

## **INTRODUCCIÓN**

Medir la concentración de un alimento, resultaría una tarea muy tediosa de no ser por la gran ayuda proporcionada por la Refractometría.

La Refractometría tiene variadas aplicaciones en el aspecto cualitativo y cuantitativo, en el análisis de los alimentos.

Esta técnica es usada con fines de identificación y caracterización de aceites y grasas, en el control de la pureza de los alimentos, en la medición de jugos azucarados, determinación aproximada del contenido de alcohol en licores, entre otros.

Es por todas estas razones, además de otras como la facilidad de uso del refractómetro, el uso de poca muestra, la obtención de resultados al momento, etc. que el conocimiento de la refractometría es de suma importancia al momento de analizar los alimentos.

Durante la práctica realizada lo que se buscó fue conocer el fundamento del uso del refractómetro y su aplicación en la determinación del índice de refracción (IR), como un método de análisis que permita determinar el contenido de sólidos solubles.

## REFRACTOMETRÍA

### OBJETIVOS:

- Describir el refractómetro de Abbe, su fundamento, posibilidades, precauciones y modo de realizar las medidas.
- Hallar el índice de refracción a partir de una concentración dada
- Destacar los factores que afectan en el índice de refracción.

### FUNDAMENTO TEÓRICO:

El fenómeno de la refracción está basado en el cambio de velocidad que experimenta la radiación electromagnética al pasar de un medio a otro, como consecuencia de su interacción con los átomos y moléculas del otro medio. Dicho cambio de velocidad se manifiesta en una variación en la dirección de propagación.

La medida relativa de la variación entre dos medios tomando uno fijo como referencia se le conoce como índice de refracción  $n$  y en general está expresado con respecto al aire. El instrumento para medir  $n$ , es básicamente un sistema óptico que busca medir el ángulo que se ha desviado la radiación, utilizando para ello dos prismas: uno fijo de iluminación sobre el cual se deposita la muestra y uno móvil de refracción. Los prismas están rodeados de una corriente de agua termostatzada, ya que la temperatura es una de las variables que afecta a la medida

Cuando la radiación electromagnética atraviesa un límite entre dos medios, cambia su velocidad de propagación. Si la radiación incidente no es perpendicular al límite, también cambia su dirección. El cociente entre la velocidad de propagación en el espacio libre (vacío) y la velocidad de propagación dentro de un medio se llama índice de refracción del medio. En este artículo se estudian métodos para la medición del índice de refracción en la región visible del espectro, aunque la mayoría de los métodos que se describen pueden emplearse también en las regiones infrarroja y ultravioleta cuando se usan detectores de radiación

adecuados. Sólo se consideran aquí las sustancias homogéneas isótropas que son transparentes en este intervalo espectral. Las sustancias anisótropas o fuertemente absorbentes requieren métodos de medición especiales. Los aquí descritos exigen ciertas precauciones para evitar errores.

Según la ley de SNELLIUS, cuando una luz de longitud de onda  $\lambda$  pasa del vacío a otro medio, a la temperatura 0, se verifica que:

$$n_{\lambda}^{\theta} = \frac{C}{v} = \frac{\text{sen}\alpha}{\text{sen}\beta}$$

donde

$n_{\lambda}^{\theta}$  = índice de refracción (número de refracción, cociente de refracción)

c = velocidad de la luz en el vacío

v = velocidad de la luz en el otro medio

$\alpha$  = ángulo de incidencia

$\beta$  = ángulo de refracción

Como el índice de refracción es característico para cada sustancia o mezcla de sustancias, puede aplicarse en el análisis cualitativo y cuantitativo de sustancias transparentes. No se comete gran error operando en el aire, en lugar del vacío (índice de refracción del aire frente al vacío: 10003).

