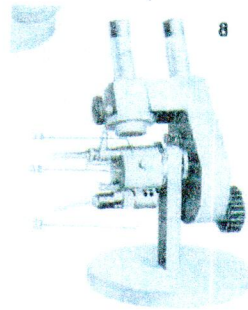


## NOTA EXPERIMENTAL 10 REFRATOMETRIA ( Abbe e Pulfrich)

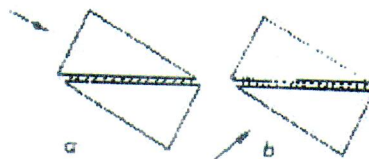
por: Antonio Carlos da Costa



### A - REFRAATÔMETRO DE ABBE

#### 01 - Princípio de medição

No refratômetro de Abbe se mede o ângulo limite da reflexão total, sendo que é possível se distinguir dois métodos de medição: um por transmissão onde a luz incide razante, e outro por reflexão através da reflexão total (fig.10.1).



- a) Medida por transmissão com prisma de iluminação  
b) Medida por luz refletida com prisma de iluminação



- c) Medida por transmissão  
d) Medida com luz refletida

Fig.10.1 métodos de medição

Os principais componentes do refratômetro de Abbe são o prisma de medição, que trabalha em uma faixa de índice (para o equipamento do laboratório  $1,300 < n_D < 1,700$ ), a objetiva de focalização, e o círculo graduado de cristal com microscópio de leitura.

O prisma de medição está montado em um sistema que pode girar em torno de um eixo horizontal, juntamente com o prisma de iluminação. As bases dos dois prismas (medida e iluminação) formam um espaço pequeno para receber a amostra, e estão presos por uma dobradiça que permite um movimento de abertura.

O bloco de prismas possui terminais para conexão de água termorregulada para garantia da estabilidade da temperatura do sistema, assim como um

termômetro acoplado a esse corpo para acompanhamento da temperatura. Juntos a esse bloco estão também dois espelhos, um para iluminação da escala, que deve ser ajustado toda vez que o conjunto for deslocado, podendo ser substituído por uma lâmpada para iluminação do sistema, e o outro para refletir a luz do Na para o interior do prisma (Linha D do sódio com  $\lambda = 589.29 \text{ nm}$  - no centro das duas linhas).

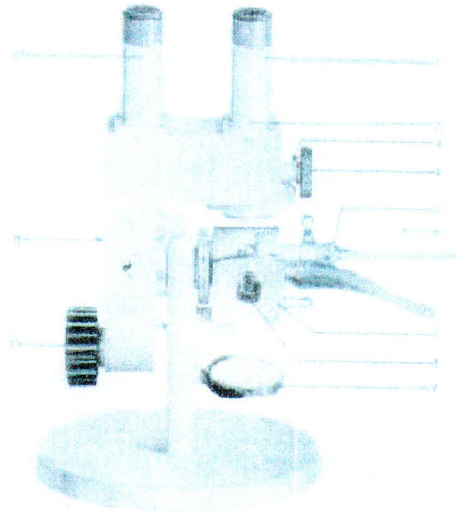


Fig.10.2 Refratômetro de Abbe

Com a ocular de focalização (1) se observa a linha limite entre uma parte clara e outra escura. O botão compensador (4) serve para eliminar a franja colorida da linha limite, e a escala (3) serve para a medida da dispersão média  $n_F - n_C$  respectiva ao número de Abbe. O anel graduado possui 2 escalas com divisões de 0 a 60.

Para a medição do índice de refração, se gira o corpo de prismas com o botão de acionamento (10), até ter a linha limite exatamente no ponto de intersecção do retículo na ocular

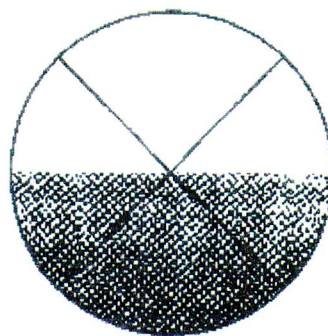


Fig.10.3 Campo visual da ocular

O microscópio de leitura (12) que está ao lado da ocular de focalização, indica diretamente o valor do índice medido, sobre o círculo graduado de cristal que está acoplado com o corpo dos prismas.

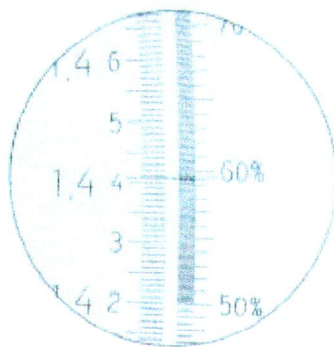


Fig. 10.4 Campo visual do microscópio de leitura

O refratômetro descança sobre uma coluna e pode girar-se ao redor de um eixo horizontal para as distintas posições de uso. O círculo graduado possui duas divisões, uma para índice de refração e a outra para porcentagens de açúcar (substância sêca).

### 02 - Tipos de medidas

a) Na medida por transmissão, a luz passa através da amostra sobre a face medidora do prisma de medição. Parte da luz que incide rasante chega a refletir-se abaixo do ângulo limite da reflexão total e se observa na ocular como uma linha limite entre o campo claro e escuro.

A incidência rasante no prisma de medição se consegue de duas maneiras diferentes, no primeiro se usa o prisma de iluminação (fig.10.1a) cuja base inferior deixa incidir a luz em todas as direções, inclusive de forma rasante sobre a face medidora (útil na medição de líquidos), e o segundo caso se deixa incidir luz sem o prisma de iluminação (fig.10.1c) sobre a face medidora (útil na medição de sólidos).

b) Na medida por reflexão, a luz entra diretamente sobre o prisma de medição (fig.10.1b, e fig.10.1d). Na superfície de contato entre prisma de medição e amostra, há reflexão de luz e esta se mostra na ocular como um campo claro. O contraste entre campo claro e escuro não é tão grande como no caso da medida por transmissão, além da inversão de posição entre claro e escuro.

c) Se o índice de refração depende do comprimento de onda da luz com que se esta medindo, a linha limite possui em geral uma franja de cores. Esta se elimina com a ajuda de um prisma com a máxima dispersão determinada, porém que é de visão direta para a luz amarela do Sódio. Ambos os prismas podem girar simultaneamente porem em sentido inverso, ao redor do eixo óptico, possibilitando assim uma compensação da dispersão gradual da amostra. A posição do compensador depois de ser lida, pode ser convertida em valores de dispersão através de uma tabela.

Para operação, o refratômetro deve estar bem apoiado e com um sistema de elevação para ajustar-se à fonte de luz.

Para garantia das medidas, introduzir o termômetro no bloco dos prismas para acompanhamento da temperatura e calibração.

