

Técnicas de preparación de muestras

Disoluciones químicas. Extracciones. Mineralizaciones por vía seca y por vía húmeda. Precipitaciones. Otras técnicas preparativas. Fundamentos. Instrumental necesario para cada técnica. Aplicaciones al análisis en el campo alimentario y de seguridad industrial.

Ejercicio 1 · Esquema del tema 35 · Actualizado el 21 de julio de 2026

01 INTRODUCCIÓN

02 TÉCNICAS DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS

03 CONCLUSIÓN

01 INTRODUCCIÓN

Red de Laboratorios del SOIVRE. Una parte importante de las labores del SOIVRE se realiza en su red de laboratorios, algunos de ellos acreditados por la ENAC según la **Norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2017**. Esta norma regula la implantación de un Sistema de Gestión de la Calidad en laboratorios de ensayo y calibración y fija los requisitos para demostrar la competencia en la realización de ensayos. La ENAC es una asociación sin ánimo de lucro declarada por el **Real Decreto 1715/2010** como único organismo con potestad pública para otorgar acreditaciones, conforme al **Reglamento (CE) 765/2008**. Sus marcas cuentan con el respaldo de los Acuerdos Multilaterales de Reconocimiento, suscritos por más de 120 países y gestionados por EA y Global ACI (desde el 1 de enero de 2026, fusión de ILAC e IAF).

La red consta de **16 laboratorios de ensayo** en la red periférica, algunos acreditados, y un **Laboratorio Central en Madrid**, también acreditado, integrados en la Subdirección General de Inspección, Certificación y Asistencia Técnica de Comercio Exterior. Cada laboratorio tiende a especializarse en un campo. El Laboratorio Central, creado en 1989, desempeña funciones como:

- Coordinar y armonizar la red periférica y las aplicaciones informáticas
- Planificar adquisiciones de instrumental y asesorar sobre reactivos, calibración y seguridad
- Poner a punto nuevas metodologías y dar soporte analítico
- Organizar ejercicios de intercomparación y coordinar el programa de acreditación
- Coordinar actividades formativas y apoyo documental

Control de calidad. Es el conjunto de medidas necesarias para observar y conservar la fiabilidad de un método analítico, con el objetivo de producir datos de alta calidad, fiables y adecuados para el fin propuesto. Puede ser:

- Interno o intralaboratorio: evalúa a diario la fiabilidad de las determinaciones rutinarias y tiene tres fases, preanalítica (toma de muestras y tratamiento previo), analítica (validación de métodos, muestras de control y gráficos de control) y postanalítica (procesamiento estadístico y archivo de resultados)
- Externo o interlaboratorio: participación en pruebas de intercomparación entre laboratorios

El tema desarrolla las técnicas de preparación de muestras, con fundamentos, instrumental y aplicaciones en el campo alimentario y de seguridad industrial.

02 TÉCNICAS DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La mayoría de las muestras de alimentos analizadas por métodos instrumentales de separación son demasiado complejas, están demasiado diluidas o son incompatibles con el sistema cromatográfico, así que no pueden introducirse directamente. La preparación debe cumplir cuatro condiciones:

- Evitar pérdidas de analito y contaminaciones
- Transformar el analito en la forma química más adecuada para el método
- Eliminar si es necesario las interferencias de la matriz, para aumentar la selectividad
- Diluir o preconcentrar el analito para que quede en el intervalo de linealidad del método

2.1 Disoluciones químicas

La mayoría de las medidas analíticas se hacen en disolución, normalmente acuosa. Según la naturaleza de la muestra se distinguen tres procedimientos.

Reactivos acuosos. En análisis inorgánico los reactivos más comunes son agua, ácidos minerales y, menos a menudo, amoníaco e hidróxidos alcalinos. El orden de fuerza de ataque es agua fría, agua caliente, HCl conc., H₂SO₄ conc., HNO₃ conc. y caliente, HClO₄ conc. y caliente (muy oxidante), HF (ataca los silicatos) y agua regia (HCl y HNO₃ concentrados en proporción 3:1).

Sólidos fundentes. Silicatos, ciertos óxidos minerales y algunas aleaciones de hierro no son atacados, o solo lentamente, por los reactivos acuosos. Se mezcla entonces la muestra con una sal de metal alcalino (fundente) y se funde para obtener un fundido soluble en agua. Actúan gracias a la alta temperatura (300 a 1000 °C) y a la alta concentración de reactivo. Los fundentes básicos, como el carbonato sódico, atacan materiales ácidos, y los ácidos, como el piro sulfato potásico, atacan materiales básicos.

