

**Sistemas Produtivos e Desenvolvimento Profissional: Desafios e Perspectivas****Medição de índice de refração de líquidos por  
redes de difração de reflexão**

LUIZ FELIPE GONÇALVES DIB

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza – São Paulo – Brasil

lfgdib@fatecsp.br

EDUARDO ACEDO BARBOSA

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza – São Paulo – Brasil

ebarbosa@fatecsp.br

**Resumo** - Este artigo apresenta o modelo de um dispositivo que utiliza a técnica de difração para coletar medidas de índice de refração e concentrações de soluções de água com açúcar. Esse trabalho obteve resultados satisfatórios atingindo de uma forma simples uma precisão de 4 casas decimais, vislumbrando assim uma linha de pesquisa promissora com grande potencial para obtenção de medidas mais Precisas e exatas. A exatidão na grande maioria das medidas aponta também a confiabilidade do sistema.

**Palavras-chave:** Difração, Índice de Refração, Concentração.

**Abstract**

This paper presents a model of a device which uses the diffraction technique to collect measure of refractive index and concentrations of water with sugar. This work obtained satisfactory results reached in a simple manner an accuracy of four decimal places, as well glimpsing a promising research field with great potential for obtaining more precise and accurate measurements. The accuracy in most measurements also indicates system reliability.

**Keywords:**

Diffraction, Refractive Index, Concentrations.

**1. Introdução**

No início do século XVII, o índice de refração já era estudado pelos físicos e matemáticos Willebrord Snell e René Descartes. Este último publicou o seu

trabalho mais famoso sobre o comportamento da luz chamado *First Discourse on Light*. Descartes (1637) propôs um modelo que regia o comportamento da luz quando atravessava dois meios de diferentes índices de refração (que naquela época ele chamava de “força”). Esse modelo definia a relação do desvio que a luz sofria em função do índice de refração entre meios distintos. Posteriormente, em 1895 Ernst Abbe propôs a utilização de dois prismas para medir o ângulo em que a luz sofreria uma reflexão total (ângulo limite). Dessa forma poderia se encontrar o índice de refração de líquidos. Esse dispositivo ficou conhecido como Refratômetro de Abbe. Desde então, essa técnica vem sendo usada como principal fonte de obtenção de medidas de índice de refração.

O índice de refração tem uma aplicação muito ampla em termos de pesquisa e aplicação. Ele pode ser utilizado em diversos segmentos de atuação, tais como nas ciências biomédicas, indústria farmacêutica, controle de processos, monitoramento de pureza de produtos finais na indústria química entre outros.

Dentro das ciências biomédicas, uma das muitas aplicações em que o índice se empregou foi o trabalho de Wenger (2012) que utilizou um biossensor refratométrico para medir concentração de narcóticos no sangue ou, ainda, Diaz (2012) utilizou a diferença entre índices de refração de determinadas amostras de diversas zonas para detectar a quantidade de cloreto de sódio, cloreto de potássio e de glucose em drogas injetáveis. Quanto aos fármacos, Sum (2007) aplicou o índice de refração para medir a quantidade de anticorpos imobilizados. Em outro trabalho nessa área, Green (2007) usou refratometria para monitorar a adulteração das substâncias que desejava controlar em uma solução de medicamento. Já na área de controle de qualidade, Santos (2013) usou o índice de refração para monitorar o progresso e o ponto final da reação de transesterificação de óleo de soja para o biodiesel, e Tubino (2014) desenvolveu um sistema experimental que permitisse o monitoramento on-line de uma reação química em fluxo contínuo levando a síntese de biodiesel.

Além dessas aplicações diretas, o índice de refração pode também ser correlacionado a outras grandezas mensuráveis para encontrar outros parâmetros. Existem trabalhos como o de Kumar (2010) que tentou explicar o efeito hipoglicêmico, através interações moleculares medidas através das relações de índice de refração e da viscosidade das soluções diluídas. Malham (2008) também propôs um trabalho associando o índice de refração com a viscosidade que permitiu estudar as interações intermoleculares entre componentes de uma mistura.

Com essas pesquisas mais recentes é notório que medidas mais precisas desta variável podem gerar resultados mais relevantes, além de ampliar as novas aplicações que poderiam desfrutar desse parâmetro. Esse é um dos motivos de motivação para este trabalho ser realizado, vislumbrando uma de muitas outras alternativas possíveis, para atingir o objetivo final de encontrar medidas de índice de refração mais precisas.