Ajustar o espelho para iluminar uniformemente o disco graduado de cristal, para permitir uma boa observação da escala.

### 03 - Medida de líquidos

Girar a trava do prisma (8 fig.10.2) para a esquerda até que seja possível

abrir o conjunto do corpo dos prismas. Incliná-lo a parte superior do aparelho até que a superfície do prisma de medição fique na posição horizontal.

Limpar e secar esmeradamente as superfícies dos dois prismas e também das molduras metálicas usando um lenço de papel com um pouco de água destilada ou éter.

Com um bastão de vidro depositar 2 ou 3 gotas do líquido a ser medido na superfície do prisma de medição. Com o máximo de cuidado fechar o bloco movendo para isso o prisma de iluminação até poder trava-lo novamente. Evite deixar bolhas no líquido uma vez que elas reduzem o contraste da linha limite.

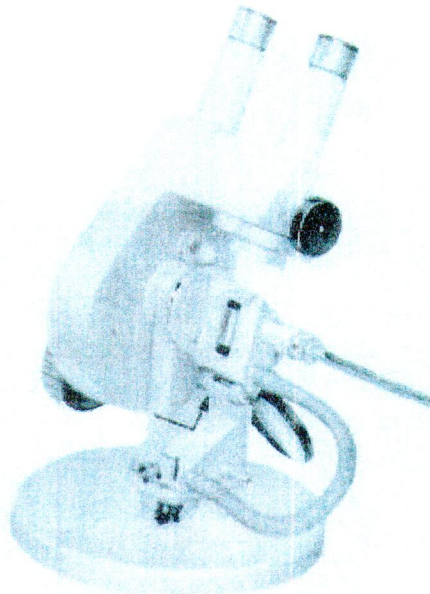


Fig.10.5 Posição de trabalho do refratômetro

Aguardar uns minutos até o líquido entrar em equilíbrio térmico com o conjunto dos prismas. Colocar o aparelho na posição de uso (fig. 10.5).

Posicionar a fonte de luz (Na), para que através do espelho (9 fig.10.2) seja possível iluminar a abertura inferior do prisma de iluminação.

Procurar lentamente na ocular a linha de separação, variando o ângulo de incidência através do botão de acionamento (10 fig.10.2), Se houver franjas coloridas fazelas desaparecer através do botão 4 da fig.10.2.

Com a linha de separação nítida, é possível posicionar-se a linha de separação exatamente no ponto de intersecção do retículo.

O procedimento para abertura é inclinar novamente o equipamento a metade do curso, abrir o bloco de prismas através da trava, e efetuar a limpeza das superfícies dos prismas.

O bloco dos prismas é construído de metal cromado, o que permite seu uso em materiais ácidos desde que o tempo de contato da substância com o equipamento seja o menor possível.

Para medida de líquidos coloridos se for usado o mesmo procedimento, seguramente o resultado será incorreto, então usa-se a luz refletida. Para tal retira-se a tampa redonda inferior no corpo do prisma de medição, para que a luz entre somente por ele, usar sempre o espelho (9 fig.10.2) para iluminar a amostra.

#### 04 - Medida de sólidos

Corpos sólidos bem transparentes, podem ser medidos em muitos casos com luz incidente rasante. Para tal é necessário que o corpo a ser medido possua O2

faces polidas com ângulo entre elas  $\geq 90^\circ$ , com uma aresta viva. Uma das faces polidas fica apoiada no prisma de medição e a outra será usada para a entrada de luz (fig.10.1c).

A camada de ar entre a peça e o prisma de medição, deve ser eliminada empregando um líquido para contato com índice de refração superior ao da amostra (Na maioria dos casos usa-se o alfabromonaftalina com  $n_D = 1.65$ ).

É importante observar que nos corpos sólidos (exceção dos plásticos) o índice de refração não varia tanto como nos líquidos.

Normalmente a medida de sólidos se faz com luz rasante, porém se a amostra for pouco translúcida, colorida ou ainda não for possível deixar uma quina viva entre as duas superfícies, então a única possibilidade é medir através da luz refletida.

Neste método só uma superfície polida do tamanho do prisma de medição é necessária, e a configuração do aparelho é como na fig.10.6 (Superfície do prisma de medição na posição horizontal).

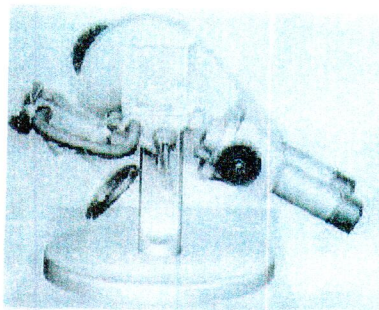


Fig.10.6 Posição para medida de sólidos e plásticos .

### 05 - Calibração

Normalmente antes de iniciar as medidas, é preciso verificar se o ajuste do refratômetro esta correto, comprovação esta que pode ser feita usando-se água destilada a temperatura conhecida, ou medindo-se a plaqueta padrão fornecida com o equipamento, cujo índice também é conhecido.

T,°C	nD	T,°C	nD
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

a) Ajuste com água destilada - Depositar algumas gotas de água sobre o prisma de medição, fechar o bloco e localizar na ocular a linha de separação - fazer a leitura no termômetro e na escala do refratômetro e comparar com a tabela anterior.

No caso de diferença acentuada, ajustar a leitura do equipamento com a tabela e depois com o pino de correção ajustar a linha de separação na ocular.

b) Ajuste com a placa de calibração - Usando um pano bem limpo ou um lenço de papel limpar esmeradamente a superfície do prisma de medição e ambas as superfícies polidas da plaqueta. Colocar uma gota do líquido de acoplamento sobre o prisma de medição e comprimir a plaqueta para remover todas as bolhas de ar.

Se a quantidade de alfabromonaftalina foi grande, deveremos retirar o excesso com um papel absorvente, para evitar que o líquido forme uma cunha entre os dois vidros, cujo efeito prismático produz no campo visual uma posição incorreta da linha limite.

A plaqueta quando colocada corretamente, produz franjas de interferência paralelas às laterais da plaqueta nos dando assim a certeza do perfeito assentamento.

Novamente no caso da leitura não corresponder ao valor anotado na plaqueta, fazer a correção com o pino apropriado.