Para la medida de índices de refracción se hace uso de refractómetros

### MÉTODOS DEL ÁNGULO LIMITE

El método del ángulo límite para la reflexión total es el que se usa comúnmente y por ello se discute en primer lugar. Se describirán tres instrumentos típicos: los refractómetros de Pulfrich, de Abbe y de inmersión.

**REFRACTÓMETRO DE PULFRICH:**

El refractómetro de Pulfrich es útil para la medición del índice de refracción de muestras sólidas o líquidas. Con gran cuidado en el uso del instrumento y con los ajustes mejores posibles, se alcanza una precisión del orden de  $1 \times 10^{-4}$  en el índice de refracción. La diferencia del índice entre dos muestras cuyos índices difieren muy poco, se puede determinar con un error de  $\pm 2 \times 10^{-5}$ .

El componente central de este instrumento es un bloque de vidrio, que ha de ser de excelente calidad, con dos superficies planas formando ángulo recto, una en el plano horizontal y otra en el vertical. La luz, ligeramente convergente, de un foco que da líneas espectrales netas, bien espaciadas, es incidente sobre la superficie horizontal. Los rayos que inciden casi en ángulo de 90° con la normal, esto es, casi paralelos a la superficie horizontal, se refractan en el bloque Pulfrich en el ángulo límite, lo cual depende del índice de refracción del bloque y del líquido. Si la dispersión del líquido es diferente de la del vidrio, como por lo general es el caso, el ángulo límite será diferente para longitudes de onda distintas. Los rayos que inciden sobre la superficie horizontal en ángulo de menos de 90° con la normal, también se refractan en el bloque. Los rayos incidentes en ángulos mayores que 90° naturalmente no entran en el bloque por la superficie horizontal. Por lo tanto, los rayos refractados en ángulos menores que el ángulo límite, o iguales a éste, emergerán de la cara vertical del bloque de Pulfrich, mientras que no aparecerán los que inciden en ángulos mayores que el crítico.

Para la medición de muestras sólidas con el refractómetro de Pulfrich, se saca la celda cilíndrica de la parte alta del bloque y se coloca la muestra sobre la superficie horizontal del bloque, con una fina capa de líquido entre las dos superficies.

El líquido debe tener un índice de refracción algo mayor que el de la muestra y algo menor que el del bloque. La superficie de la muestra en el lado adyacente al bloque debe estar pulida y ser plana. La superficie de la muestra frente al foco luminoso debe ser transparente y formar aproximadamente ángulo de 90° con la

superficie de contacto, aunque no es necesario que sea plana. La intersección de las dos superficies ha de ser afilada, y no biselada ni esmerilada.

En trabajos de precisión, la superficie plana de la muestra debe estar casi paralela a la del bloque de Pulfrich. Esto se determina por observación de las franjas de interferencia formadas por reflexiones entre estas dos superficies, que pueden verse directamente o mirando en la pupila de salida del anteojos con una lupa. Un tercio de franja por centímetro del área de contacto, cuando las franjas son perpendiculares al rayo de luz incidente, produce un error de  $1 \times 10^{-5}$  en el índice de refracción medido. La muestra se mueve sobre el bloque hasta que el ángulo de cuña quede dentro de los límites tolerables.

