

Instrucciones para el uso

1.73916

VEB Carl Zeiss JENA · DDR

República Democrática Alemana

Teléfono: Jena 830
Teleescritor: Jena 058 86122
Folleto no. 32-G110e-4

V-14-6 6 1849 M(p)G-7/037/76 Impreso en la RDA

Refractómetro de Abbe

The logo consists of the words "CARL ZEISS" in a bold, sans-serif font, arched over the word "JENA" which is also in a bold, sans-serif font. The text is white and set against a black rectangular background.

**CARL ZEISS
JENA**

En vista del constante desarrollo ulterior de nuestros productos pueden resultar diferencias en comparación de las figuras y el texto de este folleto. No se permite, sin nuestro consentimiento, la reproducción de los folletos, tampoco en forma de extractos. Nos reservamos el derecho de traducción. Para publicaciones, gustosamente ponemos a la disposición reproducciones de las figuras en cuanto estén disponibles.

Refractómetro de Abbe

Instrucciones para el uso

<u>Indice</u>	<u>Página</u>
1. Lista de pedidos	5
2. Datos	7
3. Principio de medición	7
3.1. Medición a trasluz	
3.2. Medición en luz reflejada	8
3.3. Mediciones de dispersión	9
4. Descripción	9
5. Método de trabajo	10
5.1. Medición con cuerpo de prismas normal	11
5.1.1. Examen de líquidos a trasluz	11
5.1.2. Examen de líquidos muy absorbentes en luz reflejada	13
5.1.3. Examen de cuerpos sólidos transparentes con luz de incidencia rasante	13
5.1.4. Examen de cuerpos sólidos y plásticos en luz reflejada	14
5.2. Medición con el cuerpo de prismas de paso	15
6. Comprobación y ajuste del refractómetro	17
6.1. Ajuste con agua destilada	17
6.2. Ajuste con plaquitas de ajuste	18
7. Termorregulación	20
8. Cuerpo de prismas	21
8.1. Cambio del cuerpo de prismas	21
8.2. Mantenimiento del cuerpo de prismas	22
9. Exámenes especiales	22
9.1. Determinación de la sustancia seca	22
9.2. Examen de aceites y grasas alimenticios	25
9.3. Determinación de la dispersión	25
9.4. Determinación de la refracción específica	26
10. Bibliografía	27

1. Lista de pedidos

Denominación	Número de pedido	Peso kg
1. <u>Equipo standard</u>		
Refractómetro de abbe con cuerpo de prismas normal intercambiable, funda protectora contra el polvo, termómetro de 0° a + 75 °C, llave de gancho, llave de ajuste, plaquitas de ajuste y 1 frasquito con 10 ml de alfabromonaftalina, en estuche	320001:001.20	10,700
2. <u>Piezas complementarias</u> (entregables solamente a petición expresa)		
Cuerpo de prismas de paso 1), completo con lámpara inclusive bombillita, llave macho hexagonal, tubo de goma, pero sin termómetro	320040:002.26	1,000
además: Transformador de baja tensión A 5 VA 220/6 ZN 5045	680.19	1,500
Nomograma para la determinación de la dispersión media $n_F - n_C$, con regla (para F_2, F_4 a F_7)	320043:001.24	0,050
Nomograma para la determinación de la refracción específica, con regla	320044:002.24	0,150
3. <u>Piezas de repuesto</u> (entregables solamente a petición expresa)		
1) Escala de medición, prisma de medición, así como tabla de dispersión y nomograma de dispersión deben estar marcados por el mismo estado F, p.ej. "F4". Por esta razón rogamos indicar en pedidos posteriores de cuerpos de prismas o del nomograma de dispersión la marcación al final del círculo graduado.		

Denominación	Número de pedido	Peso kg
Cuerpo de prismas normal 1), intercambiable, sin termómetro	320031:031.14	0,900
Termómetro de 0° a + 75 °C, con funda protectora	328751:000.26	0,050
Termómetro de 0° a + 75 °C, sin funda protectora	328759:001.24	0,040
Llave de gancho para cambiar los cuerpos de prismas	331101:000.25	0,050
Llave de ajuste	308508:013.10	0,010
Plaquita de ajuste	320501:001.26	0,005
Frasquito (10 ml) de alfa- bromonaftalina	222.45	0,040
Funda protectora contra el polvo para el refractómetro de Abbe	029510:031.24	0,100
<u>Piezas de repuesto para el cuerpo de prismas de paso</u>		
Bombillita 01-6 V 1,8 W TGL 200-8170	681.96	0,005
Llave macho hexagonal 5 TGL 48-73215 Ni	044.63	0,025
Tubo de goma	320040:044.10	0,030
Laminilla intermedia	320040:042.10	0,001
10 juntas	320040:043.10	0,002

Los pesos indicados son solamente aproximados y se entienden sin compromiso.

2. Datos

	Margen de medición	Límite de errores	División de escala
Índice de refracción n_D	1,300...1,700	$1...2 \cdot 10^{-4}$	0,001
Azúcar (sustancia seca, % = g/100 g)	0...85 %	0,1...0,2 %	hasta 50 % en 0,5 % sup. a 50% en 0,2 %
Dispersión media $n_F - n_C$	0...0,060	$1...2 \cdot 10^{-4}$	0,0005 en el nomograma
Número de Abbe	5...500	-	-
Temperatura	0...75 °C		1 grad
Prisma normal sustancia necesaria por medición		0,05 ml	
Prisma de paso:			
Máximo corte transversal del espacio de paso		2,5 mm ²	
Volumen del espacio de paso		0,2 ml	

3. Principio de medición

Con el refractómetro de Abbe se mide el ángulo límite de la reflexión total, en lo cual han de distinguirse dos métodos de medición factibles: La medición a trasluz con incidencia rasante y la medición en luz reflejada en la reflexión total (figura 1). En la escala de medición se indica, en cada caso, el índice de refracción respect. el contenido en azúcar.

3.1. Medición a trasluz

En la medición a trasluz pasa la luz a través de la muestra sobre la cara medidora del prisma de medición. La parte de luz de incidencia rasante llega a reflejarse bajo el ángulo límite de la reflexión total y se observa en el anteojo como línea límite entre el campo claro y oscuro. Esta puede graduarse por giro del prisma de medición sobre un retículo, y el índice de refracción puede leerse en un círculo graduado (figuras 2 y 3).

La incidencia rasante en el prisma de medición se consigue en la medición a trasluz de dos maneras. En el primer caso se usa un prisma de iluminación (figura 1a), cuya base inferior mateada deja incidir la luz en todas las direcciones - por lo tanto también en forma rasante - sobre la cara medidora (medición de líquidos, párrafo 5.1.) y en el segundo caso se deja incidir la luz sin prisma de iluminación (figura 1c) en forma rasante sobre la cara medidora. Esta disposición posibilita adicionalmente la medición de sustancias sólidas (párrafo 5.3.).

3.2. Medición en luz reflejada

En la medición en luz reflejada entra la luz directamente en el prisma de medición (figuras 1b y 1d). En la superficie de contacto entre prisma de medición y muestra se refleja una parte de la luz totalmente y se muestra en el anteojo como campo claro. El contraste entre campo claro y campo oscuro no es tan pronunciado en la medición con luz reflejada como a trasluz, puesto que el campo oscuro se aclara por luz parcialmente reflejada. Además hay que tomar en cuenta que, en comparación con la medición a trasluz, campo claro y oscuro cambiaron su posición.