#### 06 - Determinação da dispersão

Depois de medido o índice  $n_D$  e o número do tambor  $z$ , é possível determinar-se a dispersão média  $n_F - n_C$  e o número de Abbe  $n$ , para isso é necessário uma tabela que fornece os valores de  $A$ ,  $B$ , e  $s$  para depois calcularmos através da equação  $n_F - n_C = A + B s$ . Observar que cada tabela corresponde a um bloco de prismas do refratômetro. A Tabela a seguir é dada para o bloco "F8". Exemplo Um vidro possui um índice  $n_D$  de 1,6572, o número  $z$  observado é 19,40, logo os fatores da tabela são:  $A = 0,02405$   $B = 0,01524$  e  $s = 0,527$ . Os valores de  $A$  e  $B$  foram interpolados, e o de  $z$  por ser menor que 30 é positivo ( se fosse maior que 30 seria negativo):

$$n_F - n_C = A + B s = 0,02405 + 0,01524 \times 0,527 = 0,03208$$

logo

$$n = n_D - 1 / n_F - n_C \Rightarrow n = 0,6572 / 0,03208 = 20,5$$

TABELA PARA CÁLCULO DA DISPERSÃO

Os valores de entrada que não forem exatos deverão ser interpolados. Assumir o valor de  $z$  positivo se ele for menor que 30 e negativo se maior.

F <sub>5</sub>	A	DIFF. IC <sup>2</sup>	B	DIFF. IC <sup>2</sup>	E	A'	QUILIB. 10-3	γ
1,20	0,02466		0,02182	-14	U	1,000	2	56
1,31	0,02440		0,02160	-13	1	0,007	4	50
1,39	0,02438		0,02154	-16	2	0,003	7	50
1,34	0,02439		0,02130	-18	3	0,008	10	57
1,25	0,02429		0,02120	-19	4	0,012	12	53
1,38	0,02434		0,02100	-22	5	0,017	16	51
1,37	0,02410		0,02078	-23	6	0,023	18	52
1,33	0,02417		0,02060	-24	7	0,034	17	54
1,39	0,02411		0,02038	-26	8	0,044	20	52
1,29	0,02407		0,02020	-20	9	0,051	23	51
1,41	0,02382		0,02048	-29	10	0,055	27	50
1,42	0,02355		0,02017	-31	11	0,030	30	49
1,43	0,02350		0,02000	-33	12	0,000	30	49
1,44	0,02351		0,02120	-34	13	0,007	32	47
1,45	0,02350		0,02114	-35	14	0,012	34	47
1,45	0,02350		0,02178	-36	15	0,017	36	46
1,47	0,02350		0,02120	-40	16	0,023	38	46
1,40	0,02308		0,02060	-42	17	0,028	40	44
1,48	0,02350		0,02057	-44	18	0,034	41	43
1,50	0,02378		0,02000	-45	19	0,040	42	41
1,50	0,02307		0,02040	-48	20	0,020	44	40
1,52	0,02370		0,02000	-50	21	0,030	47	39
1,63	0,02376		0,02058	-57	22	0,040	47	39
1,64	0,02350		0,02000	-58	23	0,030	49	39
1,55	0,02374		0,02048	-67	24	0,040	49	38
1,56	0,02374		0,02020	-68	25	0,040	50	38
1,57	0,02370		0,02020	-68	26	0,050	51	38
1,58	0,02378		0,02107	-68	27	0,050	52	34
1,59	0,02377		0,02067	-68	28	0,050	52	33
1,60	0,02370		0,02030	-73	29	0,050	52	31
1,61	0,02302		0,01940	-76	30	0,050	51	31
1,62	0,02383		0,01963	-78	31	0,050	51	31
1,63	0,02389		0,01778	-88	32	0,050	51	31
1,74	0,02334		0,01987	-88	33	0,050	51	31
1,80	0,02400		0,02000	-100	34	0,050	51	31
1,85	0,02400		0,02000	-107	35	0,050	51	31
1,87	0,02410		0,02000	-111	36	0,050	51	31
1,88	0,02425		0,02170	-120	37	0,050	51	31
1,93	0,02434		0,02140	-128	38	0,050	51	31
1,94	0,02452		0,02110	-138	39	0,050	51	31

Tabela 10.1 p/ calculo da dispersão

**\*Especificações do equipamento do laboratório:**

- i) Faixa de medida: 1,300 - 1,700
- ii) Índice de refração do prisma de referência F8: 1,73916

**B - REFRAÔMETRO DE PULFRICH - PR 2**

**07 - Princípio de medição**

O projeto universal do PR 2 possibilita sua aplicação para diferentes procedimentos refratométricos. é possível medir tanto o ângulo limite da reflexão total como também o desvio da luz em uma amostra de forma prismática.

Para a medição do ângulo limite da reflexão total, o prisma é iluminado de forma difusa.

Pela fig.10.7 é possível seguir os raios luminosos através de um ponto na superfície de medição.

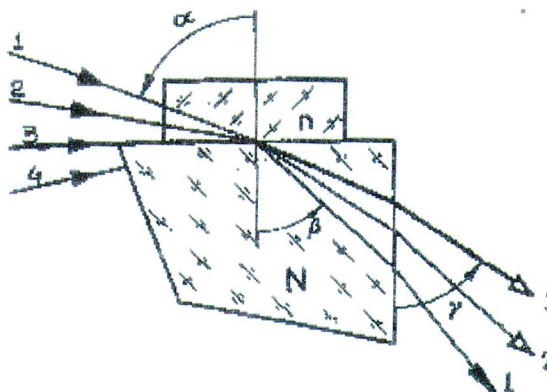


Fig. 10.7 Prisma p/ medição

Os raios 1, 2, e 3 que partiram de cima da amostra, chegam de acordo com a

lei da refração de Snell que forma a base de todas as medições refratométricas:

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{N}{n}$$

Para  $\alpha = 90^\circ$  o  $\beta = \beta_G$  o ângulo limite da reflexão total ao entrar no prisma de medição. A este ângulo limite corresponde o ângulo  $g$  para o raio emergente. Na ocular, ao se observar a imagem formada na situação de limite, o campo superior estará escuro e o inferior iluminado, desta forma será possível medir com precisão à partir da imagem da intersecção claro-escuro o ângulo limite para o material apoiado no prisma de referência. Para o ângulo limite vale a fórmula:

$\cos \gamma = \sqrt{N^2 - n^2} \Rightarrow n_\lambda = \sqrt{N_\lambda^2 - \cos^2 \gamma}$  onde  $n_\lambda$  = índice de refração da amostra para o comprimento de onda indicado.  $N$  = índice de refração do prisma de referência para o comprimento de onda indicado (fornecido pelo fabricante).

$g$  = ângulo limite medido no PR 2

### 8 - Descrição do equipamento

O PR 2 possui sobre sua base 3 conjuntos principais: a) Caixa de lâmpadas espectrais com seus filtros de bandas correspondentes. b) O prisma de referência para medida com o sistema de iluminação. c) Dispositivo de medição.