## 2. Referencial Teórico

Utilizando-se da abordagem relativa a difração Makdisi (1989) utilizou um laser de He-Ne como fonte de luz, uma rede de difração de transmissão e uma câmera fotográfica para medir o deslocamento linear entre a ordem difratada no líquido em relação a mesma ordem sem a presença do líquido, ou seja, difratada apenas no ar. Esse método se mostrou eficiente obtendo uma precisão de 4 casas decimais. No entanto, tendo em vista as limitações na forma de adquirir as medidas por conta da obsolescência da câmera fotográfica e a obrigatoriedade de um grande volume de líquido para a análise, esse método pode ser aperfeiçoado.

Os trabalhos mais recentes utilizam a difração como um mecanismo complementar para um arranjo interferométrico. Nicola (1995) propôs uma técnica para medir o índice de refração de sólidos translúcidos. Utilizando-se de um feixe de laser He-Ne alargado por um expensor de feixe e colimado após ser incidido em um espelho côncavo. Esse feixe colimado e expandido é direcionado à um conjunto composto por um espelho e uma rede de difração reflexiva com um ângulo reto entre eles. Parte do feixe incide no espelho e por sua vez é refletido para a rede de difração, enquanto a outra parte do feixe atravessa o material em análise sofrendo uma alteração de fase e então incidindo direto na rede de difração. A combinação desses dois feixes na rede de difração geram uma interferência e tem as suas ordens +1 e -1 respectivamente, projetadas em uma câmera que por sua vez registra a interferência para se chegar ao índice de refração do meio.

Outro trabalho que relaciona o fenômeno da interferência com a difração foi o trabalho de Zeng (2002) que utilizou os dois comprimentos de onda gerados por um laser YAG. Nesse trabalho o autor utilizou a rede de difração para decompor e assim poder separar os dois comprimentos de onda gerados pelo laser. Após ter decomposto os dois comprimentos de onda, eles incidem em um conjunto de espelhos que é deslocado, ao retornar para a rede de difração, os dois feixes sofrem interferência e novamente são separados. Na saída de cada feixe com comprimento de onda distinto foi colocado um detector com o intuito de contar o padrão de interferência e comparar os dois para poder medir o índice de refração do meio onde o arranjo foi montado.

Alguns trabalhos mais recentes relatam métodos muito sofisticados enquanto o trabalho mais antigo apresenta um método simples, mas que devido as limitações tecnológicas do período que foi feito, não foi possível obter resultados mais precisos. Esse trabalho pretende juntar a simplicidade e a eficiência com a finalidade de se obter resultados precisos e com um dispositivo mais simples.

Segundo Hecht (2008) a difração é um fenômeno estudado desde o século XVII quando Francesco Grimaldi percebeu que a luz que incidia em um obstáculo opaco formava um padrão em que a óptica geométrica não poderia explicar. Esse fenômeno se dá quando a onda que incide no obstáculo sofre uma alteração da amplitude, da fase ou das duas gerando assim uma interferência

entre as diversas novas frentes de onda geradas pelas defasagens. Quando temos uma matriz de repetitivos elementos de difração, sejam aberturas ou obstáculos, que possam causar essas alterações, chamamos de rede de difração. O comportamento da luz que incide nesta rede é regido de acordo com o comprimento de onda da mesma ( $\lambda$ ), pelo espaçamento entre linhas, aberturas ou obstáculos ( $d$ ) e a relação entre o seno dos ângulos de incidência da luz na rede ( $\alpha$ ) e de difração da luz ( $\theta$ ). Dessa forma a expressão que relaciona ambos é dada por

$$d(\sin \theta - \sin \alpha) = m\lambda$$

Eq. (1)

onde  $m$  é a ordem da difração.

Quando a luz atravessa um determinado meio com índice de refração ( $\eta$ ) maior, a luz tem sua velocidade de propagação reduzida, dessa forma a onda tem o seu comprimento alterado em relação a onda original e por sua vez gera um deslocamento angular na luz difratada obedecendo a seguinte relação:

$$d(\sin \theta - \sin \alpha) = m\lambda/\eta$$

Eq. (2)

Para uma condição ideal onde o ângulo de incidência terá uma relação de  $90^\circ$  com a primeira ordem difratada, podemos assumir que os ângulos  $\alpha$  e  $\theta$  são complementares. Logo  $\alpha + \theta = 90^\circ$  que por sua vez nos permite dizer que  $\sin \theta = \cos \alpha$ . Portanto, para a ordem 1, podemos reorganizar os termos a Eq. (2) da seguinte forma:

$$\eta = \frac{\lambda}{d(\cos \alpha - \sin \alpha)}$$

Eq. (3)

