

## La influencia del efecto nuez de Brasil en la medición de partículas

Correlación entre el muestreo representativo y la calidad del resultado de la medición

Un paso a menudo descuidado en el análisis de muestras es el muestreo (Imagen1). La importancia de un muestreo correctamente realizado (representativo) se basa en los principios de las buenas prácticas de laboratorio (BPL), así como en normas internacionales, como la DIN EN ISO/IEC 17025 (norma para la acreditación de laboratorios en el ámbito de los ensayos y la calibración). Una medición realizada correctamente es inútil si la propia muestra no es representativa en relación con su población y, por tanto, no puede garantizar su fiabilidad. Especialmente cuando se determinan distribuciones granulométricas, por ejemplo mediante dispersión de luz estática, el muestreo es un factor decisivo para el éxito de la medición.



Imagen 1: Proceso de medición de partículas: el artículo documenta el muestreo correcto.

### La importancia del muestreo representativo

La necesidad de muestreo resultado de la discrepancia entre la población de una muestra y la cantidad de muestra necesaria para el análisis de laboratorio, en el rango de la dispersión estática de la luz, este valor oscila entre 1 mg y unos 100 g, dependiendo del material y del tamaño de las partículas. En casos extremos, especialmente en la industria química, debe analizar la distribución granulométrica de un material, partiendo de cantidades de la punta de una espátula hasta varios kilogramos o toneladas. Las muestras sólidas, en particular, no suelen tener una distribución homogénea, lo que provoca desviaciones en el análisis. Esto se aplica tanto a sus propiedades físicas o químicas como a su distribución granulométrica:

- **Cambios temporales en las propiedades de las muestras:** Las distribuciones no homogéneas de la muestra pueden agravarse sí, por ejemplo, las malas condiciones de almacenamiento (condiciones ambientales fluctuantes y/o recipientes de almacenamiento insuficientes), provocan un cambio de las propiedades de la muestra con el paso del tiempo.

- **„Lugar incorrecto para la toma de muestras”:** La muestra suele tomarse sólo de la parte superior o de lugares de fácil acceso, en vez de considerar la muestra en su conjunto. La inercia, la convección o la flotabilidad pueden provocar una segregación de la muestra. Por ejemplo, puede producirse el llamado efecto nuez de Brasil debido al transporte de muestras. Dependiendo de la densidad, la forma, las propiedades de la superficie, la orientación y las influencias externas (por ejemplo, la energía cinética), se crean cavidades durante un breve periodo de tiempo que son ocupadas por pequeñas partículas. Como las partículas más grandes no pueden ocupar estas cavidades, prácticamente migran hacia arriba (Imagen 2). El efecto de nuez de Brasil inverso, entonces, la sedimentación de las partículas grandes hacia el fondo de la muestra, también se observa con parámetros adecuados.