A caixa de lâmpadas espectrais, esta montada com lâmpadas de He, Hg e H suficientes para proporcionar 6 linhas de referência:

C vermelha do hidrogênio 656,3 nm

d amarela do hélio 587,6 nm

e verde do mercúrio 546,1 nm

F azul do hidrogênio 486,1 nm

g violeta do mercúrio 435,9 nm

h violeta intenso do mercúrio 404,7 nm

Além das fontes de luz são necessários filtros passa banda de modo a selecionar a cor a ser utilizada no sistema refrator (A única cor que não é filtrada é o azul do H (F) por ser muito pouco intensa).

Na saída da caixa de lâmpadas se encontra um filtro azul que pode ser intercalado através de giro para atenuar raios muito claros.

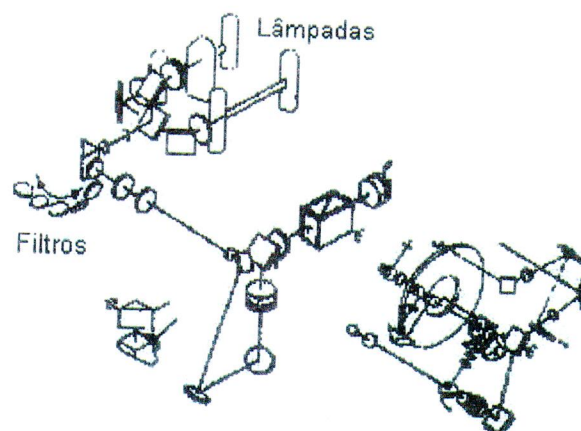


Fig. 10.8 Configuração óptica do PR 2

b) Depois do filtro azul a luz passa por um espelho que deve ser posicionado de modo a otimizar a iluminação da amostra facilitando a observação da linha limite.



O prisma de medição é permutável dependendo da faixa de trabalho e do tipo de material a ser medido.

O prisma de referência que vamos utilizar é o de código GoF4, e possui os seguintes índices:

$$N_c = 1,732674 \quad N_d = 1,740365$$

$$N_e = 1,746660 \quad N_f = 1,759354$$

$$N_g = 1,775545 \quad N_h = 1,790034$$

e sua faixa de trabalho esta entre 1,46 e 1,61

c) Dispositivo de medidas : A parte mais elaborada do equipamento que contem o sistema de ocular onde será vista a imagem do ângulo limite, a leitura do ângulo limite através do circulo graduado, o sistema de colimação da luz.

A leitura é feita através de duas escalas complementares com um botão de compensação (fig. 10.9), sendo que a escala inferior possui o intervalo de  $1^\circ$  expandido em divisões de décimos de grau.

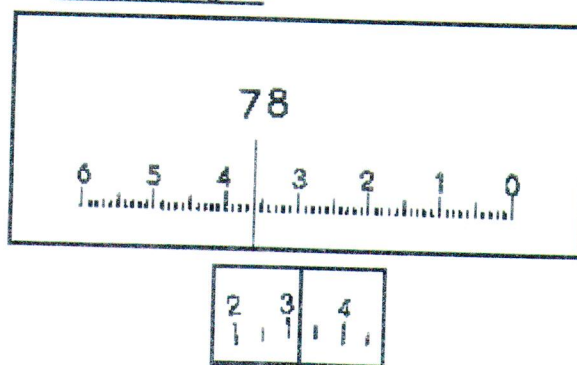


Fig.10.9 Escala do PR 2 - Leitura correspondente é  $78^\circ$  e  $36,32'$

O giro da ocular de leitura é feita através de um botão de acionamento e ocorre em relação a um eixo horizontal. O botão de acionamento possui dois movimentos conjugados um lento e outro rápido através de encosto no próprio botão.

### 9 - Medida de sólidos

Para os sólidos que serão medidos através de luz incidindo razante, deverão seguir as seguintes exigências em seu formato:

Uma face polida que será a base de tamanho aproximado ao do prisma de medição, outra também polida com uma aresta viva formando um ângulo de  $90^\circ$  com a base. O tamanho da base da amostra limitará a quantidade de luz a ser observada.

Também a planicidade é importante, uma vez que amostras não muito planas produzem uma linha limite borrada.

A medida é iniciada colocando-se o líquido de acoplamento óptico, comprimindo-se a amostra para eliminar as bolhas de ar, e só então começaremos a localização das linhas limites.

Para facilitar o procedimento, começa-se com uma linha de intensidade maior por ex. o verde do Hg (g) que pode ser atenuado através do filtro azul colocado na saída da caixa de lâmpadas.

Com o espelho procura-se a posição que melhor ilumina a amostra (observar através da ocular) girando-se o botão de acionamento, até que seja encontrada a linha limite.

Na situação da linha limite, posicionar com bastante acuidade (ajustar o foco

da ocular) a interface claro-escuro e através da alavanca de interposição de leitura anotar o valor do ângulo feitas as devidas compensações.

Assim sucessivamente pode-se obter os valores para cada linha espectral e se for necessário, usando Cauchy é possível matematicamente calcular os valores para todas as outras linhas clássicas de referência.

### 10- Temperatura

Os prismas de medição foram projetados para operarem à 20° C, situação esta que não temos no nosso laboratório daí a necessidade de fazermos os cálculos de correção.

t	C	C'	d	e	F	F'	g	h
15	0,82	0,83	0,90	1,01	1,21	1,22	1,41	1,66
20	0,81	0,82	0,89	1,00	1,19	1,21	1,39	1,64
30	0,78	0,80	0,86	0,97	1,16	1,17	1,35	1,60
40	0,76	0,77	0,84	0,93	1,12	1,13	1,31	1,55
50	0,73	0,74	0,81	0,90	1,08	1,10	1,27	1,50
60	0,71	0,72	0,78	0,88	1,05	1,06	1,23	1,46
70	0,69	0,70	0,76	0,86	1,03	1,04	1,20	1,43
80	0,68	0,69	0,75	0,84	1,01	1,02	1,19	1,41
85	0,68	0,69	0,75	0,84	1,01	1,02	1,18	1,40

Tab.10.2 - A tabela fornece os índices de correção para o prisma GoF4

Exemplo de utilização : Amostra medida com prisma GoF4 a 32° C com a linha "F"

Leitura do ângulo = 48° e 40,0' índice de refração = 1,63245

Fator de correção  $1.09 \times 10^{-5}$  correção =  $1.09 \times 10^{-5} \times (32 - 20) = +1,3 \times 10^{-4}$

Resultado final  $n_F = 1,63258$  a 32° C

### 11 - Atividades:

a) Refratômetro de Abbe: Serão fornecidos alguns líquidos para a determinação de seus índices, assim como água destilada para a calibração.

Será medido o índice de uma placa de vidro .

b) Refratômetro de Pulfrich PR 2: Será fornecido um bloco de vidro polido para a identificação de seu tipo - (consultar gráfico da fig.10.10 no laboratório).

### 12 - Bibliografia:

Catálogos Zeiss dos equipamentos Abbe e Pulfrich.

