

Técnicas ópticas no espectroscópicas

CLASIFICACIÓN



Espectrofotometría
UV-visible
Absorción atómica

Que son los métodos ópticos

Se definen como métodos ópticos de análisis aquellos que miden la radiación electromagnética que emana de la materia o que interacciona con ella.

En se basan los métodos espectroscópicos

Se basan en la medida de la intensidad y la longitud de onda de la energía radiante.

Que son los No
espectroscópicos

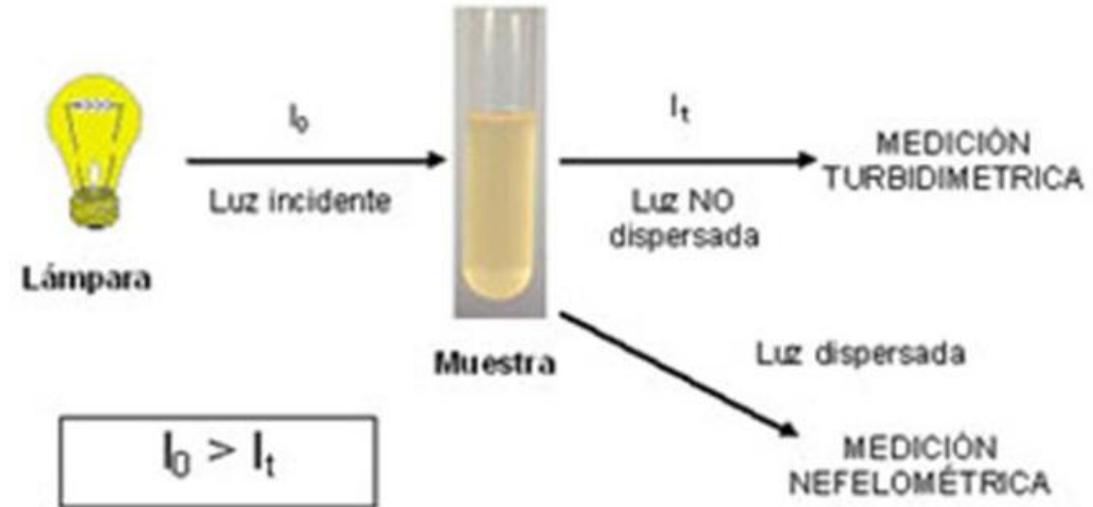
No miden espectros- existe una desviación de la REM

No espectroscópicos

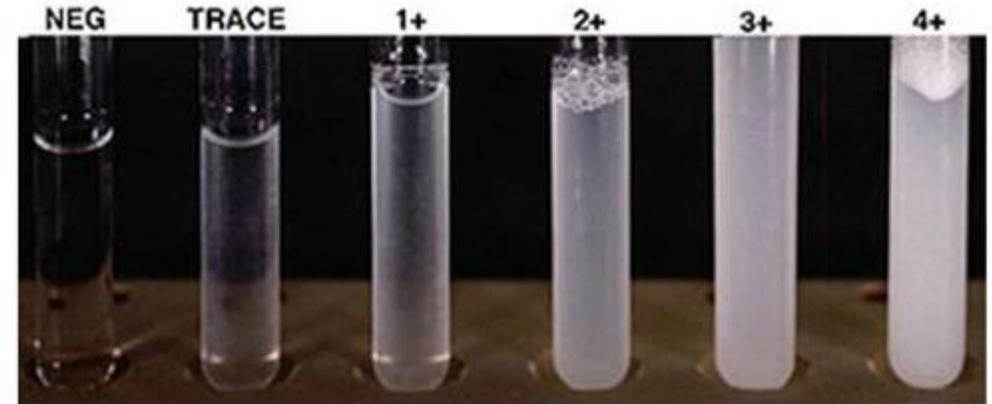
- Se caracteriza por no tener lugar intercambio de energía como consecuencia de la interacción materia-r.e.m.
- No se producen transiciones entre los diferentes estados energéticos, sino que ocurren cambios en la radiación o en las propiedades físicas de la r.em.
 - a) Dispersión: turbidimetría y nefelometría.
 - b) Refracción: refractometría, interferometría.
 - c) Difracción: rayos X, electrones.
 - d) Rotación óptica: polarimetría, dicroísmo circular

NEFELOMETRÍA Y TURBIDIMETRÍA

- Son técnicas analíticas que se basan en la interacción de la luz con partículas en suspensión.
- Nefelometría: Mide la intensidad de la luz que se dispersa en un ángulo (generalmente 90°) con respecto al haz de luz incidente.
- Turbidimetría: Mide la disminución de la intensidad de la luz que atraviesa una muestra debido a la dispersión o absorción por las partículas en suspensión.