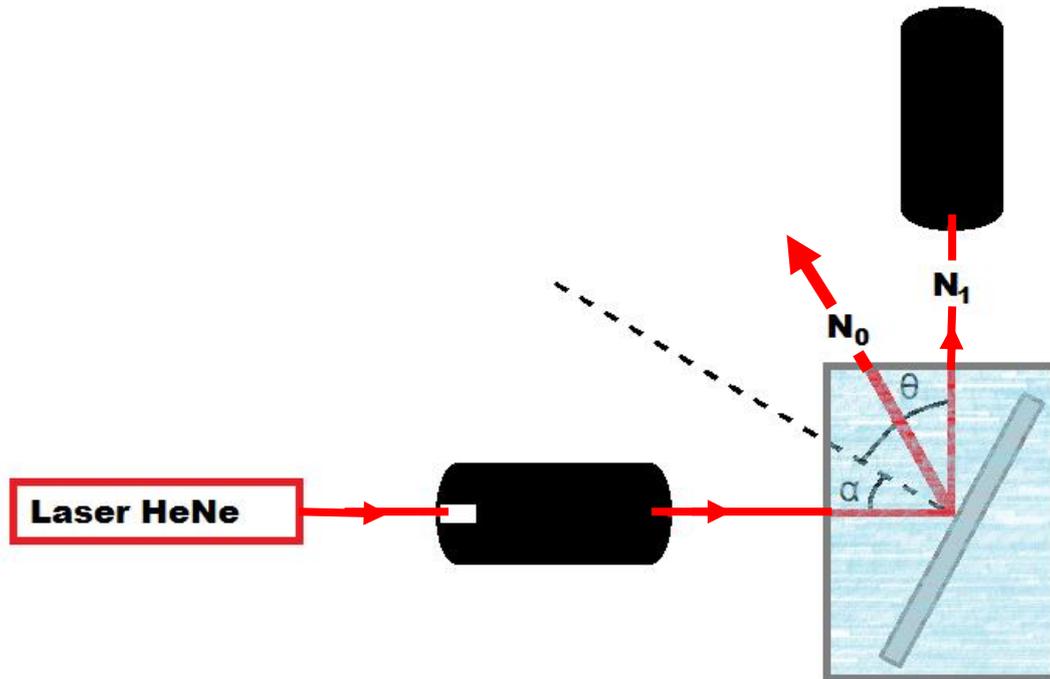
### 3. Método

O arranjo experimental consiste de um goniômetro com uma rede de difração fixada no centro dele. Em frente a esse goniômetro, um laser de He-Ne é posicionado de forma a incidir em uma janela. Nela, há uma pequena abertura responsável pela iluminação da rede de difração.

Uma vez determinado o espaçamento  $d$  entre as linhas da rede, ela é imersa em uma cuba com água destilada e então calibra-se o conjunto. Desta vez o procedimento passa por se certificar que a luz está incidindo perpendicularmente na face da cuba para que não haja nenhum tipo de desvio em função das leis descritas por Snell-Descartes. Esta calibração é feita posicionando a rede com um determinado ângulo de incidência no qual seria o ângulo resultante para a água destilada, e dessa forma, com um dispositivo capaz de girar a cuba de forma controlada, a ordem da difração é corrigida. Após

ter feito isso, a luneta do goniômetro é posicionada em um ângulo de  $90^\circ$  para quando for analisado também se certificar que a luz está saia perpendicularmente sem influência do mesmo fenômeno citado na abordagem da incidência perpendicular na cuba, como é exposto na **figura1**.

**Figura 1** – Ilustração esquemática do arranjo



Fonte: Luiz Felipe Gonçalves Dib

Uma vez que todos esses parâmetros tenham sido definidos, e que tanto numericamente quanto visualmente tenha sido possível constatar a calibração, o arranjo está pronto para medir a relação entre índice de refração e concentrações de açúcar em água.

Para essa coleta de dados, a cuba foi preenchida com um volume de 30ml de água destilada. Após a primeira coleta de dados, foi retirado 1ml do líquido depositado na cuba, que foi aproveitado para medir o índice de refração em um refratômetro de Abbe, para fins de comparação. Após a comparação, foi colocado na cuba, no lugar do 1 ml retirado, 1 ml de uma solução com concentração de 1g de açúcar para cada ml. Após cada medida feita no refratômetro difrativo, novamente se retira 1ml da solução para se fazer uma medida de comparação no refratômetro de Abbe e no lugar se coloca 1 ml da solução com concentração de 1g de açúcar por ml de água.