Catálogo Jenaer Glasswerk Schott & Gen., Mainz.

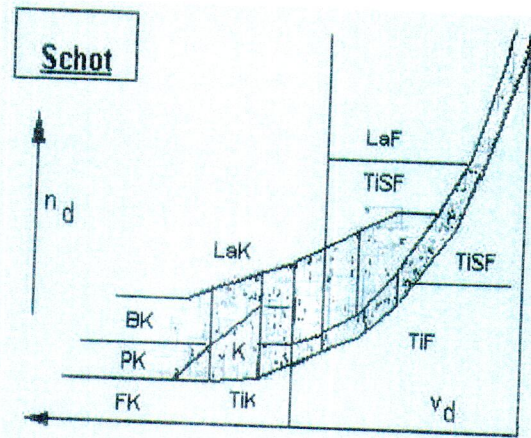
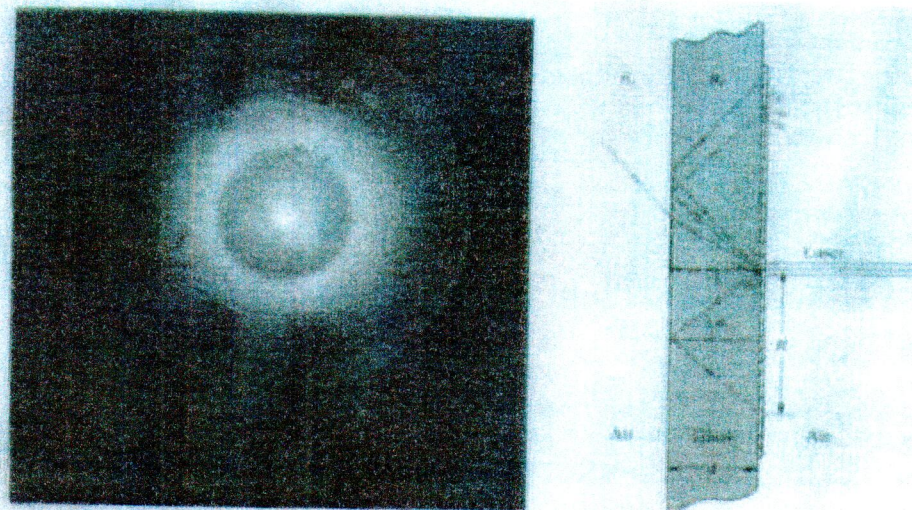


Fig.10.10 Curva para determinação dos vidros

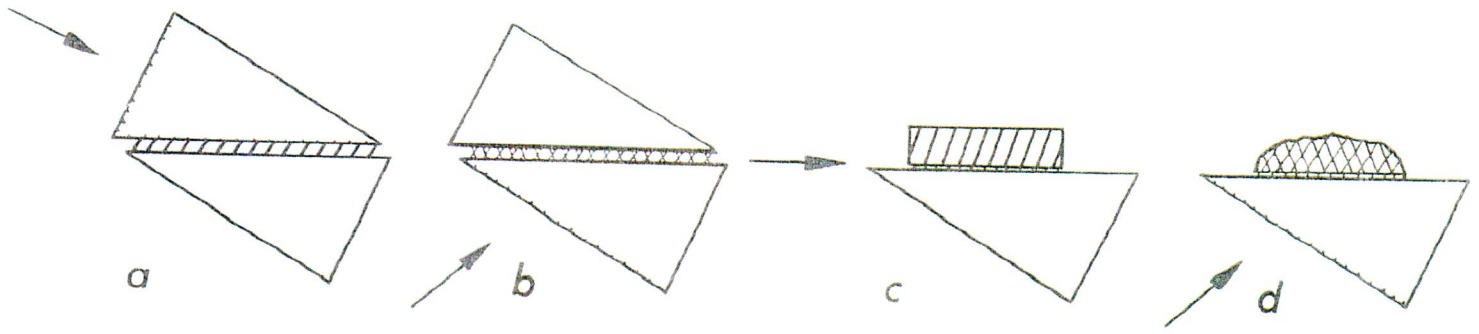
**13 - Medida do índice de refração de uma placa pelo seu espalhamento (Exercício 4.52 do livro Hecht)**



O procedimento é ultra simples: pegar um pedaço de folha de papel sulfite úmido, coloca-lo junto à superfície do material translúcido que se deseja medir. A incidência do laser será pelo lado da folha molhada. Pela reflexão do ângulo limite, nota-se que a luz espalhada pelo papel vai atingir a superfície traseira do material de diversas formas, pela figura que se forma na folha de papel, é possível através da medida da espessura ( $d$ ) e do ângulo  $\theta$  calcular o índice de refração do material.

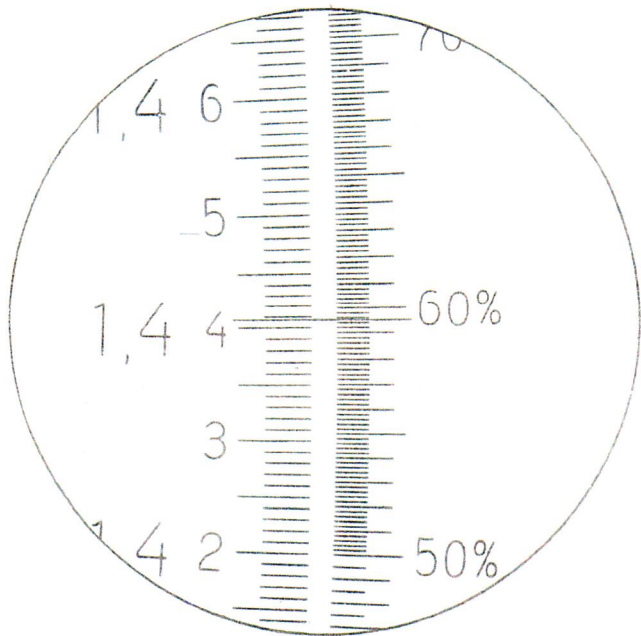
- 1 - Deduzir o modelo matemático que conduz ao cálculo de  $n$ .
- 2 - Trabalhar com tres tipos diferentes de materiais e tres espessuras. ( 9 amostras)
- 3 - Comparar com valores de tabela e discutir os resultados.