La turbidez es un término que hace referencia a una medida que indica el grado de falta de transparencia de un líquido, debido a la presencia de sólidos que se encuentren en suspensión



El instrumento usado en la nefelometría, es el nefelómetro en cambio en turbidimetría se utiliza el turbidímetro que es un fotómetro de filtro.

En el ámbito de los alimentos, se usan para evaluar la calidad, la claridad y el estado de los productos, especialmente en procesos como la producción de bebidas y lácteos. También se aplican en la medición de parámetros como la turbidez del agua de proceso y la concentración de proteínas o bacterias en alimentos.



Instrumentación:



turbidimetría

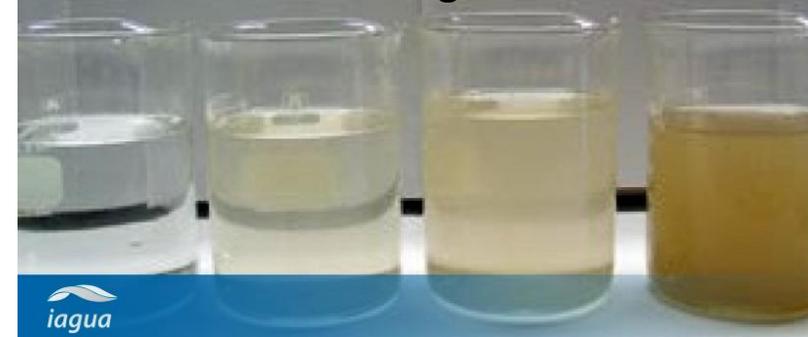


nefelometría

Aplicaciones agronómicas y forestales de la turbidimetría

- Medida de sulfatos en muestras de agua
- Medida de turbidez como parámetro de calidad y medida de sulfatos en jugos comerciales de fruta (control de agregado de conservantes)
- Medida de microorganismos (control de crecimiento de cultivos bacterianos, control de contaminaciones, etc).

Turbidez en agua



Aplicaciones específicas en alimentos

- **Calidad de bebidas:**
 - La nefelometría y turbidimetría pueden ayudar a monitorear la claridad y la turbidez de bebidas como cervezas, jugos y vinos, asegurando que cumplen con los estándares de calidad.
- **Producción láctea:**
 - En la producción de lácteos, estas técnicas se usan para controlar la calidad de la leche, detectar la presencia de bacterias o proteínas, y asegurar la calidad del proceso de elaboración de productos como queso y yogurt.
- **Alimentos en suspensión:**
 - Se pueden utilizar para analizar la concentración de partículas en suspensión en alimentos como sopas, salsas y productos de procesamiento de alimentos.
- **Control de procesos:**
 - En general, estas técnicas se utilizan para monitorear la eficiencia de los procesos de producción, asegurando que las materias primas y los productos terminados cumplan con los estándares de calidad.
- **Evaluación de la concentración de bacterias:**
 - La turbidimetría se utiliza para evaluar el crecimiento bacteriano en alimentos, especialmente en medios de cultivo.
- **Análisis de proteínas:**
 - La nefelometría puede usarse para medir la concentración de proteínas en alimentos, como en la detección de inmunoglobulinas o proteínas en leche y otros productos.

REFRACTOMETRÍA

Índice de refracción n_D
BRIX % °BRIX Salinidad ‰ Concentración %
Oechsle °Oe Alcohol % Ácido de batería g/cm³



La refractometría es un método analítico que se usa para medir el índice de refracción de una muestra a fin de determinar su composición o pureza.
La refractometría es una técnica cuantitativa y no destructiva que se basa en la ley de Snell.

REFRACTOMETRÍA

La luz viaja a diferentes velocidades a través de medios distintos y, cuando un rayo de luz cruza la interfaz entre dos sustancias, cambia de dirección. El rayo emergente se conoce como rayo refractado y el fenómeno se denomina refracción