#### 4. Resultados e Discussão

Em um primeiro momento o líquido analisado foi uma amostra de água destilada com índice de refração de 1,332 confirmado por um refratômetro de Abbe convencional. Para essa medida foi obtido um ângulo  $\alpha = 21^\circ 40'$  e a rede

utilizada tinha um espaçamento entre as linhas de  $0,848\mu\text{m}$ . Fazendo os devidos cálculos de acordo com a Eq. (3), pudemos obter um índice de refração de 1,33185. Segundo refractiveindex.info (2015), o valor da água destilada para o comprimento de onda emitido pelo laser He-Ne é 1,3317.

Em um segundo momento utilizaram-se 10 amostras com diversas concentrações de água com açúcar e a rede de difração foi substituída por uma rede para a qual  $d = 0,835\mu\text{m}$ . Os valores obtidos são exibidos na **tabela 1**.

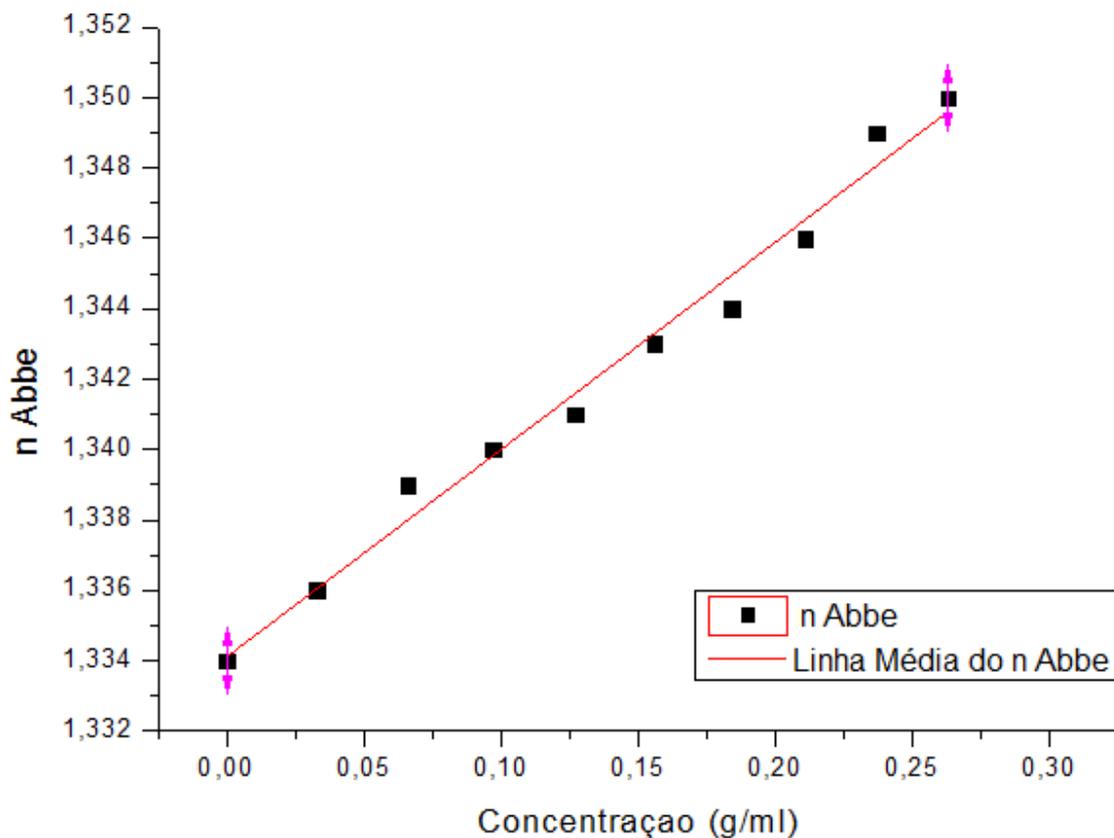
**Tabela 1** – Dados coletados

Nome da col.	Volume	Soluto	Concentração	n Abbe	Angulo	n calc.
Unidades	(ml)	(g)	(g/ml)			
2	30	1	0,033	1,336	21°22'	1,3364
3	30	1,967	0,066	1,339	21°24'	1,3385
4	30	2,901	0,097	1,34	21°26'	1,3401
5	30	3,804	0,127	1,341	21°28'	1,3427
6	30	4,677	0,156	1,343	21°30'	1,3439
7	30	5,521	0,184	1,344	21°32'	1,3455
8	30	6,337	0,211	1,346	21°34'	1,3477
9	30	7,126	0,237	1,349	21°36'	1,3493
10	30	7,889	0,263	1,35	21°38'	1,3509

Fonte: Tabela gerada no programa OriginPro 8

Com esses dados foi gerado um gráfico para exibir a relação entre as concentrações e os índices de refração analisado o refratômetro de Abbe. No **gráfico 1** é notório que a limitação da escala do instrumento e a subjetividade proporcionada por essa restrição, colocou alguns pontos fora da reta. Fato esse não ocorreria se a precisão na leitura fosse maior.