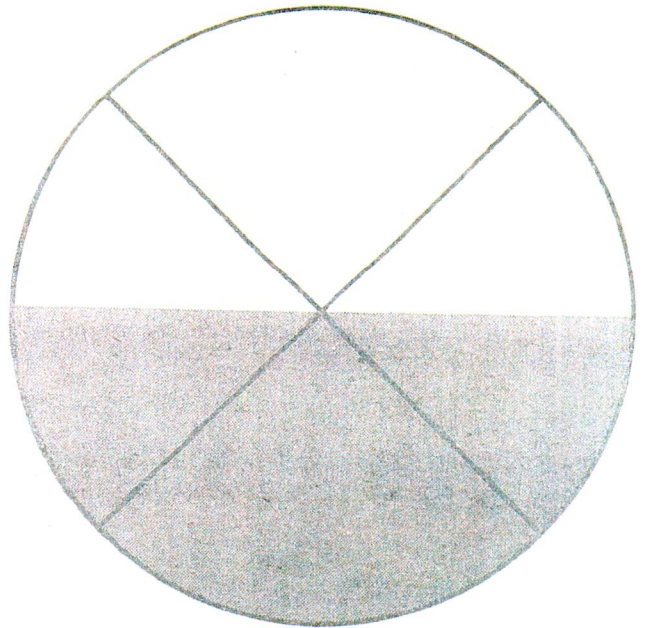


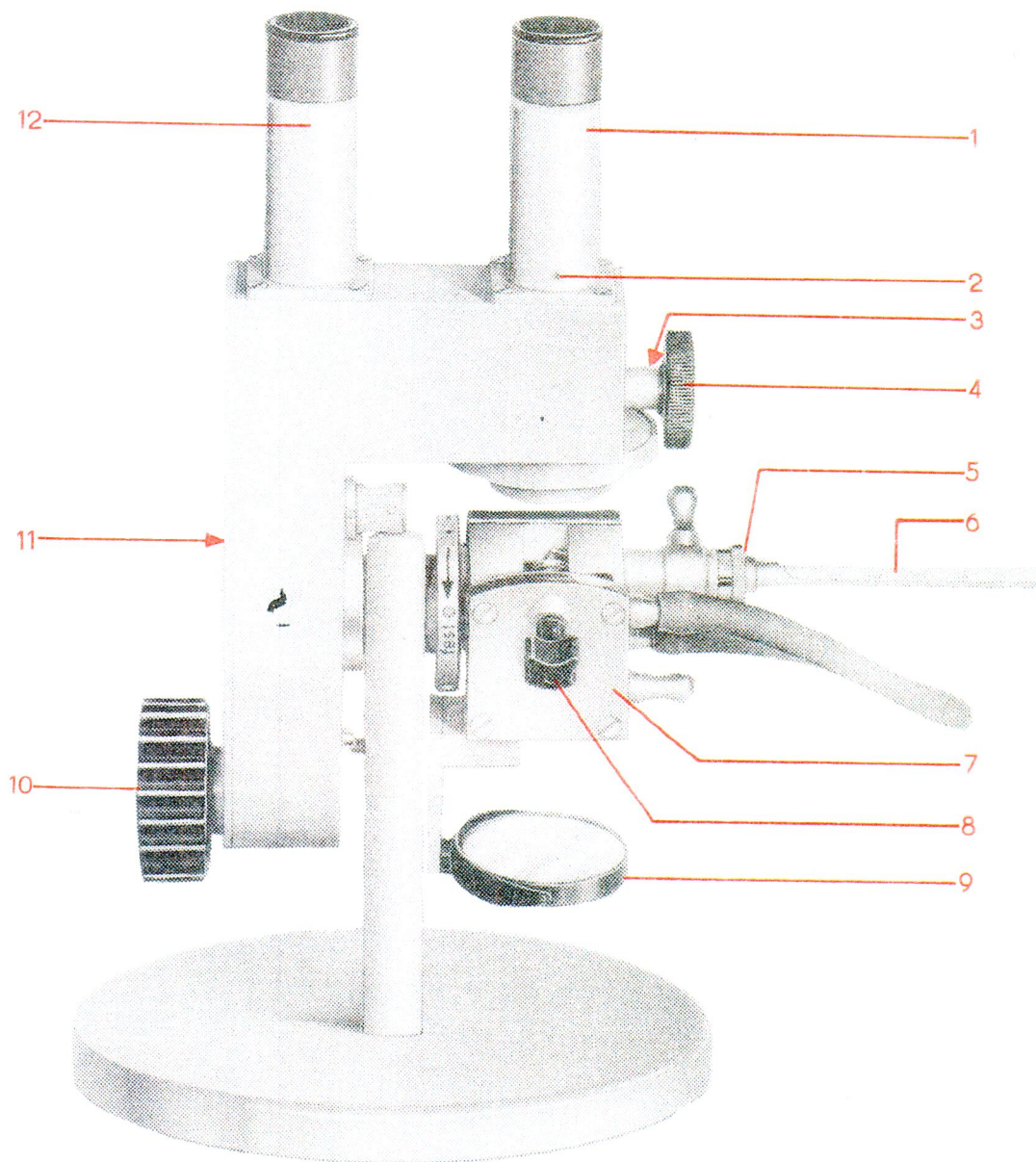
1

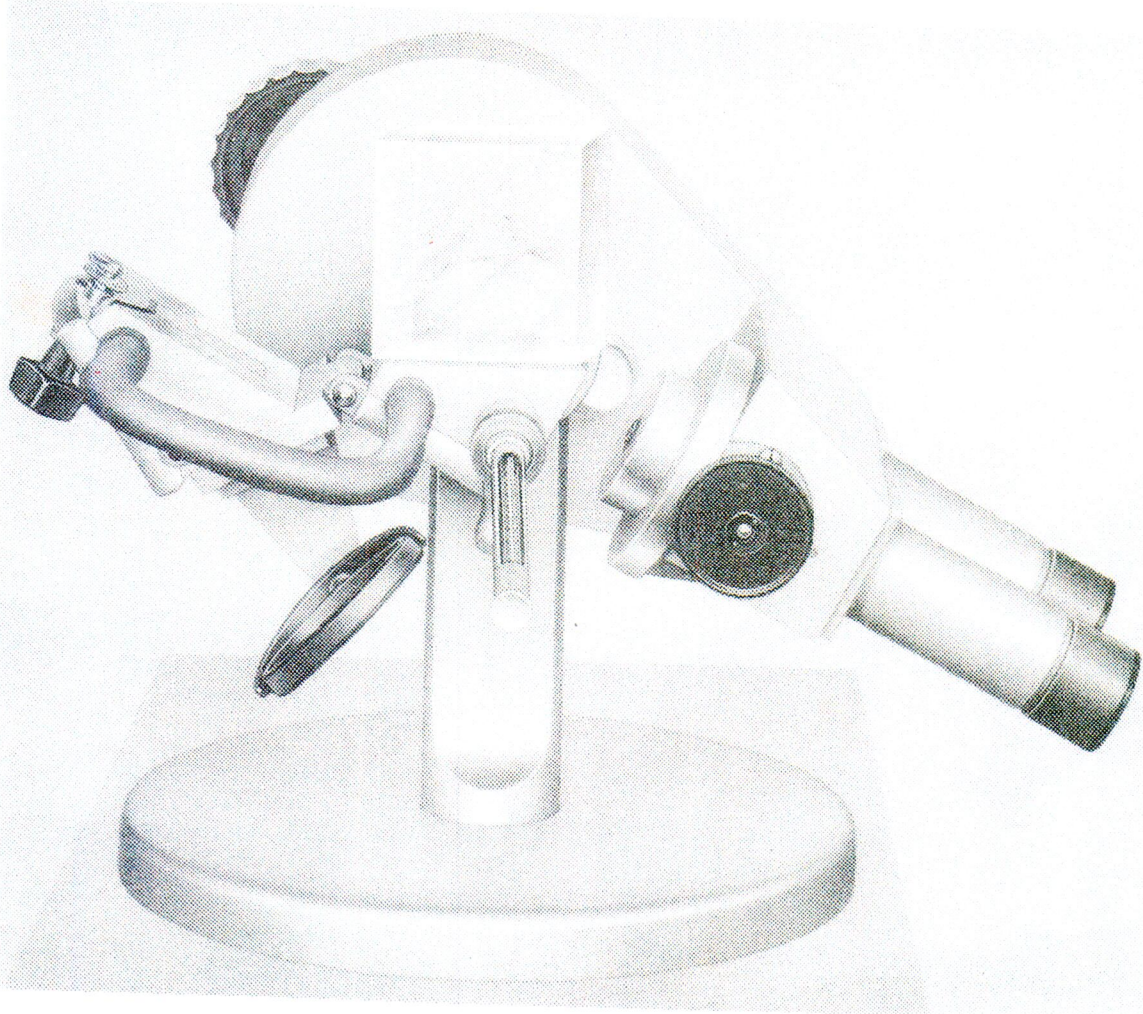