Compuestos orgánicos. La materia orgánica se destruye con dos finalidades:

- Análisis elemental: se oxida todo el C a CO₂ y el H a H₂O y se analizan los elementos residuales
- Análisis aplicado: se elimina el efecto interferente de glúcidos, alcoholes y otros compuestos sobre las reacciones con sustancias inorgánicas

Los procedimientos son oxidantes y se agrupan en dos categorías, la mineralización por vía húmeda, con ácidos sulfúrico, nítrico y perclórico, y la mineralización por vía seca, que calcina el compuesto al aire o en corriente de oxígeno. También se puede oxidar con fundentes, sobre todo peróxido

de hidrógeno. Se emplean en alimentos para determinar aniones y cationes, como el calcio en la leche.

Mineralización por vía húmeda. La oxidación se realiza en disolución ácida y oxidante con ayuda del calor, sin generar cenizas. Su principal problema son las pérdidas por volatilización de los elementos de interés. Un ejemplo es el método **Kjeldahl** para determinar nitrógeno (proteínas) con ácido sulfúrico concentrado. Se puede añadir ácido nítrico para acelerar la oxidación, y la mezcla perclórico/nítrico es aún más eficaz. Tiene dos modalidades:

- **Alta presión:** recipiente de cuarzo herméticamente cerrado dentro de un bloque calefactor de aluminio, en un autoclave presurizable con N₂ hasta 100 atm. Con ácido nítrico concentrado o mezclas nítrico/clorhídrico se alcanzan 250 a 300 °C y los alimentos se oxidan por completo en 15 a 120 minutos
- **Microondas:** descomposición con ácido nítrico u otros ácidos minerales en recipientes herméticos de teflón. Es un proceso reciente, tarda minutos y necesita muy poco reactivo

Mineralización por vía seca. Consiste en calentar la muestra a la llama en cápsula o crisol hasta oxidar la materia carbonosa a dióxido de carbono. Es el método más sencillo, pero a menudo el menos fiable por la posible pérdida de metales volátiles. Se aplica a la determinación complejométrica de calcio en vinos, sobre las cenizas obtenidas por incineración a alta temperatura, y a la de metales pesados en peces. Hay otros métodos:

- **Tubos de combustión:** recogen cuantitativamente los componentes volátiles. La muestra, en vasijas de Pt o Pb, se quema en un tubo de vidrio calentado con llama bajo corriente de O₂, que arrastra los volátiles hacia zonas donde se retienen para medirlos. Sirve para C, H₂, N₂, halógenos, S y O₂
- **Combustión con oxígeno en recipiente cerrado:** la materia orgánica se quema en un recipiente hermético y los productos se absorben en un disolvente antes de abrirlo. Un aparato sencillo es el **Schöniger**. Determina halógenos, S, P, F, As, B, C y diversos metales

2.2 Extracción y precipitaciones

Las interferencias, compuestos o elementos que acompañan al analito, impiden a menudo el análisis directo. En cualitativo pueden no impedir la identificación, pero en cuantitativo hay que tenerlas en cuenta. Se eliminan de dos maneras, anulándolas en la misma disolución por enmascaramiento o separando el analito. Entre los procedimientos de separación la técnica más eficaz es la cromatografía, pero también se usan la precipitación, la extracción con disolventes, el intercambio iónico y la destilación.

Precipitaciones. Exigen grandes diferencias de solubilidad entre el analito y sus interferencias, que se comprueban con cálculos de solubilidad. Se distinguen:

- Separaciones por control de acidez, en tres categorías:
 - Disoluciones concentradas de ácidos fuertes: precipitan los óxidos hidratados de Sn (IV) y Sb (V)
 - Disoluciones tamponadas de pH intermedio: Fe (III), Cr (III) y Al (III)
 - Disoluciones concentradas de hidróxido sódico o potásico: Fe (III) y la mayoría de los iones con dos cargas positivas
- Separación de sulfuros: casi todos los cationes, salvo alcalinos y alcalinotérreos, forman sulfuros poco solubles y

de solubilidades muy distintas, y la concentración de sulfuro se controla fácilmente con el pH

- Otros precipitantes inorgánicos: fosfato, carbonato y oxalato son poco selectivos, mientras que cloruro (para Ag) y sulfato (para Pb y Ba) lo son más
- Precipitantes orgánicos: la 8-hidroxiquinoleína o la dimetilglioxima, junto con el control del pH, aíslan varios iones inorgánicos
- Constituyentes traza: se usan colectores, iones que precipitan con el mismo reactivo y arrastran la especie minoritaria
- Precipitación electrolítica: aísla en una fase aparte la especie más fácilmente reducida

En alimentos se aplican a la determinación de lactosa en lácteos, benzaldehído en almendras, colesterol en cereales y pectinas en zumos.

Extracciones con disolventes. La extracción separa un soluto que se reparte entre dos fases. Puede ser sólido/líquido o líquido/líquido.