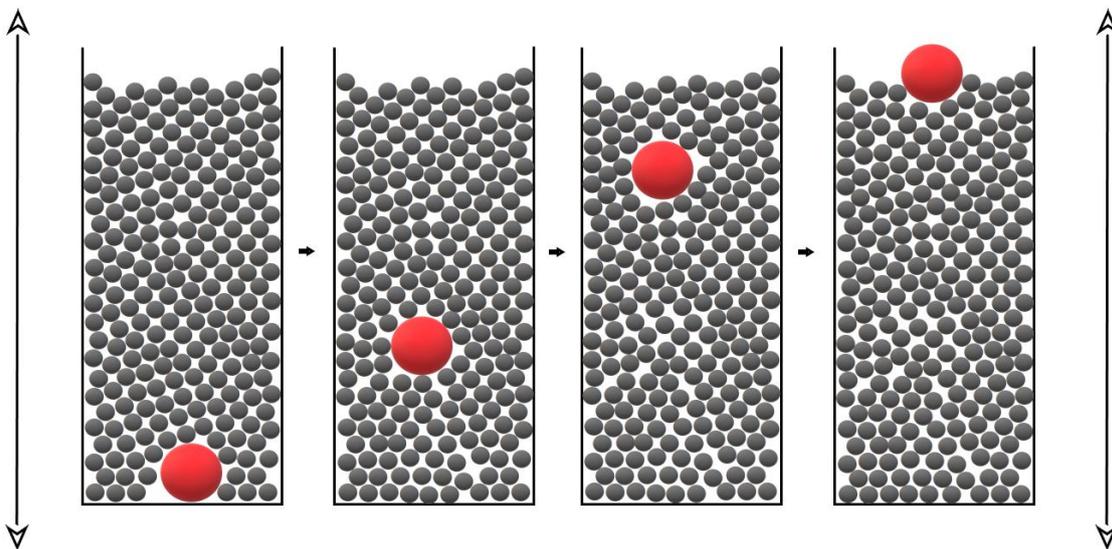


Imagen 2: El efecto de nuez de Brasil, las partículas grandes migran hacia arriba debido a influencias externas

El objetivo de un muestreo correcto es minimizar las desviaciones en los análisis. No obstante, incluso las muestras bien mezcladas están sujetas a variaciones estadísticas. El valor en torno al valor medio, denominado intervalo de confianza, en el que se sitúa el valor verdadero buscado con una probabilidad determinada, sólo puede optimizarse aumentando el número de submuestras. La magnitud del error estadístico del muestreo depende principalmente del tamaño de la muestra y de la amplitud de la distribución granulométrica. Cuanto menos partículas contenga la muestra y más amplia sea la distribución granulométrica, mayor puede ser el error. Por este motivo, el número de submuestras caracterizadas debería aumentar con el incremento de la heterogeneidad de la muestra total (Imagen 3).

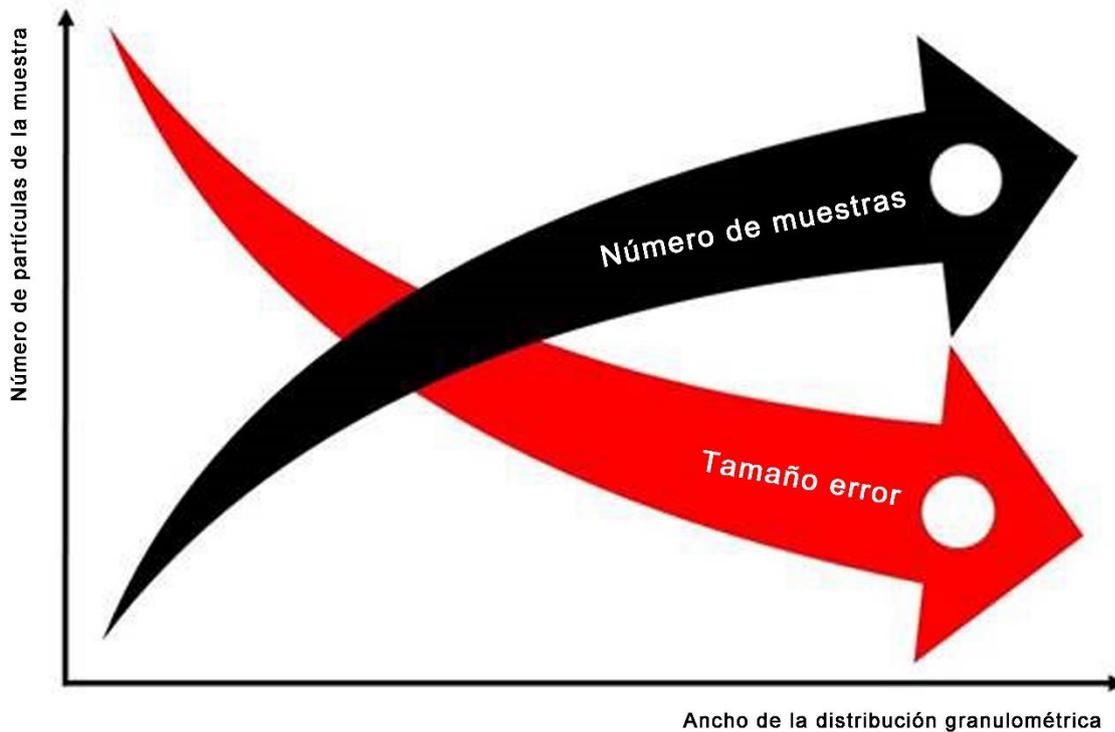


Imagen 3: Dependencias en el muestreo representativo.