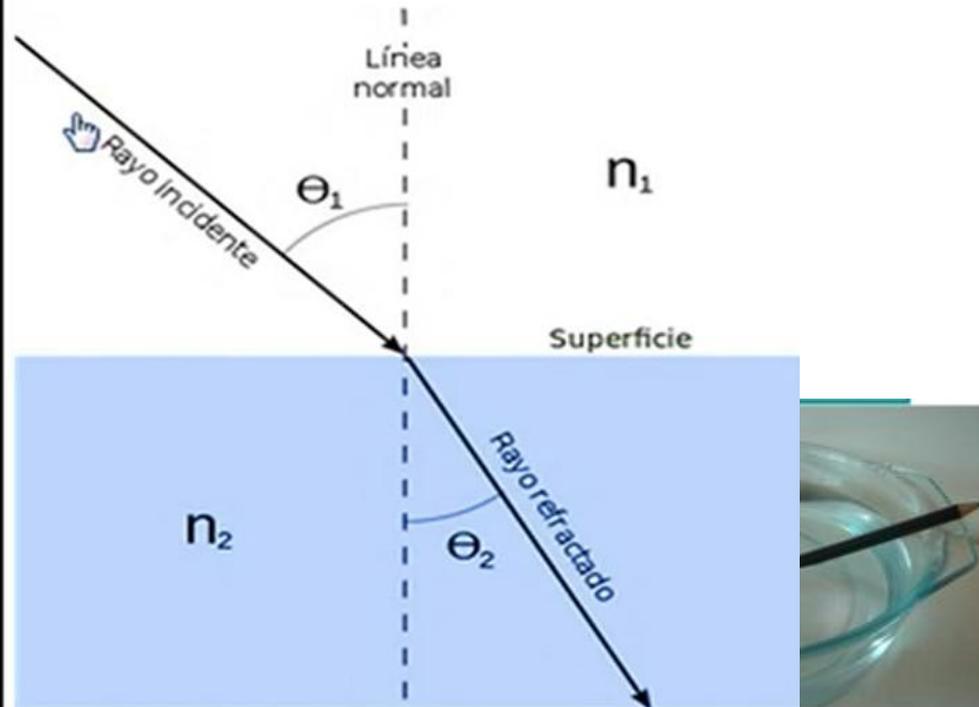
Índice de refracción de una sustancia determinada (n) = $\frac{\text{Velocidad de la luz en el vacío}}{\text{Velocidad de la luz en la sustancia}}$

Ley de Snell

$$n_1 * \text{sen}\theta_1 = n_2 * \text{sen}\theta_2$$

En los refractómetros el medio 1, es aire ($n=1.00003$)

$$n_2 = \frac{\text{sen}\theta_1}{\text{sen}\theta_2}$$



Para fines prácticos, se usa la velocidad de la luz en el aire y no en el vacío, siendo la diferencia muy pequeña

Variables que afectan las mediciones del índice de refracción y que pueden controlarse experimentalmente

The infographic consists of three vertical panels. The first panel, titled 'Temperatura', features a red thermometer icon and a blue thermometer icon. The second panel, titled 'Presión', features a blue pressure gauge icon. The third panel, titled 'Longitud de onda', features a diagram of a wave with wavelength λ and frequency ν .

Temperatura

- Un aumento en la temperatura, disminuye la densidad y el índice de refracción.

Presión

- En un aumento en la presión aumenta la densidad y por ende aumenta el índice de refracción.

Longitud de onda

- Al aumentar la longitud de onda, disminuye la velocidad y por ende, disminuye el índice de refracción.

Otras líneas usadas para mediciones del índice de refracción son las líneas C y F de una fuente de hidrógeno ($\lambda = 656 \text{ nm}$ y 486 nm , respectivamente) y la línea G del mercurio ($\lambda = 436 \text{ nm}$).

es la línea D de una lámpara de vapor de sodio ($\lambda = 589 \text{ nm}$)

n = el índice de refracción

t = temperatura ($^{\circ}\text{C}$)

D = la línea D de sodio

$$n_D^t = nD$$

Variables que afectan las mediciones del índice de refracción y que pueden controlarse experimentalmente

Temperatura. influye por el cambio en su densidad. (mas T° = disminuye densidad y la luz viaja más rápido) Por lo tanto, el índice de refracción tiende a disminuir al aumentar la temperatura.

Para un líquido promedio las fluctuaciones de temperatura deben ser menores de $\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ si se requiere una precisión de cuatro lugares, y $\pm 0,02 \text{ }^\circ\text{C}$ para mediciones con cinco cifras.

Longitud de onda. El n de un medio transparente disminuye gradualmente al aumentar la λ ; este efecto se conoce con el nombre de dispersión normal. Es necesario especificar la λ empleada cuando se reporta un índice de refracción. La λ mas usada es la línea D de una lámpara de vapor de sodio ($\lambda = 589 \text{ nm}$) índice de refracción se designa n_D^t (

Otras líneas usadas para mediciones del índice de refracción son las líneas C y F de una fuente de hidrógeno ($\lambda = 656 \text{ nm}$ y 486 nm , respectivamente) y la línea G del mercurio ($\lambda = 436 \text{ nm}$).

Presión. El n de una sustancia aumenta con la presión debido aumento de la densidad.