3.3. Mediciones de dispersión

Puesto que el índice de refracción depende de la longitud de onda (color), la línea límite posee, en general, una franja de colores. Esta se elimina con ayuda de un llamado prisma de Amici que tiene una máxima dispersión determinada, pero que es de visión directa para la luz amarilla del sodio. Ambos prismas pueden girarse simultáneamente, pero en contrasentido, alrededor del eje óptico y posibilitan así una compensación de la dispersión graduable continuamente de la muestra. La posición del compensador puede leerse en la división (3 figura 4) como número de tambor y convertirse en valores de dispersión (párrafo 9.3.).

4. Descripción

Los componentes principales del refractómetro de Abbe son el prisma de medición, el anteojo de enfoque y el círculo graduado de cristal con microscopio de lectura. El prisma de medición descansa en el cuerpo de prismas (7 figura 4) que puede girarse alrededor de un eje horizontal. Igualmente enmasillado en el cuerpo de prismas es un prisma de iluminación. Las dos bases inferiores, una vuelta a otra, de los dos prismas forman un espacio muy pequeño para recibir la muestra. El cuerpo de prismas tiene boquillas de empalme para el paso de agua termorreguladora y lleva un termómetro, así como un espejo de iluminación. Según el mismo principio está construido el prisma de paso (párrafo 5.5.), pero al cual se adapta directamente un portalámpara con lámpara de 6 V, en lugar del espejo de iluminación. Con el anteojo de enfoque (1) se observa la línea límite de la reflexión total como límite entre una parte clara y otra oscura del campo visual. El compensador con botón moleteado (4) sirve para eliminar la franja coloreada de la línea límite y, con ayuda de la escala (3),

para la medición de la dispersión media $n_F - n_C$ respect. del número de Abbe ν . La escala tiene dos divisiones de 0 hasta 60.

Para la medición del índice de refracción se gira el cuerpo de prismas con el botón de accionamiento (10) hasta tener la línea límite exactamente en el punto de intersección del retículo en el anteojo. El microscopio de lectura (12), que está fijamente unido con el anteojo de enfoque, indica con su marca de trazo directamente el valor de medición sobre el círculo graduado de cristal que está acoplado fijamente con el cuerpo de prismas.

El refractómetro descansa sobre una columna y puede girarse alrededor de un eje horizontal para las distintas posiciones de empleo. El cuerpo de prismas puede cambiarse (párrafo 8.1.). El círculo graduado lleva dos divisiones una al lado de otra para índices de refracción n_D y para porcentajes de azúcar (sustancia seca).

5. Método de trabajo

Por lo general se requieren los siguientes preparativos en el aparato:

Desenroscar el anillo de racor (5 figura 4).

Introducir el termómetro y girarlo a la dirección de observación.

Colocar el anillo de racor otra vez y apretarlo.

Desplazar el espejo (11) para la iluminación del círculo graduado de cristal hasta lograr un campo visual en el microscopio de lectura iluminado uniformemente.

Girar las monturas moleteadas de ambos oculares hasta poder ver con nitidez el retículo respect. la división.

De fuente luminosa sirve, normalmente, una lámpara apantallada convenientemente y dotada de una lámpara incandescente mateada de 25 ó 40 W. Asimismo puede trabajarse a la luz del día.

Para mediciones orientadoras se puede medir sin termorregulación especial. En tales casos basta leer la temperatura de medición para indicarla juntamente con el resultado de medición. Pero, para mediciones en serie y de comparación es indispensable observar una temperatura constante con ayuda de un termostato (véase el párrafo 7.).

5.1. Medición con cuerpo de prismas normal

5.1.1. Examen de líquidos a trasluz

La medición se realiza como sigue:

Girar el mango (8 figura 4) hacia la izquierda, abrir el cuerpo de prismas, inclinar la parte superior del refractómetro hasta alcanzar la posición horizontal de la cara medidora.

Limpiar y secar esmeradamente ambas superficies de los prismas y las monturas metálicas con un paño de lienzo suave y con un poco de agua o éter.

Echar con una varilla de vidrio redondeada 2 a 3 gotas de la muestra sobre la cara blanca del prisma de medición. En ello, evitar el contacto con la superficie. Cerrar otra vez lentamente el prisma de iluminación.

Cerrar todo el cuerpo de prismas por giro del mango hacia la derecha. En ello, cerciorarse mediante una ojeada puesta en la abertura cuadrática de entrada de luz del prisma de iluminación de que todo el espacio entre los dos prismas se haya llenado uniformemente. Burbujitas de aire en la capa líquida reducen el contraste de la línea límite. En caso necesario, elegir la cantidad de muestra algo más copiosa.

Poner el refractómetro a la posición de empleo.

Por de pronto, graduar el botón de accionamiento (10) al principio de la división de medición. Para la compensación de la temperatura esperar unos minutos antes de comenzar a medir.

Desplazar el espejo (9) de manera que la luz llene por completo la abertura cuadrática del prisma de iluminación y que el campo visual en el ocular del anteojo aparezca bien claro. Girar el botón de accionamiento lentamente hacia valores de medición más grandes hasta oscurecerse el campo visual desde abajo. Hacer desaparecer la franja coloreada entre ambos semicampos por giro del botón moleteado (4). La línea límite, ahora nítida, ha de graduarse por otro giro del botón de accionamiento al punto de intersección del retículo. Leer el resultado de medición en la división n_D respect. de %.

De principio, la medición tan sólo debe efectuarse si la línea límite ya no varía su posición, es decir solamente después de haberse establecido la compensación de temperatura entre prisma de medición y muestra.

El procedimiento para limpiar y cargar los prismas se puede acelerar todavía más según las instrucciones siguientes: Inclinar el aparato desde su posición de empleo solamente por la mitad.

Abrir el prisma de iluminación y limpiar ambas superficies de los prismas.

Cerrar el prisma de iluminación hasta tal punto que la montura del prisma de medición llegue a retenerse aún justamente.

Con ayuda de una pipeta dejar fluir unas gotas de la muestra en la abertura de embudo al lado derecho del cierre y, al mismo tiempo, cerrar el cuerpo de prismas completamente por giro hacia la derecha del botón estrellado.

Este procedimiento rápido posibilita hasta el examen de disoluciones fácilmente evaporables.

Las monturas de los prismas del refractómetro de Abbe están cromadas. Por consiguiente y obrando con algún cuidado, se puede utilizar el aparato también para el examen de ácidos. Con el fin de evitar, en ello, daños, se echa tan sólo tanta sustancia sobre el prisma de medición que la superficie de medición no esté cubierta completamente después de haber cerrado el cuerpo de prismas. La medición ha de realizarse lo más rápidamente posible (eventualmente por termorregulación previa de la muestra), y limpiar el prisma en seguida después de cada medición muy esmeradamente.

5.1.2. Examen de líquidos muy absorbentes en luz reflejada

Caso de tener que examinar muestras muy coloreadas, p.ej. melazas, mermeladas, aceites de alquitrán, etc., quizá ya no pueda efectuarse la medición a trasluz o se obtienen resultados incorrectos [4].