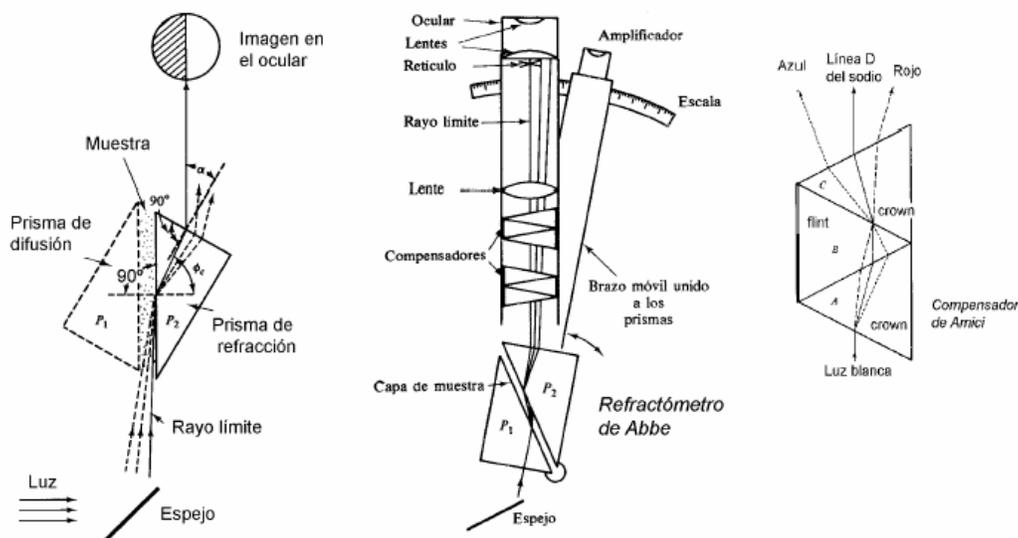
El procedimiento para medir los ángulos de emergencia y para determinar el índice de refracción es el mismo para sólidos y líquidos.

#### **REFRACTÓMETRO DE Abbe:**

Este refractómetro, basado también en el principio del ángulo límite, está ideado para realizar la operación con comodidad y rapidez. Requiere sólo cantidades muy pequeñas de la muestra y da una precisión del orden de  $\pm 2 \times 10^{-4}$ . La escala está graduada directamente en índices de refracción para las líneas D a 20° C. En su forma usual se puede usar con luz de sodio o con luz blanca. Los modelos de alta precisión se limitan en general al uso de luz de sodio, aunque los fabricantes suministran tablas de corrección para las líneas C y F.

En este instrumento, se mantiene una capa fina del líquido que se mide contra la hipotenusa del prisma de refracción P, mediante el prisma auxiliar P', cuya hipotenusa está finamente esmerilada. Se ilumina el prisma auxiliar y la luz que se difunde en la superficie esmerilada choca en ángulos diversos sobre el límite entre el líquido y el prisma principal. Esta luz entra en el prisma de refracción en ángulos que varían hasta el ángulo límite. Por consiguiente, cuando se mira con un anteojos la luz que emerge del prisma de refracción, se ve un campo dividido, que se halla

en parte oscuro y en parte iluminado con una línea divisoria neta entre las dos porciones, igual que en el refractómetro de Pulfrich.



El uso de luz blanca, que ordinariamente produce una franja coloreada en vez de un límite oscuro-brillante entre las dos partes del campo, se hace posible con el uso de dos prismas de Amici,  $A_1$  y  $A_2$ , para compensar la dispersión relativa del prisma de refracción y de la muestra. Los prismas de Amici están ideados de modo que no se desvía la luz D del sodio, mientras que las longitudes de onda más largas se desvían hacia un lado y las más cortas hacia el otro. Colocando dos prismas de Amici idénticos en serie y girando uno con respecto al otro, se obtiene un intervalo de separación angular entre las longitudes de onda largas y cortas, desde cero al doble de la separación producida por uno de los prismas solo. Así, con los dos prismas interpuestos entre el prisma de refracción y el anteojo, la adecuada orientación de los dos prismas compensa la dispersión relativa del prisma de refracción y de la muestra y produce en el anteojo una línea divisoria neta e incolora entre las porciones oscura e iluminada del campo visual. La escala de rotación de estos prismas de Amici está graduada de modo que se puede obtener un valor aproximado de la dispersión de la muestra, por sus posiciones relativas, mientras la lectura en la escala principal da directamente el valor  $n_D$ .