Sin embargo, la variación de la presión atmosférica solo es importante en la medición del índice de refracción en los gases; en las mediciones en líquidos y sólidos su efecto es despreciable.

$$n_D^t = n_D$$

n = el índice de refracción

t = temperatura ($^\circ\text{C}$)

D = la línea D de sodio

Instrumentos para medir el índice de refracción

Tipos de refractómetros de acuerdo a su modo de uso



Refractómetros de mano y portátiles

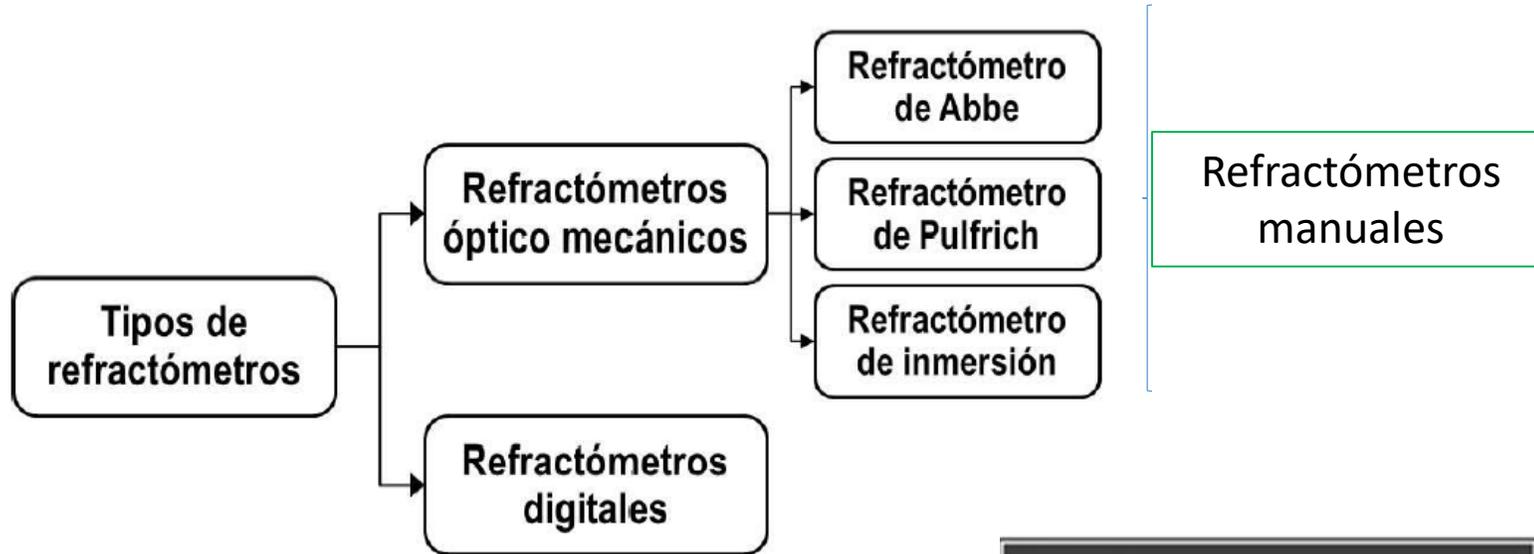


Refractómetros de sobremesa



Refractómetros de línea

Según método de lectura



Tipos de refractómetros, de acuerdo a su funcionamiento

Refractómetros que se basan en la medición del ángulo crítico.

De Inmersión

De Abbé

De Pulfrich

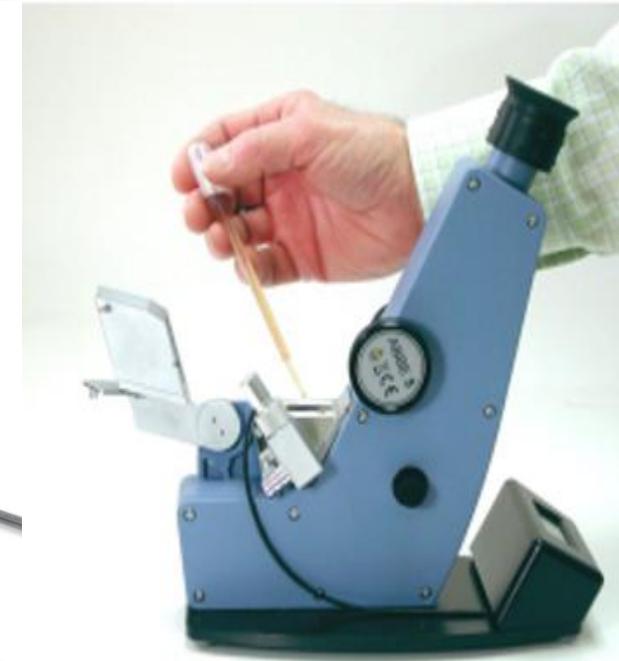
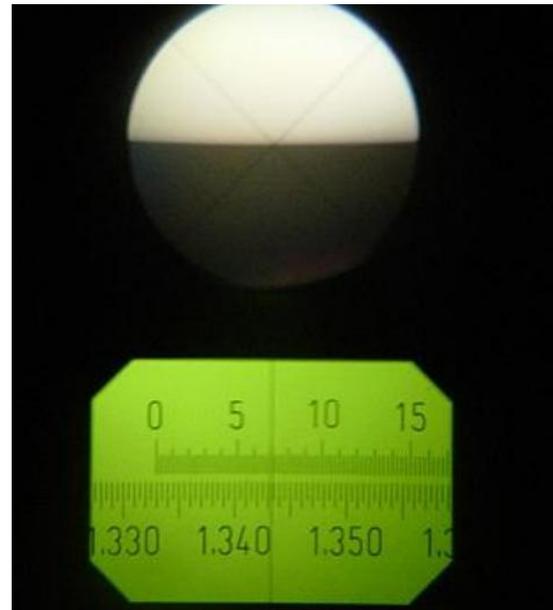
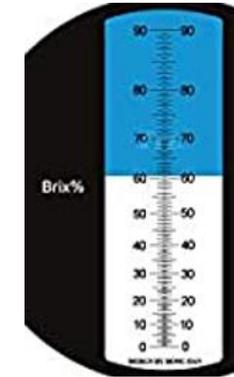
Refractómetros que se basan en el desplazamiento de una imagen.