En este caso se pasa a la medición en luz reflejada, quitando la tapa redonda en el cuerpo de prismas para dejar entrar la luz en el prisma de medición. En ello, el espejo (9) se ladea y hay que fijarse en no dejar entrar la luz en el prisma de iluminación. El método de trabajo es, por lo demás, el mismo que para trasluz (párrafo 5.1.).

5.1.3. Examen de cuerpos sólidos transparentes con luz de incidencia rasante

Cuerpos sólidos bien transparentes pueden medirse en muchos casos con luz de incidencia rasante. En ello, es necesario que la pieza a examinar tenga dos caras pulimentadas que formen un ángulo entre sí de $\geq 90^\circ$ y linden con una arista viva. Una de las caras pulimentadas se aplica al prisma de medición y la segunda cara se dirige hacia la fuente luminosa. La delgada capa de aire entre prisma de medición

y pieza a comprobar ha de llenarse por un líquido de contacto, cuyo índice de refracción debe ser superior al de la pieza a comprobar. En la mayoría de los casos puede emplearse, para ello, alfabromonaftalina ($n_D = 1,65$).

La medición se realiza análogamente a las instrucciones dadas en el párrafo 6.2. para el ajuste con plaquitas de ajuste. Puesto que el índice de refracción de cuerpos sólidos tan sólo varía poco con la temperatura (a excepción de plásticos), se puede prescindir en este caso generalmente de una termorregulación.

Al tratarse de grandes cuerpos toscos debe conservar la superficie del prisma de medición su posición horizontal. Entonces, la medición ha de efectuarse en luz reflejada, compárese el párrafo 5.1.4. y figura 5.

5.1.4. Examen de cuerpos sólidos y plásticos en luz reflejada

La medición de cuerpos plásticos tan sólo es posible en luz reflejada con cuerpo de prismas abierto (como en el párrafo 5.3.). Normalmente, cuerpos sólidos se miden con luz de incidencia rasante. Pero, si son de color o no lo suficientemente transparentes, o si no es posible pulimentar dos superficies con arista viva, entonces es necesario pasar también aquí a la luz reflejada. En este método de medición la pieza a comprobar tan sólo tiene que tener una superficie esmerilada y pulimentada en forma bien plana en el mismo tamaño que el prisma de medición aproximadamente.

A excepción de los plásticos no se requiere una termorregulación especial.

Por lo general, la superficie de medición del prisma de medición ha de ponerse horizontal y todo el refractómetro debe colocarse a cierta altura. Sobre el prisma de medición se echa una gotita del líquido de contacto para poner

entonces la muestra con su cara pulimentada y mediante una ligera presión sobre el prisma de medición. Ahora, se observa a través del ocular de anteojo para desplazar el espejo de iluminación de manera que la luz lateral entre en la abertura de entrada de la luz del prisma de medición. Como fuente luminosa conviene usar una lámpara incandescente puesta sobre una base de asiento elevada. Las dos líneas límites, visibles en el ocular, corresponden a la muestra y al líquido de contacto.

Al tratarse de cuerpos plásticos viscosos (resina, etc.) se aplica una pequeña cantidad sobre el prisma de medición para cerciorarse mediante una ojeada sobre la abertura cuadrática de la salida de luz de que la sustancia esté bien aplicada a la superficie del prisma sin formar burbujitas de aire. Tal vez resultará ventajoso calentar la sustancia un poco cuidadosamente.

Para la medición de sustancias sólidas y plásticas en luz reflejada se puede utilizar también un prisma de paso si se desenrosca su prisma de iluminación. Entonces, la lámpara adaptada directamente ofrece la ventaja de una buena iluminación uniforme en todo el margen de medición.

5.2. Medición con el cuerpo de prismas de paso

La medición de muestras de paso continuo se efectúa muy sencillamente con el cuerpo de prismas de paso compuesto de dos partes. Al refractómetro de Abbe se adapta la parte del prisma de medición (21 figura 6) lo mismo que el cuerpo de prismas normal (párrafo 8.1.). Después se puede realizar en seguida el ajuste con plaquitas de ajuste (párrafo 6.2.), si la medición subsiguiente ha de efectuarse a trasluz. En ello, el refractómetro de Abbe se gira hasta tal punto alrededor de su eje principal que la superficie del prisma quede horizontal más o menos y que la fuente luminosa puede colocarse en el plano de la superficie medidora del prisma de medición.

Al tener el propósito de realizar mediciones posteriores con luz reflejada, entonces se introduce el portalámpara (31 figura 8) con su pieza de apriete en la abertura correspondiente en la parte del prisma de medición para ajustar en luz reflejada.

Después de la limpieza de la superficie del prisma se aplica la lámina de plástico (22 figura 6) de tal modo a la parte del prisma de medición que las dos espigas entren en los talaaros de la lámina. La parte del prisma de iluminación (23), que debe llevar en la boquilla de empalme para el agua termorreguladora un anillo de junta de goma (25), se pone sobre la parte del prisma de medición. Con la llave de vaso hexagonal han de apretarse los cuatro tornillos (24) uniformemente y bien fuerte. Al paso de termorregulación se adaptan el termómetro y los tubos de goma para el termostato.

Según el método de medir a trasluz o con luz reflejada se introduce el portalámpara en la abertura redonda en la parte de iluminación respect. de medición del prisma. La abertura redonda libre todavía, se cierra con la tapa diafragmática (33 figura 8). Las boquillas de empalme (32) para el paso de la muestra (diámetro interior 1,5 mm) se proveen de las uniones correspondientes de tuos de goma. Con ello, el refractómetro de Abbe está listo para el servicio de mediciones de paso. En la medición a trasluz, la línea límite indica un valor algo más pequeño para el índice de refracción que con luz reflejada. Este hecho es estipulado por el espesor de la lámina de plástico. Puesto que esta diferencia se presenta también en el ajuste, no se puede producir un error de medición si se mide con el mismo método aplicao también para el ajuste. El ajuste puede comprobarse en todo momento al llenar agua destilada. La cantidad mínima para una medición individual importa unos 0,2 ml. Para la expulsión de un líquido por otro se necesitan 0,5 ml y más. Por lo general se requiere una termorregulación previa de la muestra, pero que puede supri-

mirse si la velocidad de paso importa menos que 0,2 ml/min o si la temperatura de medición se diferencia en menos de 1 grd de la muestra afluyente.

La limpieza del espacio de paso se efectúa por lavado con agua destilada o con el disolvente. En casos difíciles conviene destornillar la parte del prisma de iluminación, con el fin de poder realizar más cómoda la limpieza con un paño de lienzo.

El corte transversal muy pequeño del espacio de paso de 2,5 mm² como máximo posibilita el empleo ventajoso para el análisis de cromatogramas por columnas.

6. Comprobación y ajuste del refractómetro

De vez en cuando, especialmente antes de las mediciones en serie, es preciso comprobar el refractómetro de Abbe respecto a su ajuste correcto. La comprobación y el ajuste se lleva a cabo sea con agua destilada, o bien sea con ayuda de las plaquitas de ajuste entregadas con el aparato y, en ambos casos, se realiza según el procedimiento de medir a trasluz respect. con luz de incidencia rasante.

6.1. Ajuste con agua destilada

Como muestra, echar agua destilada sobre el prisma de medición (párrafo 5.), regular a una temperatura determinada entre 10 °C y 30 °C. Enfocar la línea límite al retículo en el anteojo.

Leer el índice de refracción en el círculo graduado.