Extracción sólido/líquido. Una muestra sólida fraccionada se trata con el disolvente adecuado y se obtienen un residuo sólido y una disolución con el soluto. Con ella se puede proseguir el análisis o evaporar el disolvente, con calor o vacío, para obtener el extracto, cuya cantidad es ya un parámetro analítico. Se realiza por dos vías:

- **Maceración:** dejar en reposo el disolvente con la fase sólida, tratando la muestra una sola vez. Su inconveniente es el bajo rendimiento
- **Percolación:** extracción prolongada en la que el disolvente recorre continuamente la muestra. El diseño más empleado es el **extractor de Soxhlet**

En el Soxhlet la muestra se coloca en un cartucho o dedal de papel de filtro. El disolvente orgánico del depósito destila por el calor, condensa en el refrigerante, atraviesa la muestra arrastrando los solubles y retorna al depósito por un sifón. El ciclo se repite hasta agotar la muestra. Se evapora el disolvente y se seca el matraz en estufa. El peso de extracto se calcula como peso de extracto = peso (matraz + extracto) – peso (matraz vacío). Se usa para la materia grasa de alimentos sólidos como magdalenas o quesos y para la extracción etérea del azafrán. En el ámbito industrial, la percolación es base de prácticas como el fracking.

Extracción líquido/líquido. Una disolución acuosa con un soluto A se agita con un disolvente orgánico no miscible y, al reposar, se separan las fases por densidad. En el equilibrio y a temperatura dada, la relación de concentraciones es constante: $KD = [A]_{orgánica} / [A]_{acuosa}$, donde KD es el coeficiente de reparto. Varía con la temperatura y con la naturaleza del soluto y del disolvente, pero no depende de la concentración total de soluto. Se distinguen:

- **Extracciones simples:** embudos de decantación o de separación, con porciones sucesivas de disolvente. Se aplican a pesticidas y a la grasa de los alimentos
- **Extracciones exhaustivas:** perforadores en los que el disolvente destila, condensa y vuelve a pasar por la fase acuosa de forma automática y continua, uno para extractante menos denso que el agua y otro para más denso
- **Fraccionamiento a contracorriente:** instrumentos automáticos que repiten equilibrios de distribución entre

porciones nuevas de las dos fases puras. Se aplica a la separación de aminoácidos

Influyen factores en ambas fases. En la orgánica el fenómeno casi único es la polimerización del soluto, que haría variar la razón de distribución con la concentración. En la acuosa influyen el efecto ion común, la fuerza iónica, las reacciones parásitas y, sobre todo, el pH. Las aplicaciones alimentarias son los ácidos grasos de la leche, los pesticidas, ácidos débiles como el salicílico (conservante en conservas) y especies como los halógenos (I₂, Br₂).

2.3 Otras técnicas

- **Intercambio iónico:** los iones son retenidos por un sólido poroso, normalmente en columna, mediante resinas sintéticas intercambiadoras que eliminan interferencias por su selectividad o concentran iones de disoluciones diluidas. Su aplicación principal es la cromatografía de líquidos. Otras son separar iones interferentes de carga opuesta, concentrar trazas de metales en grandes volúmenes de agua natural y convertir sales en ácidos o bases, de modo que el contenido salino se determina valorando los iones hidrógeno liberados al pasar una alícuota por un intercambiador catiónico en forma ácida
- **Destilación:** separa componentes cuyas razones de distribución disolución/fase vapor difieren significativamente. En alimentos, el metabisulfito,

conservante de gambas y langostinos, se separa por destilación simple en medio ácido como SO₂, recogido en bórico para su valoración. También se separan As y Sb en medio ácido, recogidos en agua como AsCl₃ y SbCl₃

- **Volatilización:** se desprende un componente por calentamiento. La cantidad volatilizada se obtiene por diferencia de peso de la muestra antes y después (método indirecto) o absorbiendo el compuesto en un medio que se pesa antes y después (método directo). Permite la determinación gravimétrica del agua, a 105 a 110 °C, y del CO₂, a temperaturas más elevadas. Se aplica a la humedad de los cereales, que no debe superar el 15 % en el envasado



CONCLUSIÓN



Las técnicas de preparación de muestras son el paso previo, y con frecuencia el más determinante, del proceso analítico, pues de ellas depende que el analito llegue al sistema de medida en la forma química adecuada, libre de interferencias y en concentración que permita cuantificarlo con fiabilidad. Son etapas críticas para mantener los estándares de calidad de la acreditación ENAC. Dada la diversidad de matrices alimentarias e industriales que llegan a la red SOIVRE, se elige en cada caso la técnica según el analito y la matriz, para emitir resultados precisos, reproducibles y defendibles ante cualquier controversia comercial.