Diferencial

Refractómetros óptico-mecánicos

Refractómetros manuales

- El principio de medición del índice de refracción es básicamente un sistema óptico que mide el ángulo que 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 termostatazada**, debido a que, la temperatura es una de las variables que afecta la medida.
- El diseño de los refractómetros óptico-mecánicos no ha variado notablemente desde el original planteado por Abbé (1874) y Pulfrich (1887).
- Se basa en observar el reflejo de la luz a través de una muestra colocada sobre un prisma, la refracción y el reflejo interno total de la luz en la interface (el punto de contacto entre la muestra y el prisma) permite que se genere un punto de sombra que establece el valor del índice de refracción o su equivalente en la escala en la cual se trabaja.



Refractómetro de Pulfrich

- útil para la medición del índice de refracción de muestras sólidas o líquidas y soluciones muy volátiles
- Se alcanza una precisión del orden de 1×10^{-4} en el índice de refracción.
- Es muy costoso



Refractómetro de desplazamiento de imagen

- En estos aparatos se mide el desplazamiento del rayo refractado en relación al rayo incidente.
- Con las muestras sólidas se construye un prisma y las muestras líquidas se colocan en un recipiente en forma de prisma.
- El índice se calcula en base al desplazamiento angular de la luz al pasar por la muestra.



Refractómetros diferenciales

- Se emplean principalmente para el análisis de mezclas líquidas.
- Se aplican a cualquier mezcla cuyo índice de refracción es una función simple de la composición.
- Tienen una baja sensibilidad



Refractómetro Abbe

es un aparato de mesa con el que se puede determinar el índice de refracción (n_D) entre 1300 y 1700 para un rango de temperatura de 0°C a 70°C , así como el contenido de azúcar en sustancias traslúcidas.

Los refractómetros manuales precisan de técnicos de laboratorios convenientemente formados para no comprometer la exactitud de los resultados, puesto que en este tipo de refractómetros las medidas se realizan mediante observación directa del técnico.



Uso del refractómetro ABBE



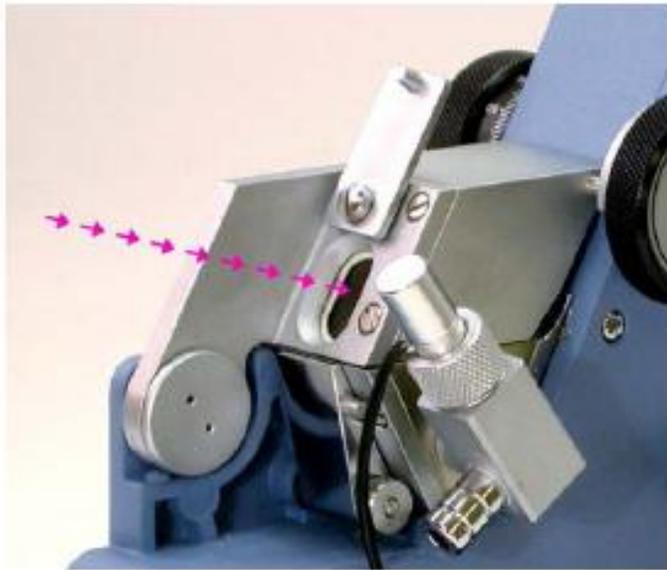
Gire la perilla de ajuste y eleve el prisma superior.