Al desviarse este índice de refracción en más de 2 unidades de la cuarta cifra decimal del índice de refracción perteneciente a la temperatura de medición (compárese la tabla de ajuste), entonces hace falta reajustar:

Graduar en el microscopio de lectura el valor prescrito para el índice de refracción a la marca de trazo (p.ej. con 20°C a 1,3330). Poner la llave de vaso hexagonal entregada sobre el tornillo (2 figura 4) y girar hasta tener en el anteojo la línea límite sobre el punto de intersección del retículo.

Quitar la llave otra vez.

Repetir la medición a título de control.

Tabla de ajuste para el refractómetro de Abbe

Líquido de ajuste: Agua destilada entre 10°C y 30°C

Temp. $^{\circ}\text{C}$	n_D	Temp. $^{\circ}\text{C}$	n_D
10	1,3337	20	1,3330
11	1,3336	21	1,3329
12	1,3336	22	1,3328
13	1,3335	23	1,3327
14	1,3335	24	1,3326
15	1,3334	25	1,3325
16	1,3333	26	1,3324
17	1,3332	27	1,3323
18	1,3332	28	1,3322
19	1,3331	29	1,3321
20	1,3330	30	1,3320

6.2. Ajuste con plaquitas de ajuste

Usar un paño blando, limpio y un pincel de pelo fino para limpiar esmeradamente la superficie brillante del prisma de medición y ambas superficies pulimentadas de la plaquita de ajuste. Partículas de polvo han de quitarse con el pin-

cel mencionado. Echar con una delgada varilla de vidrio redondeada sobre el prisma de medición 1 una gota de alfa-bromonaftalina que, después de haberla aplicada, tiene que tener un diámetro de 1 a 2 mm. Poner la plaquita con su gran superficie pulimentada longitudinalmente sobre el medio de la cara del prisma de medición, en lo cual la pequeña superficie pulimentada tiene que estar vuelta hacia el prisma de iluminación y la fuente luminosa. Al apretar la plaquita de ajuste sobre el prisma, se verá la cantidad correcta de alfabromonaftalina en que el líquido se distribuye uniformemente y sin burbujas de aire sobre toda la superficie de la plaquita de ajuste, pero que no sobresalga en ningún punto de los bordes. Si la gota fue demasiado grande, entonces no queda adherida la plaquita sobre el prisma, sino que resbala lentamente. En ello, la capa de líquido forma casi siempre una cuña, cuyo efecto prismático produce en el campo visual una posición incorrecta de la línea límite. Habiendo efectuado la colocación de la plaquita correctamente, se verán en la capa de líquido las franjas de interferencia coloreadas. Estas tienen que correr parejas con el lado longitudinal de la plaquita y lo más anchas posible. Esto se consigue rápidamente mediante una ligera presión sobre la plaquita de ajuste. Después de la reflexión en la montura metálica del prisma de iluminación entra la luz en el objeto en dirección de la flecha dibujada en la figura 7. Puesto que en el campo visual del anteojo pueden presentarse también otras franjas perturbadoras de la imagen de la línea límite, se pone sobre la superficie del prisma de iluminación un trozo de papel blanco mate.

Repetir la medición varias veces, quitar cada vez la plaquita, limpiar y ponerla según la prescripción arriba indicada sobre el prisma igualmente bien limpiado y desempolvorado.

Comparar el promedio de los valores de medición con el valor de n_D grabado sobre la plaquita de ajuste. Para desviaciones superiores a 2 unidades de la cuarta cifra decimal hace falta reajustar tal como se describe bajo 6.1.

7. Termorregulación

El refractómetro de Abbe se ha previsto para un margen de temperatura de 0 °C hasta + 75 °C. Pero, sin daño se puede medir aún a + 100 °C si se quita el termómetro para cerrar la abertura con una junta de goma.

La observación exacta de la temperatura de medición a mejor que 0,2 grd es necesario, puesto que el índice de refracción de los líquidos depende mucho de la temperatura. El coeficiente de temperatura (variación del índice de refracción por cada 1 grd) importa p.ej. para agua 0,9, para glicol etilénico 2,6 y para yoduro de etilo 6,9 unidades de la cuarta cifra decimal.

Para la termorregulación del refractómetro de Abbe sirve muy bien el ultratermostato tipo U 1 que suministra, con un manejo cómodo y seguro método de trabajo, una muy buena constancia de temperatura de la corriente de agua. De líquido para la regulación de la temperatura sirve agua destilada respect. para temperaturas más elevadas glicerina pura.

Las boquillas de entrada y de salida del termostato se unen con el refractómetro por medio de tubos de goma. En el refractómetro, los prismas de medición y de iluminación tienen que estar unidos tal como lo muestra la figura 4. La temperatura se lee en el termómetro del refractómetro y, en caso dado, se regula por giro del tambor graduador en el termómetro de contacto.

Cada termostato va acompañado de unas instrucciones detalladas para el uso.

8. Cuerpo de prismas

8.1. Cambio del cuerpo de prismas

El cuerpo de prismas normal del refractómetro de Abbe puede cambiarse por el usuario en todo momento por otro nuevo o por un cuerpo de prismas de paso. Para cada cuerpo de prismas recién colocado debe coincidir la marcación aplicada al prisma de medición, p.ej. "F4", con la de la escala del refractómetro. Para desenroscar el cuerpo de prismas adaptar la llave (46 figura 9) al anillo de racor (45) y girar en el sentido de las agujas del reloj. La adaptación del cuerpo de prismas se hace como sigue:
Colocar la arandela intermedia (44); su escotadura (43) debe encontrarse, en ello, sobre la ranura de la pieza receptora.

Adaptar el cuerpo de prismas (41) de manera que la corta clavija de gufa (42) entre en la escotadura (43); en ello, apretarle convenientemente. Enroscar el anillo de racor (45) primeramente a mano y, después, afianzar con ayuda de la llave (46).

A continuación ajustar el aparato conforme al párrafo 6. de estas instrucciones.

Cuerpos de prismas normales, de repuesto, se entregan sin portaespejo y sin espejo (47), puesto que estos elementos ya pertenecen al equipo fundamental del aparato. El cambio del portador es muy fácil al soltar el tornillo de sujeción. En el pedido posterior de un cuerpo de prismas es menester indicarnos la marcación en la escala, p.ej. "F4".

8.2. Mantenimiento del cuerpo de prismas

Como ya hemos mencionado, es necesario limpiar y secar esmeradamente las superficies exteriores del cuerpo de prismas después de cada medición. Jugos solubles en agua se quitan, por de pronto, con una esponja húmeda que, después, ha de limpiarse en agua para su próximo empleo.

Caso de haber examinado sustancias oleosas, es menester limpiar las superficies de los prismas con un disolvente apropiado (bencina, éter).

Hay que fijarse en que el agente limpiador tenga casi la misma temperatura que el prisma. Fuertes fluctuaciones de temperatura pueden originar rajadas en la masilla que se desprende para caer fuera de su montura.

Después de las mediciones en serie hay que limpiar todo el aparato esmeradamente. Durante prolongadas pausas de trabajo es preciso tapar el aparato con una funda protectora contra el polvo.

9. Exámenes especiales

9.1. Determinación de la sustancia seca

La determinación del contenido en sustancia seca se efectúa con el refractómetro de abbe con preferencia en jugos de frutas y verduras, conservas de tomates, limonadas efervescentes (gaseosas) y en otros productos alimenticios.