En el refractómetro de Abbe se miden las muestras sólidas quitando el prisma auxiliar y colocando la muestra con contra el prisma de refracción, con un líquido

de contacto, como en el refractómetro de Pulfrich. Una ventaja peculiar del refractómetro de Abbe es que en esta forma puede medirse el índice de refracción de muestras opacas, aunque en este caso hay que tener el cuidado especial de evitar películas superficiales que tengan un índice diferente del de la muestra.

#### **REFRACTÓMETRO DE INMERSIÓN:**

El principio del refractómetro de inmersión es el mismo que el de los aparatos de Pulfrich y Abbe. Su nombre proviene de que el prisma de refracción está sujeto rígidamente al objetivo del anteojo y se sumerge en el líquido cuyo índice de refracción se mide. Se hace la lectura de la posición de la línea divisoria entre las porciones oscura y brillante del campo sobre una escala en el plano focal del anteojo mientras el prisma está sumergido en el líquido. Las lecturas de la escala se transforman en los índices de refracción correspondientes mediante las tablas suministradas con el instrumento.

El refractómetro de inmersión puede usarse, como el de Abbe, con luz blanca, aunque la compensación de la dispersión se hace por rotación de un solo prisma de Amici, que da un valor algo menos exacto para la dispersión. En algunos instrumentos especiales, ideados para una dispersión estrecha del intervalo del índice, la compensación se hace con un prisma fijo.

El refractómetro de inmersión es muy cómodo para la medición de numerosas muestras que varían poco en el índice de refracción. Su precisión es algo mayor que la del instrumento de Abbe ordinario, pero no es tan adaptable como éste o como el refractómetro de Pulfrich.

En la actualidad la determinación directa para análisis, ha sido superada por la información obtenida por otras técnicas, no obstante es ampliamente utilizada como herramienta de los detectores de muchos aparatos modernos como cromatógrafos etc.

**PARTE EXPERIMENTAL:**

**MATERIALES:**

- Tubos de ensayo
- Vaso precipitado
- Algodón
- Probeta
- Gradilla

**REACTIVOS:**

- Alcohol
- Azúcar
- Agua

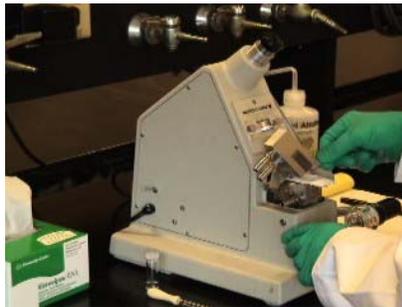
**EQUIPO:**

- Refractómetro Abbe



**PROCEDIMIENTO:**

- ✓ Preparamos solución de azúcar-agua para concentraciones de porcentaje en peso: 10, 20, 35, 50, 65, 80, 85.
- ✓ Para todas concentraciones seguir el siguiente procedimiento para determinar e índice de refracción.
- ✓ Abrir el prisma. Frotar ambas caras del prisma con un pedazo de algodón humedecido con alcohol.



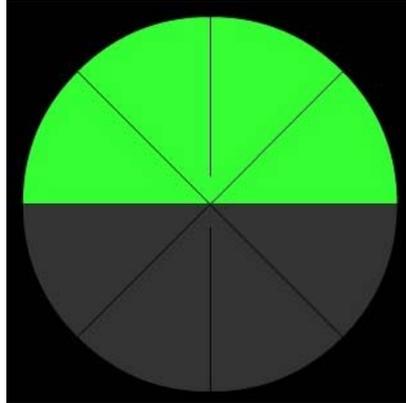
- ✓ Una vez limpias y secas introducir una gota de solución de azúcar.



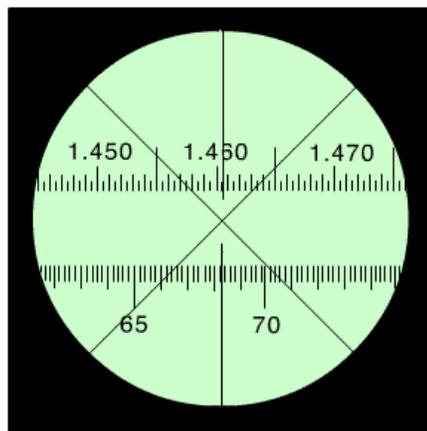
- ✓ Cerrar el prisma.