### Opciones de división de muestras para la medición de partículas

Para la división de la muestra, debe determinar en primer lugar la cantidad de muestra necesaria para el análisis. La cantidad de muestra necesaria depende del propio método analítico y de las características de las partículas que se vayan a analizar. Una vez determinada la cantidad de muestra necesaria, la muestra de laboratorio debe mezclarse a fondo y dividirse hasta alcanzar la cantidad necesaria para el análisis. Para la división de las muestras se utilizan a menudo el cono y el estriado, para lo que puede emplear, un divisor de muestras giratorio o un divisor de riffle (Imagen 4). Para volúmenes de muestra muy grandes, como alternativa a la división de la muestra, es posible de tomar varias muestras aleatorias distribuidas al azar de volumen total y combinarlas en una muestra analítica. Es importante asegurarse de que ninguna clase de partícula esté sobrerrepresentada, tanto al dividir la muestra como tomarla.

Si la cantidad de una muestra sólida no es suficiente para una división, es posible convertirla en una suspensión, dispersando la muestra en un líquido adecuado. La premisa aquí es que la mezcla no reacciona física ni químicamente. Tras una mezcla minuciosa, el muestreo de las suspensiones homogéneas se realiza con una pipeta a unos centímetros por encima del fondo del recipiente. Para evitar resultados diferentes con distintas muestras de análisis, debe analizarse toda la suspensión si se examinen suspensiones no homogéneas o muestras de sedimentación rápida. Las muestras que contienen partículas grandes o aglomerados pueden mezclarse hasta formar una pasta. En este caso, el material de alimentación de la muestra se mezcla primero con unas gotas del medio dispersante y, a continuación, se mezcla cuidadosamente con una espátula o una varilla de vidrio. A continuación, la muestra puede tomarse con un hilo de vidrio por ejemplo.

Hay que señalar que, en el caso de muestras muy poco homogéneas que no proporcionan resultados coherentes a pesar de un muestreo intensivo, la última opción consiste en crear un valor medio a partir de varias muestras de análisis. Si, en el segundo paso, se comparan de nuevo entre sí varias de esas „mediciones medias“ y no se desvían significativamente unas de otras, el resultado promediado puede considerarse representativo.



*Imagen 4: Combinación de alimentador vibratorio LABORETTE 24 y divisor de muestras de cono giratorio LABORETTE 27 (izquierda) y ANALYSETTE 22 NeXT para el análisis de la distribución granulométrica mediante dispersión de luz estática (derecha).*

### **Un muestreo experto permite obtener resultados fiables en la medición de partículas**

Este artículo muestra la necesidad de un muestreo razonable para obtener resultados analíticos representativos y reproducibles. En el caso de métodos como la dispersión de luz estática, en los que una pequeña cantidad de material de muestra es suficiente para el análisis, el muestreo es un paso analítico crucial para generar resultados comparables y fiables. En este contexto, es importante que la evaluación de una medición describa el proceso exacto de muestreo para poder evaluar la calidad de la medición. Por último, queda por demostrar que incluso el mejor muestreo sólo proporciona una certeza estadística para el resultado „verdadero“. Pero mediante un muestreo versado, el resultado verdadero puede arrimar más y la fiabilidad también puede aumentar enormemente.

**Autor:**

Dr. Dominique Decker, Consultor aplicaciones análisis de partículas, FRITSCH GmbH, [decker@fritsch.de](mailto:decker@fritsch.de)