2



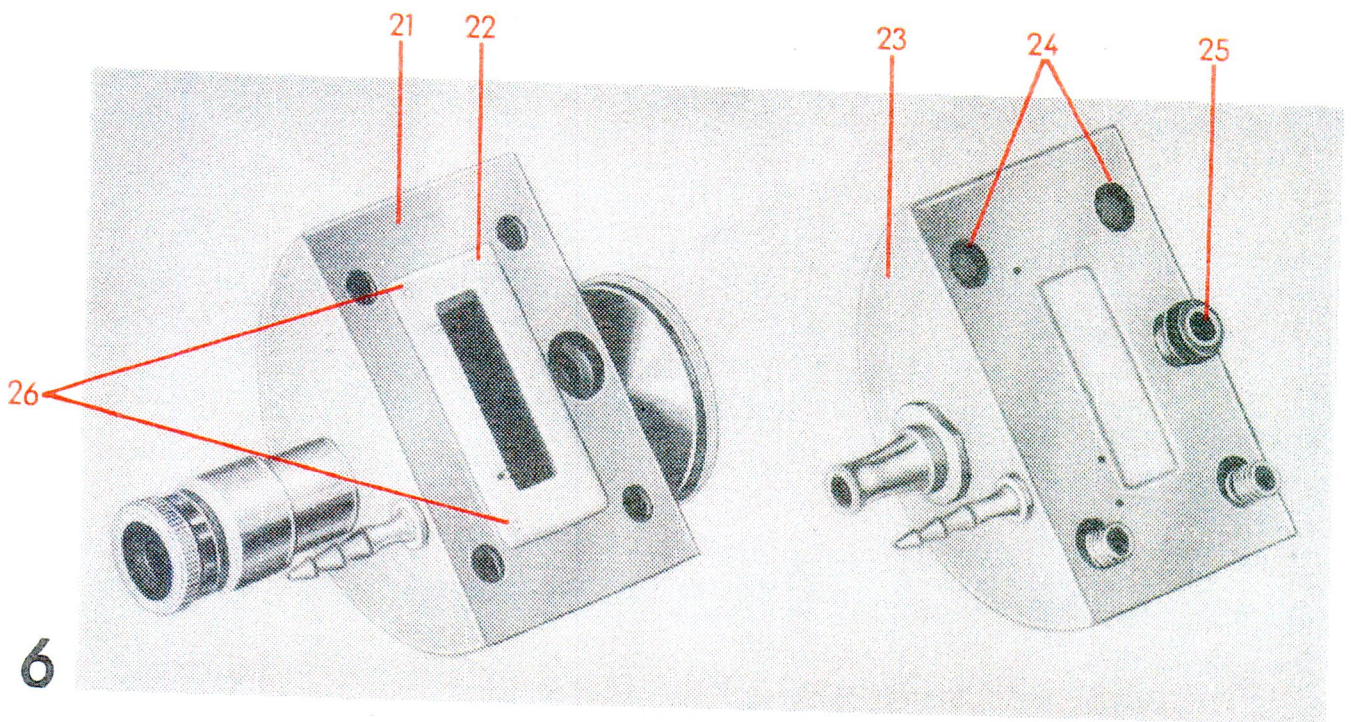
3





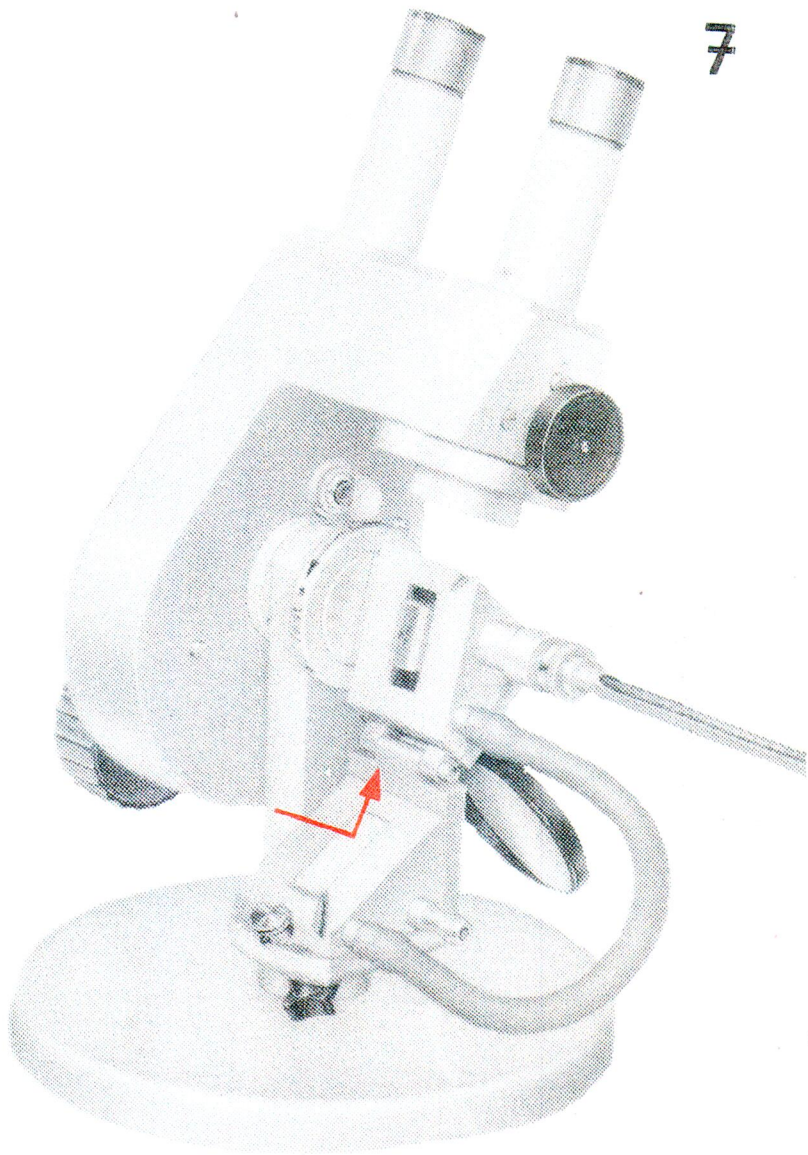


5