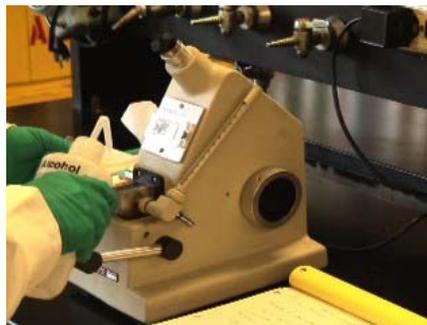
- ✓ Girar el prisma hasta una delineación bien definida entre el campo claro y oscuro con la intersección de los hilos entrecruzados.



- ✓ Efectuar la lectura del índice de refracción.



- ✓ Abrir el prisma y limpiar suavemente con algodón empapado con etanol. Una vez hecho proceder con la otra concentración.



- ✓ Evitar restregar los prismas ni tratar de limpiarlos en seco, ya que estos se pueden rayar y deteriorar.



Así obtenemos la siguiente tabla de los obtenidos de la sacarosa:

<b>% w</b>	<b>I. R. Experimental</b>	<b>I. R. Teórico</b>	<b>% Brix</b>
10	1.3480	1.3588	17.0
20	1.3630	1.3639	17.4
35	1.3750	1.3902	17.5
50	1.3870	1.4200	33.1
65	1.3990	1.4532	35.45
80	1.4090	1.4901	44.6
85	1.4210	1.5003	50.5

**CALCULOS:**

- i. Elaborar graficas nD vs. %w de uno de los componentes para cada sistema del azúcar.

% w	I. R. Experimental (n <sub>D</sub> )
10	1.3480
20	1.3630
35	1.3750
50	1.3870
65	1.3990
80	1.4090
85	1.4210

- ii. Convertir los datos de %w a fracción molar (X) y graficar nD vs. X para el sistema de azúcar-agua.

X	I. R. Experimental (n <sub>D</sub> )
0.10	1.3480
0.20	1.3630
0.35	1.3750
0.50	1.3870
0.65	1.3990
0.80	1.4090
0.85	1.4210

- iii. **Discuta los resultados obtenidos comparándolos con los valores teóricos.**

Para obtener un error porcentual debemos de usar la siguiente igualdad:

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|I.R_{\text{EXPERIMENTAL}} - I.R_{\text{TEORICO}}|}{I.R_{\text{TEORICO}}} * 100$$

- o Para una solución de azúcar al 10%

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|1.3480 - 1.3588|}{1.3588} * 100$$

$$\% \text{ ERROR} = 0.79\%$$

- o Para una solución de azúcar al 20%

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|1.3630 - 1.3639|}{1.3639} * 100$$

$$\% \text{ ERROR} = 2.27\%$$

- Para una solución de azúcar al 35%

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|1.3750 - 1.3902|}{1.3902} * 100$$

$$\% \text{ ERROR} = 1.09\%$$

- Para una solución de azúcar al 50%

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|1.3870 - 1.4200|}{1.4200} * 100$$

$$\% \text{ ERROR} = 2.32\%$$

- Para una solución de azúcar al 80%

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|1.4090 - 1.4901|}{1.4901} * 100$$

$$\% \text{ ERROR} = 3.65\%$$

- Para una solución de azúcar al 85%

$$\% \text{ ERROR} = \frac{|1.4210 - 1.5003|}{1.5003} * 100$$

$$\% \text{ ERROR} = 5.3\%$$

**iv. Que relación puede establecer entre el índice de refracción y el contenido de azúcar de la sacarosa**

Es una relación directamente proporcional ya que a medida que va aumentando la concentración de la azúcar, mayor es el índice de refracción