La escala de sustancia seca está dividida según la escala de azúcar internacional de 1966 [5]. Esta indica el contenido en sustancia seca, es decir en el componente desprovisto de agua de un producto, con exactitud solamente en soluciones de azúcar puras. En la mayoría de los casos, la sustancia seca contiene, además del componente principal azúcar, todavía sustancias no sacaríferas solubles en agua que, análogamente al azúcar, surten efecto sobre el índice

de refracción, así como también otros componentes no solubles.

Lo "insoluble", que importa p.ej. en mermeladas por término medio 2 por ciento de toda la sustancia seca, no puede determinarse por la medición refractométrica. En cada caso, las sustancias no sacaríferas disueltas surten más o menos efecto - según la naturaleza del producto examinado - sobre el índice de refracción, de manera que el refractómetro indica todo el "extracto soluble en agua" (azúcar y sustancias no sacaríferas disueltas) como sustancia seca.

Para determinaciones muy precisas de toda la sustancia seca es necesario determinar una vez la diferencia entre la indicación refractométrica y el verdadero contenido en sustancia seca del producto respectivo, determinado por evaporación y pesada, para tomarla en cuenta en todas las mediciones posteriores. La escala de sustancia seca vale para mediciones a 20 °C. Para otras temperaturas entre 10 °C y 30 °C ha de corregirse el número del porcentaje leído según la siguiente tabla de corrección.

Tabla internacional para corregir la temperatura, referida a 20 °C

Temperatura (°C)	Contenido de sustancia seca en %														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
	Del por ciento en sustancia seca de descuento														
10	0,50	0,54	0,58	0,61	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,73	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79
11	0,46	0,49	0,53	0,55	0,58	0,60	0,62	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
12	0,42	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,61	0,63	0,63
13	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,54	0,55	0,55
14	0,33	0,35	0,37	0,39	0,40	0,41	0,42	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,48
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08

Al por ciento en sustancia seca se anade

21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64
29	0,64	0,66	0,68	0,69	0,71	0,72	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81

Ejemplo: Con 25 °C se lee Corrección

52 % de sustancia seca
0,40 %

Contenido porcentual corregido

52,40 % de sustancia seca

9.2. Examen de aceites y grasas alimenticios

En los molinos para semillas oleaginosas se determina el contenido en grasa de las semillas oleaginosas según el método de Leithe, separando la grasa con monobromonaftalina. En nuestras instrucciones (folleto no. 32-A110-4) se ha descrito este método detalladamente. Al mismo tiempo se indican en este folleto tablas para las siguientes clases de semillas:

Linaza, soya, helianto, lupino, adormidera, sésamo, algodón, calabaza, haya, colza nabina, cacahuete (maní), copra, pepitas de palma. Según el mismo método de Leithe se puede determinar el contenido en grasa de la leche y en productos lácteos.

Otros exámenes en aceites y grasas, p.ej. por medio de la refractometría de fases múltiples según Kaufmann y Thieme se efectúan frecuentemente con el refractómetro para productos alimenticios. Con su margen de medición hasta de $n_D = 1,54$ es suficiente, mientras no se utilicen disolventes de alta refracción. Respecto a ello remitimos a nuestro folleto no. 32-G155b-4, págs. 16 a 22. Concerniente a todo el sector de la determinación de grasas remitimos a la compilación correspondiente editada por Kaufmann [6].

9.3. Determinación de la dispersión

Del índice de refracción n_D y del número del tambor z se puede determinar la dispersión media $n_F - n_C$ y el número de Abbe V . Generalmente se usa para este fin la tabla de dispersión 32-T110-4 entregada con cada aparato. Esta contiene los valores A , B y δ , de los cuales se puede calcular la dispersión media según la fórmula $n_F - n_C = A + B \delta$. En el empleo de la tabla hay que tener en cuenta que la marcación en la cabeza, p.ej. "F4", debe coincidir con la

marcación en el círculo graduado de cristal del refractómetro.

Para evitar con la tabla el engorroso método de cálculo, se usa el nomograma de dispersión - ante todo para análisis rutinarios. Este se compone de cinco escaleras para los números de tambor "z", los índices de refracción " n_D para $n_F - n_C$ " y " n_D para γ " (numerados de rojo), los números de dispersión " $n_F - n_C$ " y, por último, los números de abbe " γ " (numerados de rojo). Al unir los valores leídos en las escaleras "z" y " n_D para $n_F - n_C$ ", se encuentra la dispersión " $n_F - n_C$ ". Uniendo "z" y " n_D para γ ", se encuentra " γ ". La determinación de la dispersión es de importancia particular para el análisis y la determinación de pureza de sustancias orgánicas [4, 7].

9.4. Determinación de la refracción específica

La refracción específica está definida por la expresión de Lorentz-Lorenz:

$$r = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{1}{d}$$

De ello se ha derivado la molrefracción $R = rM$ (n = índice de refracción, d = densidad, M = peso molecular).

La refracción específica r , con ello, también la molrefracción de una sustancia, es ampliamente independiente de la temperatura e inclusive del estado de agregación. Es decir, ella es una constante de la sustancia y tiene, como tal, gran importancia para las determinaciones de constitución en la química macromolecular y en sectores afines. Además, la refracción específica y la molrefracción se emplean ventajosamente para determinaciones de concentración de mezclas de líquidos, puesto que se cambian linealmente con la concentración, lo cual no es válido para el índice de refracción ni la densidad [4, 7, 8, 9].

Con el objeto de evitar los engorrosos cálculos en la determinación rutinaria de r respect. R , es recomendable usar el nomograma (figura 10), con el cual se puede leer directamente, en una tercera escalera, el valor r de los valores medidos de n y d por la aplicación correspondiente de una regla. El nomograma está dividido en dos márgenes para r de 0,10 a 0,24 (hoja izquierda) y de 0,23 a 0,37 (hoja derecha).

Ejemplo: Para agua a 20 °C es $n_D = 1,333$ y $d = 0,998$, de lo cual resulta $r = 0,2060$.

10. Bibliografía

- [1] Löwe, F.: Optische Messungen des Chemikers und des Mediziners.
6. Aufl. Dresden und Leipzig: Steinkopff
1954.
- [2] Joffe, B. W.: Refraktometrische Methoden der Chemie (en ruso). 2. Aufl. Leningrad 1974.
400 Seiten, ca. 1200 Zitate.
- [3] Richter, J., Kny, L. und Gerecke, K.: Photometrie und Refraktometrie. Akademie-Verl. Berlin 1967 (enthält Eichkurven für pharmazeutisch wichtige Stoffe).
- [4] Lüdde, K. H.: Anwendungsmöglichkeiten der Relativanalyse in einem modernen Arzneibuch. Pharmazie 19, 1964, S. 310 - 319 (267 Zitate).
- [5] ICOMSA-Bericht, 14. Session, Kopenhagen 1966.
- [6] Kaufmann, H. P.: Analyse der Fette und Fettprodukte. Springer-Verl. Berlin 1958, 1806 Seiten.
- [7] Gordijenko, A.: Löslichkeit und Erkennung makromolekularer Stoffe.
Chem. Techn. 4 (1952) S. 34 und 89.