Vierta unas gotas de muestra en el prisma inferior, cierre el prisma superior y asegúrelo con la perilla. La muestra deberá cubrir el prisma de manera uniforme y sin burbujas.



Muestras transparente – modo de transmisión

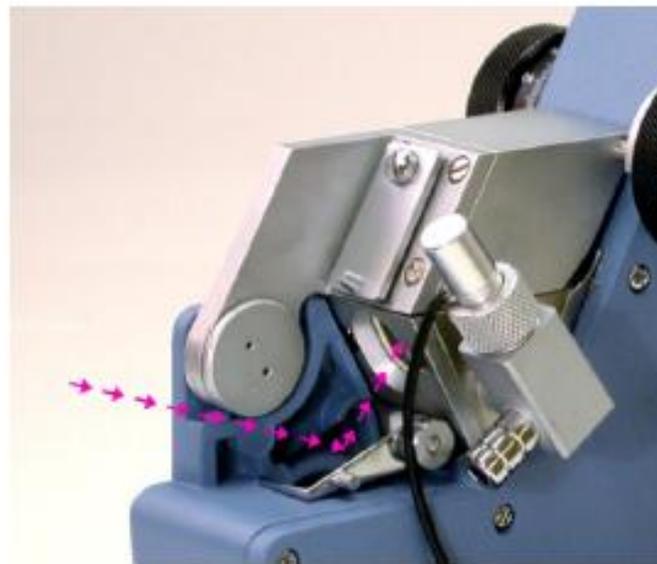
La iluminación en modo de transmisión se utiliza más comúnmente para las muestras homogéneas y líquidas.



Abra el disparador en el prisma superior y eleve el espejo del prisma inferior. Esto permitirá que la luz pase a través de la muestra y el prisma superior.

Muestras opacas – modo de reflexión

La operación bajo el modo de reflexión funciona mejor con muestras opacas, sin embargo la frontera no es tan fácil de ver como en el modo de transmisión.



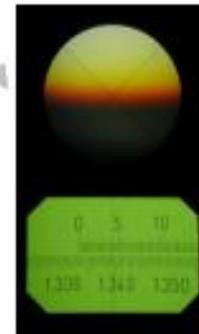
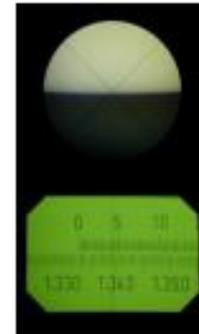
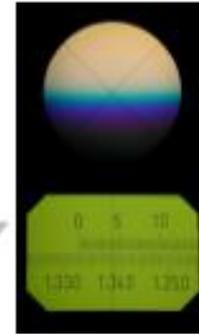
Cierre el disparador en el prisma superior y baje el espejo del prisma inferior. De esta manera la luz se reflejará en la parte inferior de la muestra.

Mire a través de la pieza ocular y gírela para enfocar la escala y la frontera.

Ajuste la perilla de dispersión para quitar el color (azul en una dirección y rojo en la otra) y afinar la frontera.

Gire la perilla de control para alinear la frontera (la división entre las regiones clara y oscura) con el centro de la equis.

Pantalla de temperatura.



Rote el colector de luz para alcanzar la mejor iluminación.

Registre la lectura, ya sea con el índice de refracción (RI) o en escala Brix, y la temperatura. El índice de refracción de un líquido varía con la temperatura.

Cómo ajustar la calibración del instrumento

Si la lectura de la pieza de pruebas no es correcta, es fácil ajustar la calibración del instrumento.

Asegúrese que la frontera esté adecuadamente alineada con el centro de la equis.

Ajuste cuidadosamente el tornillo de calibración usando el destornillador que viene incluido hasta que la lectura correcta se muestre en la escala.





Refractómetros digitales

- Por su parte, en los refractómetros digitales la influencia del técnico es mucho menor, puesto que la medida se realiza de forma digital. Así, este tipo de equipos facilitan el análisis de diversas sustancias de forma cómoda y precisa, ya que con ellos no es necesario anotar los datos manualmente.

Los refractómetros digitales constan de una fuente de luz, un prisma y un sensor óptico.