**CONCLUSIONES:**

- El hecho de que la relación entre el índice de refracción y la concentración en %<sup>w</sup> de una mezcla binaria no sea una línea recta, no es limitativo para el análisis ya que puede realizarse un ajuste de curva por el método de los mínimos cuadrados que nos permite realizar la interpolación correspondiente.
- La gráfica índice de refracción ( $n_D$ ) vs. concentración (%w) obtuvo un comportamiento lineal.
- A mayor concentración, mayor es el índice de refracción. Son directamente proporcional.
- La medición de la muestra es una medida adimensional.
- Cuando las luces en la muestra las luces oscuras y claras tomen una medición igual entonces esa sería su medición en grados Brix.

**RECOMENDACIONES:**

- Se debe de tener el refractómetro bien limpio con alcohol
- Para el uso de los instrumentos se debe estar limpios y secos.
- Debe pesar correctamente para que haya fallas en la medición

## **BIBLIOGRAFÍA**

- R. KIRK, H. EGAN, R. SAWYER.1996. "Composición y Análisis de Alimentos de Pearson" . Segunda Edición. CECSA. México D.F..
- A. MADRID, I. CENZANO, J.M. VICENTE. 1997. "Manual de Aceites y Grasas Comestibles". Primera Edición. AMV Editores - Mundiprensa. Madrid.

**ANEXOS:****APLICACIÓN EN ANÁLISIS DE LOS ALIMENTOS**

La refractometría especialmente de líquidos se utiliza en el análisis de alimentos con fines de identificación y caracterización (aceites, grasas), para control de pureza (productos químicos, distintos alimentos) y para la determinación cuantitativa de ciertos componentes. Así, por ejemplo, sirve para comprobar el aguado de la leche, para la determinación (grosera) del contenido en alcohol de aguardientes y cervezas y del contenido en agua de la miel. Su importancia es aún mayor en la determinación de extractos de productos alimenticios, constituidos principalmente por azúcar (zumos de remolacha y de legumbres, purés de legumbres, zumos de fruta, mermeladas, miel, jarabe de almidón). En la medida de soluciones azucaradas se usa el refractómetro para azúcar.

**1. DEPENDENCIA CON LA TEMPERATURA DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN. DISPERSIÓN**

**Material Necesario:** Refractómetro (p. Ej. Refractómetro de ABBE, Carl Zeiss). Termostato. Aceite de nuez.

**Cuestión:** Representar gráficamente la variación del índice de refracción del aceite e nuez con la temperatura entre 15 y 40°C. Calcúlese el coeficiente de temperatura y el número de ABBE.

**Método operatorio:** Después de depositar la muestra en el refractómetro, se ajusta el termostato a 15°C o algo menos, y en cuanto el termómetro de aquel indique dicha temperatura se mide el índice de refracción. Se eleva entonces la temperatura a 40°C, midiendo cada 5°C temperatura e índice de refracción. Las lecturas (ordenadas) se llevan en papel milimétrico frente a la temperatura; la pendiente de la recta obtenida,  $\frac{\Delta n}{\Delta t}$  (calculada mejor a partir de  $\frac{n_{40^{\circ}C} - n_{15^{\circ}C}}{25}$ ), es el coeficiente de temperatura buscado. Durante la experiencia se anota

constantemente la posición del compensador. A partir de los valores hallados, se determina la dispersión media con ayuda del nomograma que acompaña a las instrucciones de uso. El número de ABBE viene dado por

$$V = \frac{n_D - 1}{n_F - n_C}$$

$n_D$  = índice de refracción leído

$n_F - n_C$  = dispersión media

**Resultado** : El índice de refracción disminuye con temperatura creciente (causa: la densidad decrece), esto es, el coeficiente de temperatura es negativo (alrededor de  $-0.00035$ ). La dispersión media cambia muy poco durante la experiencia (aproximadamente  $0.009$ ). para el número de ABBE se obtienen valores alrededor de  $50$ . tanto la dispersión media como el número de ABBE pueden utilizarse como constantes para caracterizar una sustancia.