- [8] Teubel, J., Rösner, H. und Leschner, O.:
 Beitrag zur physikalisch-chemischen Untersuchung von
 technischen Chlorparaffinen, Chem. Techn. 14 (1962)
 320 - 323.
- [9] Triess, K. und Heinze, G.: Beiträge zur Gewinnung und
 Charakterisierung von Erdölprodukten.
 Chem. Technik, 17 H. 6, 1965, S. 350 - 354.

Explicaciones de las figuras

Figura 1.- Margen de medición

- a) medición a trasluz con prisma de iluminación
- b) medición en luz reflejada con prisma de
iluminación
- c) medición a trasluz
- d) Medición en luz reflejada

Figura 2.- Campo visual en el microscopio de lectura

Figura 3.- Campo visual en el anteojo de enfoque

Figura 4.- Refractómetro de abbe

- 1 Anteojo
- 2 Tornillo de ajuste
- 3 Círculo graduado para mediciones de dispersión
- 4 Botón de accionamiento para el compensador
- 5 Anillo de racor para el termómetro
- 6 Termómetro
- 7 Cuerpo de prismas
- 8 Mango para abrir el cuerpo de prismas
- 9 Espejo de iluminación para el prisma de medi-
ción
- 10 Botón de accionamiento para girar el prisma
- 11 Espejo de iluminación para la escala
- 12 Microscopio de lectura

Figura 5.- Examen de cuerpos sólidos y plásticos
 (medición en luz reflejada)

Figura 6.- Prisma de paso, desmontado

- 21 Partedel prisma de medición
- 22 Laminilla de plástico
- 23 Parte del prisma de iluminación
- 24 Tornillos
- 25 anillo de junta

Figura 7.- Ajuste con la plaquita de ajuste

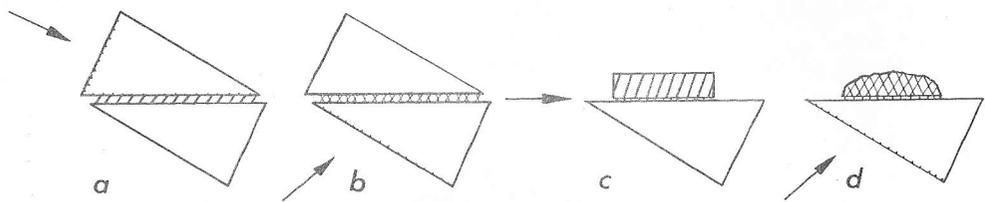
Figura 8.- Refractómetro de abbe con prisma de paso

- 31 Portalámpara
- 32 Boquillasde empalme para el paso de la
muestra
- 33 Tapa diafragmática

Figura 9.- Cambio del cuerpo de prismas

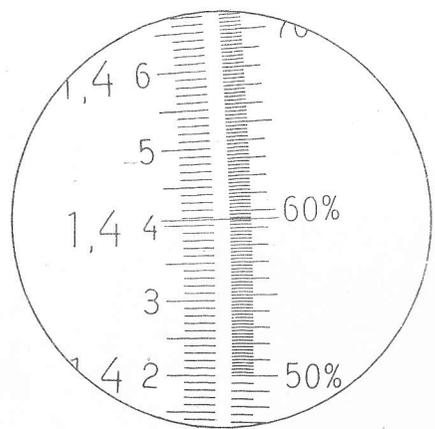
- 41 Cuerpo de prismas
- 42 Clavija de guía
- 43 Escotadura de la arandela
- 44 arandela
- 45 anillo de racor
- 46 llave
- 47 Espejo

Figura 10.- Nomograma para determinar la refracción
 específica

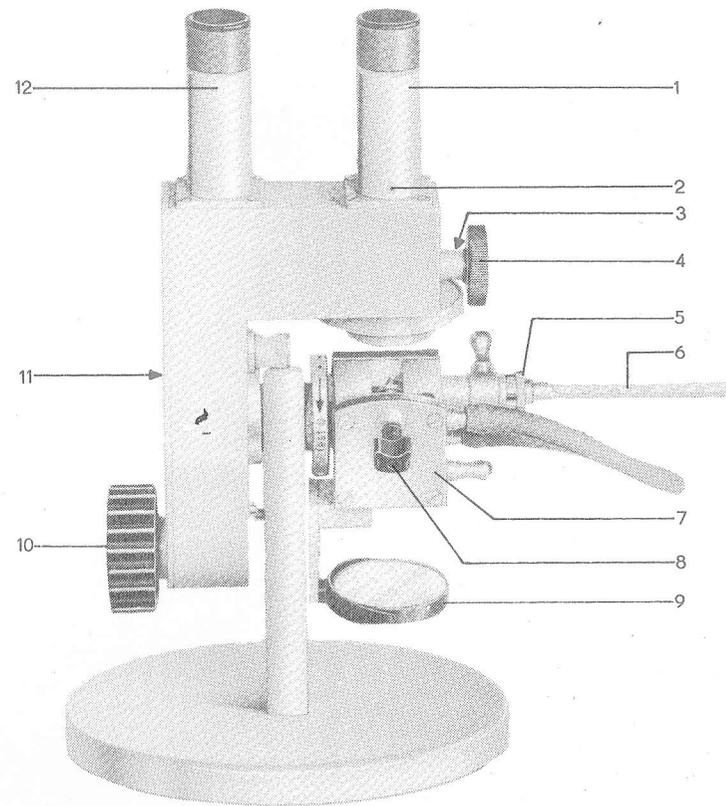
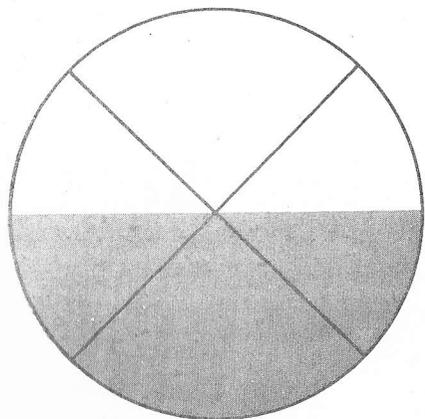


