considera que las muestras tomadas de esta forma no son suficientemente representativas, se deberán tomar muestras al descargar el camión regulando la intensidad de toma de muestra según criterios predeterminados.

10.4- Procedimiento standard para el muestreo de partidas en silos

Si la partida está almacenada en silos y la estructura del silo lo permite, se seleccionan 5 puntos de muestreo, uno en el centro y cuatro en los extremos de una cruz que pase por el centro y equidistantes del mismo.

Si esto no es posible, se deben tomar las muestras al descargar el silo tomándolas a diferentes intervalos de tiempo hasta obtener una muestra representativa de la forma descripta para la descarga de muestras a granel.

10.5- Procedimiento standard para el muestreo de ingredientes líquidos

Si se deben muestrear ingredientes líquidos (melaza, aceites, etc.) es necesario contar con muestreadores especiales con trampas que puedan ser abiertas y cerradas en forma controlada. Esto permite tomar muestras a distintas profundidades.

Si se toman las muestras al vaciar el contenedor, es importante tener en cuenta que, al igual que en los casos anteriores, se deben evitar los extremos. Esto se logra dejando pasar una cantidad determinada del producto (que dependerá del volumen total) antes de comenzar a tomar las muestras.

11-Reducción del tamaño de la muestra

Para que una muestra sea representativa es necesario tomar varias submuestras o muestra primarias en distintos puntos del lote las cuales deberán ser mezcladas y su volumen reducido hasta lograr el necesario para enviar al laboratorio (no más de 1 kg para alimentos terminados y harinas de origen animal y 5 kg para muestras de granos).

Existen muchos procedimientos para reducir el tamaño de una muestra dependiendo de las características específicas de cada producto. En todos los casos es imprescindible tener en cuenta que cuando la composición es heterogénea siempre se observará segregación entre las partículas. La intensidad de la segregación

dependerá de la variabilidad entre las características físicas y químicas de las distintas partículas (tamaño, forma, densidad, humedad, estabilidad química, etc.).

En algunos casos la segregación es muy marcada y la obtención de muestras representativas es difícil cuando no imposible. Este aspecto debe ser tenido en cuenta al momento de decidir qué análisis hacer y evaluar los resultados del laboratorio.

Si bien hay métodos mecánicos para reducir el tamaño de muestra, los más usados tanto a campo como en laboratorio son los manuales y dentro de ellos el cuarteo es por lejos el más conocido.

Se trata de un método sencillo que permite reducir en forma sistemática el tamaño de una muestra hasta llegar al deseado y que puede realizarse sin utilizar equipamiento especial.

Si bien hay diferencias entre distintos operadores, el procedimiento básico de cuarteo consta de los siguientes pasos:

1. Mezclar las submuestras o muestra primarias
2. Homogeneizar lo más posible la mezcla
3. Extender la mezcla homogénea sobre una superficie limpia (preferentemente sobre un papel o plástico) y marcar una cruz que pase por el centro y la divida en cuatro cuadrantes iguales.
4. Seleccionar dos cuadrantes opuestos y descartarlos
5. Homogeneizar los dos cuadrantes restantes
6. Repetir los pasos 2 a 5 hasta obtener el tamaño de muestra deseado.

12-Muestra y contramuestra

Cuando se envían muestras a laboratorios externos es imprescindible guardar una contramuestra. En estos casos la

muestra debe ser dividida en dos fracciones iguales a través de un procedimiento de cuarteo según los siguientes pasos

1. Homogeneizar lo más posible la muestra
2. Extender la mezcla homogénea sobre una superficie limpia (preferentemente sobre un papel o plástico) y marcar una cruz que pase por el centro y la divida en cuatro cuadrantes iguales.
3. Seleccionar dos cuadrantes opuestos y separarlos (constituye una de las muestras)
4. Mezclar los otros dos cuadrantes (constituye la segunda muestra)

Si hubiera problemas con la homogeneización de la muestra se deben tomar medidas que dependerán del caso. En aquellas muestras y análisis para los cuales sea factible reducir el tamaño de sus partículas (por ejemplo alimentos balanceados para análisis químicos) se puede moler la muestra.

Este procedimiento no es posible –por ejemplo- cuando el análisis solicitado es una microscopía (lupa) o en algunas mezclas minerales. En estos casos se debe homogeneizar la muestra tanto como lo permita y tener en cuenta este aspecto al comparar resultados entre distintos laboratorios.

Es imprescindible etiquetar tanto las muestras como las contramuestras en el momento de haber sido preparadas y/o tomadas para evitar posibles confusiones. En algunos casos también es necesario lacrarlas o sellarlas.

13-Envasado, etiquetado y conservación de las muestras.

Es importante que las muestras lleguen al laboratorio sin sufrir alteraciones. Para ello deben ser envasadas en forma adecuada (bolsas de de papel o plástico resistentes para insumos secos, bolsas de plástico dobles o triples para muestras húmedas-ensilados, pasturas- y frascos con cierre hermético para muestras líquidas).

En todos los casos se debe etiquetar el envase en el momento de llenarlo con la muestra. El objetivo del etiquetado es identificar la muestra sin que haya posibilidad de confusiones desde el momento en que es envasada hasta que es procesada en el laboratorio. La información mínima que debe contener la etiqueta es:

1. Identificación del contenido
2. Fecha de toma de muestra
3. Lugar de toma de muestra
4. Responsable de la toma de muestra
5. Análisis solicitados
6. Observaciones (toda aquella información que sea necesaria para el laboratorio que va a analizarla)

Todas las muestras deben ser adecuadamente conservadas y protegidas contra su destrucción (por roedores, insectos, etc.), deterioro (por humedad, moho, etc.) o adulteración durante todo el tiempo que el laboratorio deba conservarlas. El sitio de almacenamiento dependerá de las características de la muestra, del objetivo del análisis, del tipo de laboratorio y de las reglamentaciones vigentes para cada caso.

BIBLIOGRAFÍA

APHA-AWWA-WPCF. Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Parte 1000. Introducción General. Díaz de Santos S.A. (1992)

AUPSA- Manual de Procedimiento. Muestreo de Alimentos a Granel (MPDNAC 004-09-2009)

Código Alimentario Argentino

Gy, P. Sampling of Particulate Materials. Elsevier (1982)

ICMSF- Microorganismos de los Alimentos. Métodos de Muestreo para Análisis Microbiológicos: Principios y Aplicaciones Específicas. Volumen II. Parte I. Caps. 1 y 2. Editorial Acribia ISBN 84-200-0477-4

Jackson, M.L. Análisis de suelos. Cap.2. Ed. Omega. 4º edición (1982)

Lerena, C. A.. Manual de Procedimientos del Inspector y Auditor Bromatológico. Assistance Food. (1998)

Secretaría de Comercio y Fomento Industrial- Norma Mexicana NMX-111-1976- Muestreo de Alimentos Balanceados e Ingredientes Mayores para animales