## 2. INDICE DE REFRACCIÓN Y CONCENTRACIÓN: DETERMINACIÓN DE METANOL EN ETANOL.

**Material necesario:** Refractómetro. Matraces aforados, pipetas. Metanol. Etanol (puro) del 96%.

**Cuestión.** Hallar una curva de calibrado para la determinación de metanol (1-50%) en etanol.

**Metodo Operatorio:** Se preparan soluciones al 1, 5, 10, 20 y 50% de metanol en etanol (%vol./vol.) (refractómetro de ABBE:  $20^\circ\text{C}$ ; refractómetro de inmersión:  $17.5^\circ\text{C}$ ). Los índices de refracción se representan gráficamente en papel milimétrico frente a la concentración.

Resultado: El índice de refracción cambia linealmente con la concentración, cosa que también sucede con la mayoría de las sustancias.

### 3. IDENTIFICACIÓN DE GRASAS Y ACEITES.

**Material necesario:** Refractómetro. Algunas de las grasa que luego se consignan, en estado líquido.

**Cuestión:** Identificar algunas grasas y aceites por medidas de índice de refracción.

**Método operatorio:** La medida se realiza a 40°C. A dicha temperatura, los índices de refracción para las distintas muestras son:

Mantequilla	1.4520-1.4566
Aceite de nuez	1.4612-1.4652
Manteca de cacao	1.4537-1.4578
Grasa de coco	1.4478-1.4497
Aceite de lino	1.4725-1.4751
Manteca de cerdo	1.4580-1.4606
Aceite de sésamo	1.4647-1.4670

**Observación:** Las grasas con muchos ácidos grasos no saturados muestran índices de refracción mayores (los dobles enlaces van asociados a mayor flojedad de las capas electrónicas), como se ve en el caso del aceite de lino. En general, la refracción aumenta en el orden: ácidos grasos libres, triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos.

### 4. ESTUDIO DE UNA MEZCLA DE GRASAS.

**Material Necesario:** Refractómetro. Mezclas de aceite de nuez y grasa de coco con contenidos de 20, 40,60 y 80% en uno de los componentes, así como las sustancias puras.

**Cuestión:** Hallar el cambio del índice de refracción con la concentración para mezclas de aceite de nuez y grasa de coco, y hacer su presentación gráfica.

**Método Operatorio:** se miden, a 40°C, los índices de refracción de las mezclas indicadas y de las sustancias puras, y se representan gráficamente, en papel milimétrico, frente al tanto por ciento de una de las sustancias.

**Resultado:** Los valores se disponen prácticamente sobre un recta. Por consiguiente, es posible calcular la composición, en tanto por ciento, de mezclas de dos grasas(o de otras sustancias)por medidas de índices de refracción y hacer la representación de una tal “curva de calibrado”. A consecuencia de las fluctuaciones naturales que muestran los productos según su distinta procedencia, la determinación no puede ser ciertamente muy exacta, a menos de utilizar las mismas sustancias para el análisis y para la curva de calibrado.

## 5. DETERMINACIÓN DEL RESIDUO SECO DE INFUSIONES ACUOSAS DE CAFÉ.

**Material Necesario:** Refractómetro. Soluciones acuosas de preparados de café en polvo(1, 5, 10, 25, 50, 75 y 100 g/l), así como una infusión de concentración desconocida.

**Cuestión :** Después de obtener una curva de calibrado, hallar el residuo seco de una infusión de café en polvo. No se tiene en cuenta el contenido en agua inicial del polvo.

**Método Operatorio:** Se mide el índice de refracción a 20°C. Si se utiliza el refractómetro de ABBE, se rebate hacia abajo el espejo y se cierra la abertura.