1

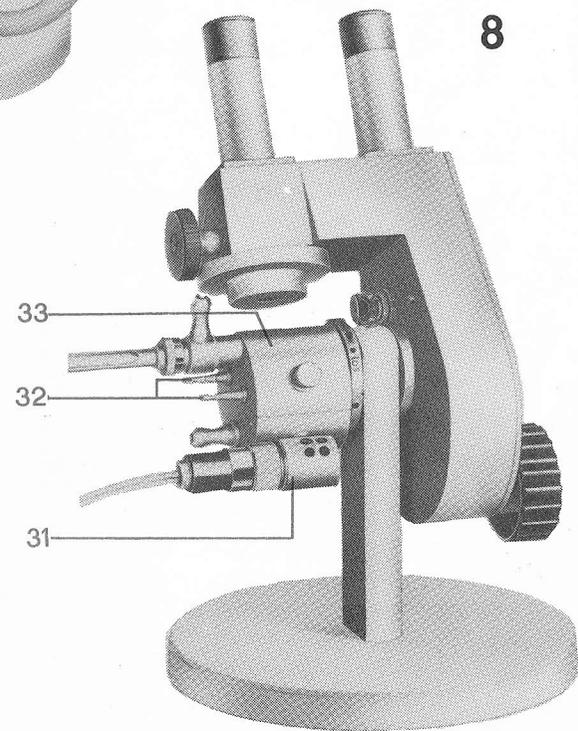
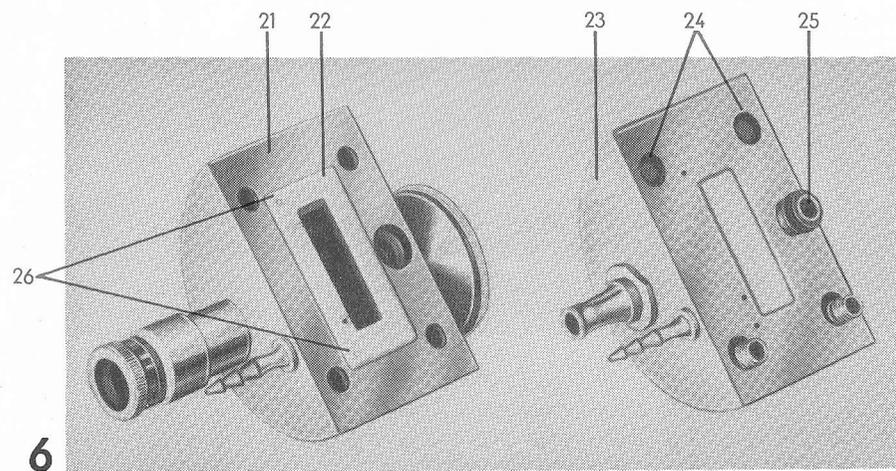
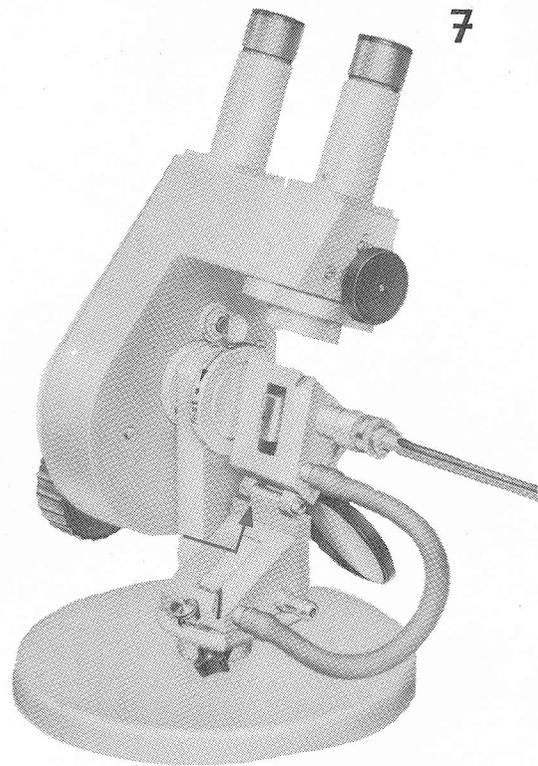
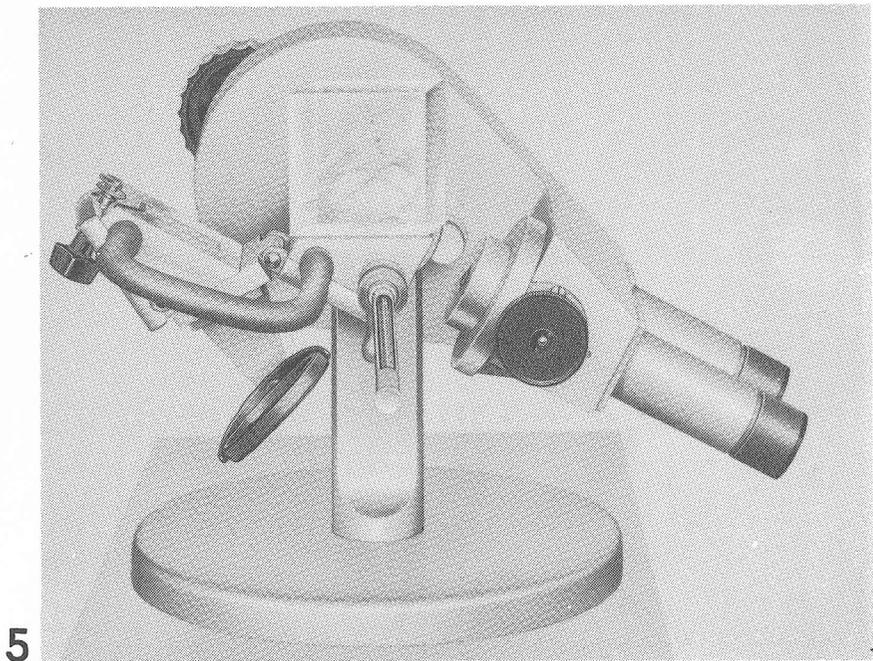
2