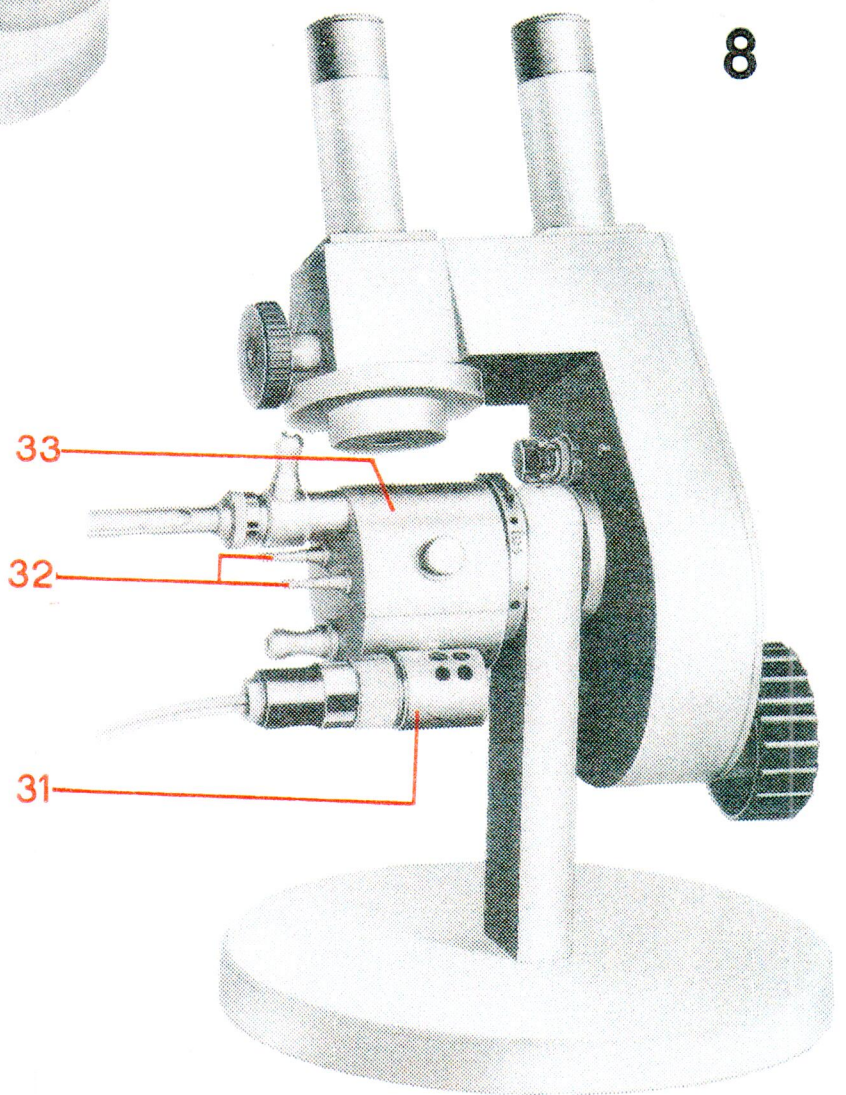


6

7



8



42

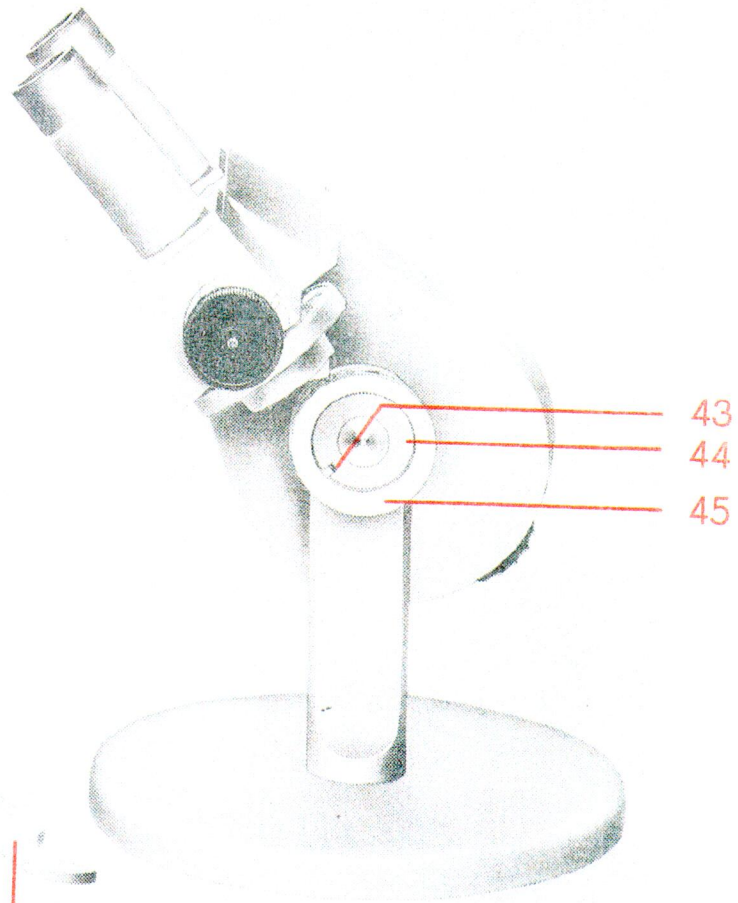
41

9



47

46



43

44

45

10