Refractómetro de inmersión

- Es el más sencillo de todos los Refractómetros.
- Requiere de 10 a 15 ml de muestra.
- Lectura que debe ser transformada en índices de refracción por tablas.
- Rango de $n = 1.32$ a 1.54
- Dificultad para mantener constante la temperatura
- Usado extensamente en análisis de soluciones acuosas



Refractómetros calibrados para varios usos



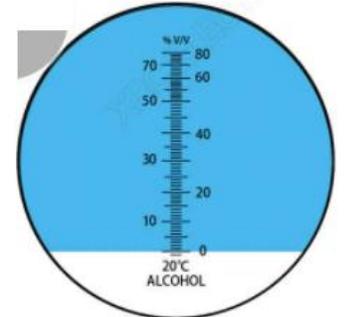
salinidad agua
refractómetro 0-10%



Refractómetro de Alcohol de n
probador de bebidas spiriosas



Alcohol refractometer



Alcohol 80 V/V

Medidor de salinidad del mar,
refractómetro de concentración de agua
salada para acuario



Brix: 0-40%
Alcohol: 0-25%

Brix 0-90% refractómetro azúcar Refratometro para
alimentos contenido de jugo de fruta líquidos

UNIDAD DE MEDIDA (BRIX)

La Escala de Medición (%) muestra el porcentaje de concentración de los sólidos solubles contenidos en una muestra (solución de agua).

El contenido de los sólidos solubles es el total de todos los sólidos disueltos en el agua, incluso el azúcar, las sales, las proteínas, los ácidos, etc., y la medida leída es el total de la suma de éstos.

Básicamente, el porcentaje Brix (%) se calibra a la cantidad de gramos de azúcar contenidos en 100g de solución de azúcar.

Así, al medir una solución de azúcar, Brix (%) debe ser perfectamente equivalente a la concentración real.