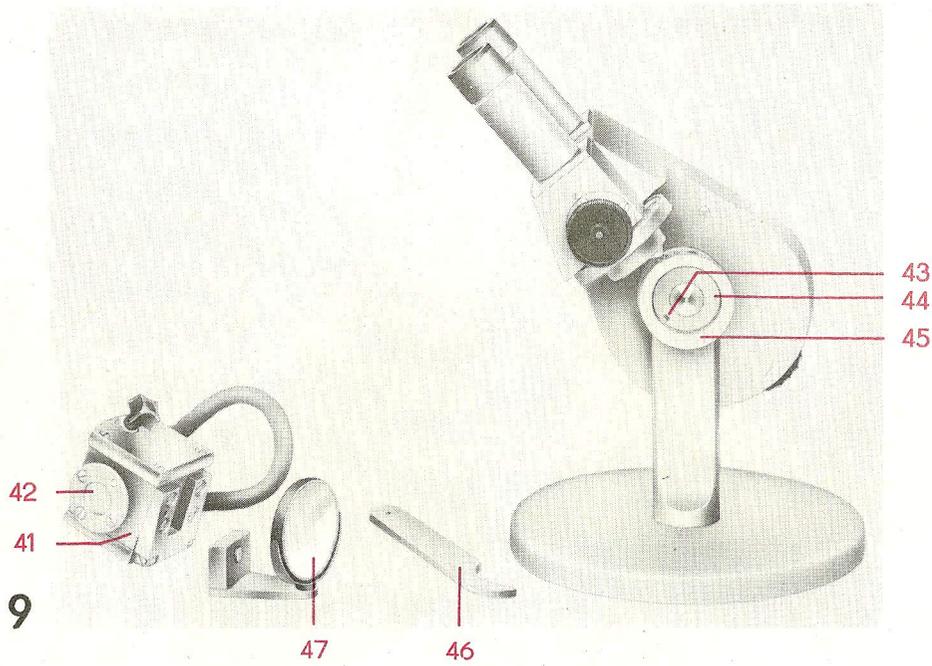


3

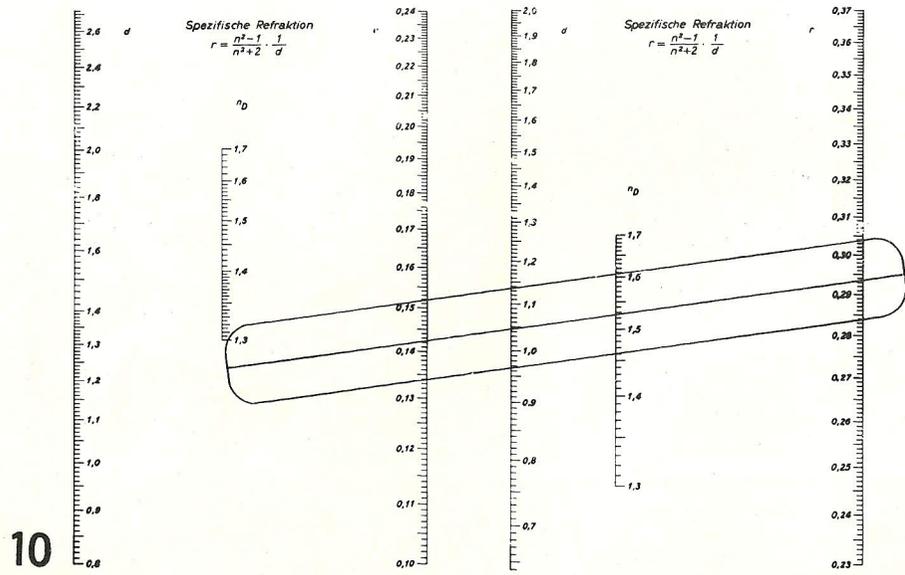


4





9



Dispersionstafel " F 8 "

zum Abbe-Refraktometer

(Berechnung nach der Formel $n_F - n_C = A + B\sigma$)

Für alle an der Teilung des Kompensators abgelesenen Werte z kleiner als 30 ist der aus der Tabelle entnommene Wert für σ mit dem positiven Vorzeichen zu versehen. Für z größer als 30 ist σ negativ zu entnehmen. Beispiele umstehend.

n_D	A	Diff. in 10^{-5}	B	Diff. in 10^{-5}	z	σ	Diff. in 10^{-3}	z
1,30	0,02454	- 5	0,03183	- 14	0	1,000	1	60
1,31	0,02449	- 5	0,03169	- 13	1	0,999	4	59
1,32	0,02444	- 6	0,03154	- 16	2	0,995	7	58
1,33	0,02438	- 5	0,03138	- 19	3	0,988	10	57
1,34	0,02433	- 4	0,03119	- 19	4	0,978	12	56
1,35	0,02429	- 5	0,03100	- 22	5	0,966	15	55
1,36	0,02424	- 5	0,03078	- 23	6	0,951	17	54
1,37	0,02419	- 4	0,03055	- 24	7	0,934	20	53
1,38	0,02415	- 4	0,03031	- 26	8	0,914	23	52
1,39	0,02411	- 4	0,03005	- 28	9	0,891	25	51
1,40	0,02407	- 4	0,02977	- 29	10	0,866	27	50
1,41	0,02403	- 4	0,02948	- 31	11	0,839	30	49
1,42	0,02399	- 3	0,02917	- 33	12	0,809	32	48
1,43	0,02396	- 3	0,02884	- 34	13	0,777	34	47
1,44	0,02393	- 3	0,02850	- 36	14	0,743	36	46
1,45	0,02390	- 3	0,02814	- 38	15	0,707	38	45
1,46	0,02387	- 3	0,02776	- 40	16	0,669	40	44
1,47	0,02384	- 2	0,02736	- 42	17	0,629	41	43
1,48	0,02382	- 2	0,02694	- 44	18	0,588	43	42
1,49	0,02380	- 2	0,02650	- 45	19	0,545	45	41
1,50	0,02378	- 1	0,02605	- 48	20	0,500	46	40
1,51	0,02377	- 1	0,02557	- 50	21	0,454	47	39
1,52	0,02376	- 1	0,02507	- 52	22	0,407	49	38
1,53	0,02375	- 1	0,02455	- 55	23	0,358	49	37
1,54	0,02374	0	0,02400	- 57	24	0,309	49	36
1,55	0,02374	0	0,02343	- 60	25	0,259	50	35
1,56	0,02374	+ 1	0,02283	- 62	26	0,208	51	34
1,57	0,02375	+ 1	0,02221	- 65	27	0,156	52	33
1,58	0,02376	+ 1	0,02156	- 69	28	0,104	52	32
1,59	0,02377	+ 2	0,02087	- 71	29	0,052	52	31
1,60	0,02379	+ 3	0,02015	- 76	30	0,000	52	30
1,61	0,02382	+ 3	0,01940	- 79	Konstanten: $\alpha = 63^{\circ} 5,7'$ $2K = 177,6'$ $N_D = 1,73916$ $N_F - N_C = 0,02662$			
1,62	0,02385	+ 4	0,01861	- 83				
1,63	0,02389	+ 5	0,01778	- 89				
1,64	0,02394	+ 6	0,01689	- 93				
1,65	0,02400	+ 7	0,01596	-100				
1,66	0,02407	+ 9	0,01496	-107				
1,67	0,02416	+10	0,01389	-115				
1,68	0,02426	+13	0,01274	-125				
1,69	0,02439	+15	0,01149	-138				
1,70	0,02454		0,01011					

Beispiele zur Dispersionsermittlung

(nach der Formel $n_F - n_C = A + B$)

Man bestimmt zunächst die Brechnungszahl n_D aus 5 Glaskreis-einstellungen. Mit dem Kompensator, dessen Teilung nach 2 Seiten von 0 bis 60 beziffert ist, wird durch Drehen nach der einen und nach der anderen Seite die Trennungslinie mehrmals farblos eingestellt. Zu dem Mittelwert z von je fünf auf jeder Seite erhaltenen Ablesungen entnimmt man den zugehörigen Wert δ mit dem richtigen Vorzeichen aus der Tabelle, danach die zu dem ermittelten n_D gehörenden Werte A und B unter Berücksichtigung der Interpolationswerte. Die Dispersion $n_F - n_C$ errechnet sich am einfachsten nach dem unten angegebenen Schema. Häufig benutzt man auch die Abbesche Zahl

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

Um die etwas umständliche Rechenarbeit zu vermeiden, empfehlen wir die Verwendung unseres Dispersions-Nomogramms (Bestellnummer 320043 A), aus dem $n_F - n_C$ und γ ohne Schwierigkeiten abgelesen werden können.

Beispiel I

Wasser bei 20 °C

Glaskreisablesung:

$n_D^{20} = 1,3330$

Kompensatorablesungen:

I.Seite	II.Seite
z = 42,1	41,9
42,2	41,8
42,0	42,0
42,1	41,9
42,2	41,8

Mittel 42,12 | Mittel 41,88

Gemeinsames Mittel z = 42,00

B = 0,03132
 $\delta = -0,588$

B · $\delta = -0,01842$
A = 0,02436

$n_F - n_C = A + B \cdot \delta = 0,00594$

$\gamma = \frac{0,3330}{0,00594} = 56,1$

Beispiel II

Monobromnaphthalin bei 20 °C

Glaskreisablesung:

$n_D^{20} = 1,6572$

Kompensatorablesungen:

I. Seite	II. Seite
z = 19,3	19,4
19,2	19,5
19,3	19,6
19,4	19,6
19,2	19,5

Mittel 19,28 | Mittel 19,52

Gemeinsames Mittel z = 19,40

B = 0,01524
 $\delta = 0,527$

B · $\delta = 0,00803$
A = 0,02405

$n_F - n_C = A + B \cdot \delta = 0,03208$

$\gamma = \frac{0,6572}{0,03208} = 20,5$