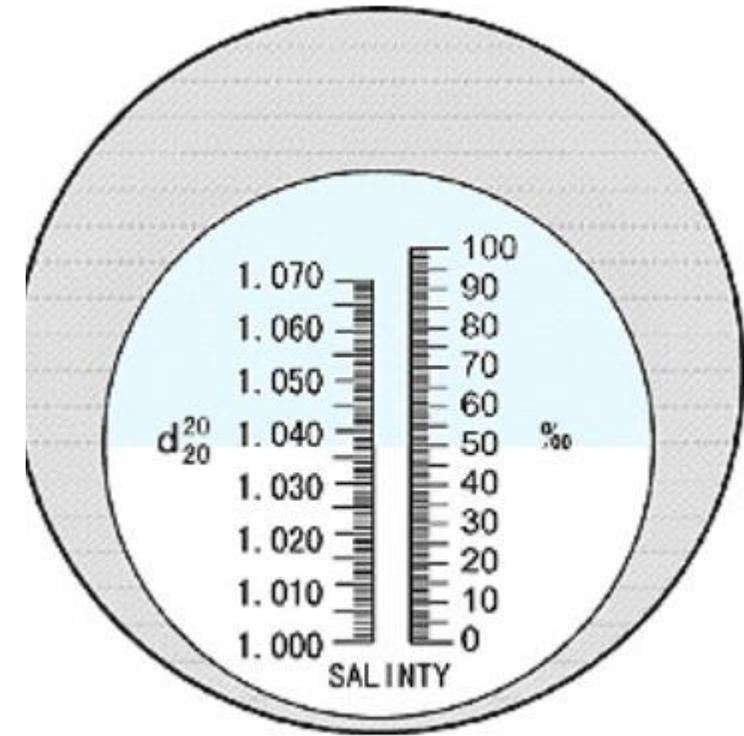


Fig.7. Escala Brix

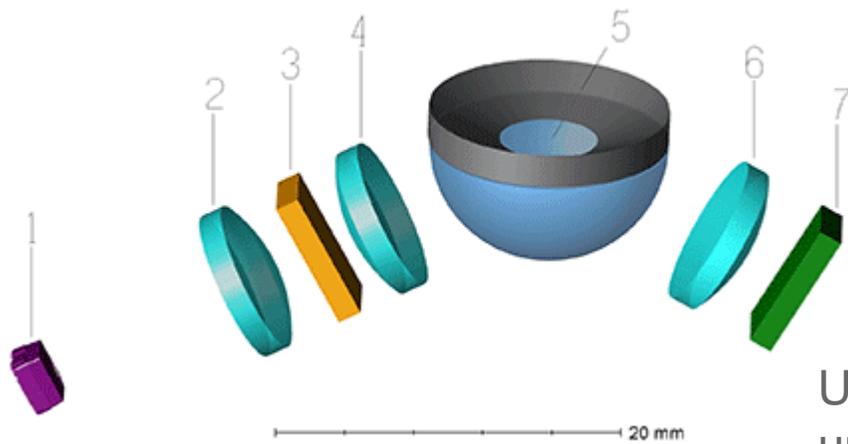
- A continuación se muestra una guía paso a paso:
- **Calibre el refractómetro:** antes de usarlo, asegúrese de que su refractómetro esté calibrado. Coloque unas gotas de agua destilada en el prisma del refractómetro, cierre la tapa para distribuir el agua uniformemente y ajústela para leer cero (o el punto de calibración específico para su modelo) usando el tornillo de calibración.
- **Limpie el prisma:** limpie y seque el prisma después de la calibración. Asegurarse de que el prisma esté limpio y seco antes de cada uso es crucial para [obtener lecturas precisas del refractómetro](#) .
- **Aplicar la muestra:** Coloque unas gotas del líquido de muestra en el prisma. Utilice suficiente líquido para cubrirlo por completo pero evite sobrecargar. Cierre suavemente la placa de cubierta sobre la muestra. Esta acción distribuye la muestra uniformemente por el prisma y elimina las burbujas de aire que pueden afectar la lectura.
- **Permitir la estabilización de la temperatura:** espere unos momentos para que la muestra alcance la misma temperatura que el refractómetro para obtener lecturas más precisas.
- **Mire a través del ocular:** sostenga el refractómetro hacia una fuente de luz y mire a través del ocular. Verás un campo de visión con una línea de demarcación entre las áreas claras y oscuras.
- **Lea la escala:** la línea de demarcación cruza la escala incorporada. Lea el valor donde esta línea cruza la escala. Esta es la medida del índice de refracción de su muestra, que se puede convertir en concentración según la escala que utiliza su refractómetro (*por ejemplo, Brix, salinidad*)
- Los refractómetros son generalmente bastante precisos, a menudo entre 0,1 y 0,2% de la concentración real, dependiendo de la calidad del instrumento y de la calibración adecuada.

Tipos comunes de lecturas de refractómetro

- **Refractómetro de Salinidad:** Se utiliza para medir la concentración de sal en el agua, indicando los niveles de salinidad.
- **Refractómetro Brix:** La escala Brix es ampliamente utilizada en la industria de alimentos y bebidas, mide el contenido de azúcar en un líquido, expresando los resultados como porcentaje Brix (*% Brix*), que representa el contenido de azúcar como porcentaje de la masa total.
- **Refractómetros de refrigerante:** se utilizan para determinar la concentración de soluciones de refrigerante y anticongelante, y la lectura generalmente se muestra como porcentaje o gravedad específica, lo que indica el nivel de concentración del refrigerante o anticongelante en la solución.
- **Refractómetros clínicos:** Mide el índice de refracción de fluidos corporales como suero sanguíneo y orina, proporcionando un valor de índice de refracción o escalas específicas como la gravedad específica de la orina o la concentración de proteínas en el suero sanguíneo



porcentaje de sólidos solubles en una disolución líquida,



Una célula de medición de un refractómetro digital tiene una configuración esquemática basada en la ley de Snell. Por lo tanto, se apoya en la reflexión interna total y en el ángulo crítico. Veamos cómo funciona:

La **fente de luz (1)** es un diodo emisor de luz (LED). El haz de LED emitido pasa a través de un **filtro de polarización (2)**, un **filtro de interferencia (3)** y **lentes focales (4)** antes de llegar a la muestra a través del **prisma de zafiro (5)**.

La luz reflejada (ángulo de incidencia $>$ ángulo crítico) se desvía mediante una **lente (6)** al **sensor óptico de CCD (7)** que determina el ángulo crítico. Asimismo, los refractómetros digitales modernos controlan automáticamente la temperatura en el límite del prisma o la muestra para mejorar la exactitud de la medición.

Aplicaciones del refractómetro



En el control de calidad de los aceites, para determinar su pureza.



Para saber el contenido de azúcar en bebidas azucaradas, mermeladas, la leche y sus derivados.



Control de calidad de vinos y cervezas, para determinar el contenido de azúcar y la graduación alcohólica.



Para el control de calidad de jarabes, perfumes, detergentes y toda clase de emulsiones.

Aplicaciones y Usuarios Típicos

- **PROCESADORES Y EMPACADORES DE ALIMENTOS**

Los fabricantes y empacadores de todo tipo de alimentos, desde **mermeladas** de frutas hasta **pepinillos**, pueden utilizar los refractómetros para controlar la consistencia de los productos de alimentos líquidos.



PRODUCTORES Y EMBOTELLADORES DE BEBIDAS



Una de las aplicaciones más grandes y más apropiadas del refractómetro es en el proceso **de control de calidad de los productores y embotelladores de bebidas.**

Desde **refrescos hasta vinos de mesa**, se emplean los refractómetros durante todo el proceso para monitorear el nivel de sólidos disueltos en la solución.

Otros usos

01

Se puede medir la concentración de urea en la sangre

02

Control de procesos de hidrogenación

03

Para monitorizar la pureza del butadieno y estireno en la fabricación del caucho

04

Identificación y cuantificación de sustancias