**Gráfico 1** – Relação entre medidas de concentração e índice de refração com refratômetro de Abbe

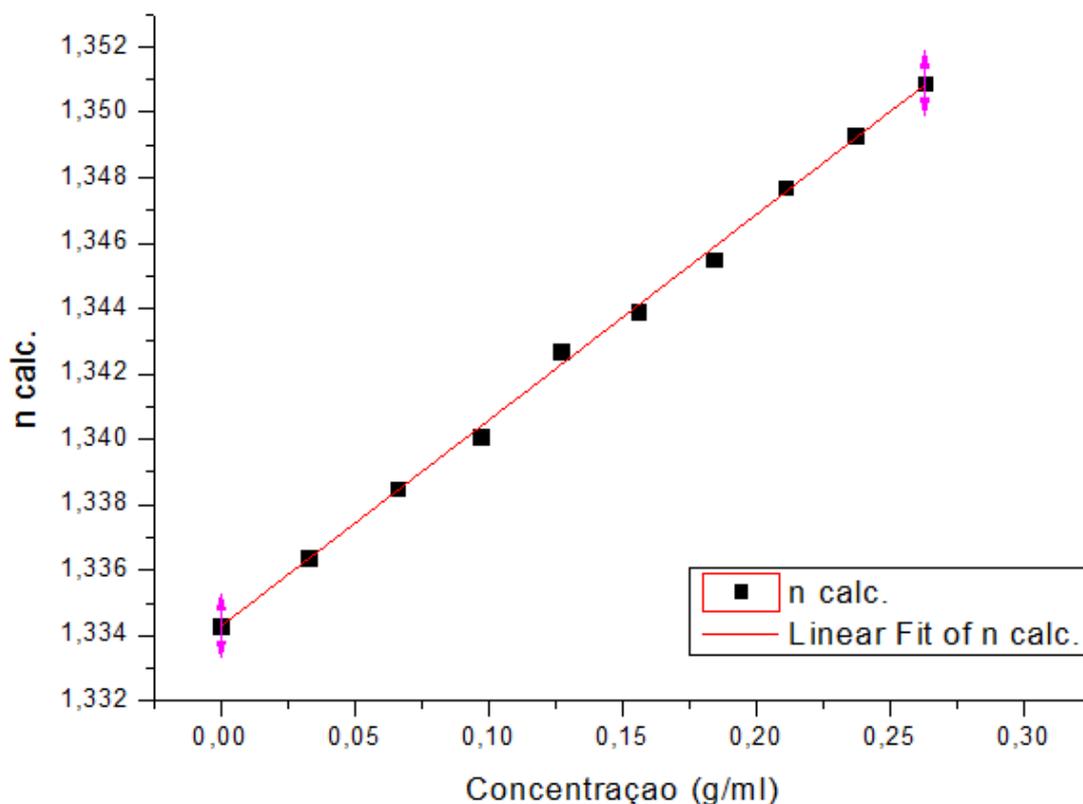


Equação	$y = a + b^*$	Valor	Erro Padrão
n Abbe	Intercepta	1,3341	4,13069E-4
n Abbe	Inclinação	0,05892	0,00257

Fonte: Gráfico gerado pelo programa OriginPro 8

Já o **gráfico 2** exibe a relação entre as soluções e os índices de refração coletados pelo dispositivo proposto nesse trabalho. O alinhamento dos pontos com a linha média comprova a precisão dos dados coletados.

**Gráfico 2** – Relação entre medidas de concentração e índice de refração com o dispositivo proposto



Equação	$y = a + b^*$	Valor	Erro Padrão
n Abbe	Intercepta	1,33428	1,47824E-4
n Abbe	Inclinação	0,06299	9,18474E-4

Fonte: Gráfico gerado pelo programa OriginPro 8

As medidas de índice de refração conferidas pelo refratômetro de Abbe foram tomadas antes e depois de a amostra ser submetida à coleta de dados. Esse processo foi aplicado para garantir que durante as medidas a solução não tenha sofrido precipitação mudando assim o índice de refração.

Alguns tipos de rede podem sofrer deterioração de acordo com a amostra analisada, por isso é importante conhecer tanto a rede quanto a amostra para que a rede não sofra ataque destrutivo. Por esse motivo houve a substituição da rede para a segunda parte do processo.

Outro fator levantado foi a relação entre o ângulo de incidência do laser na cuba. Esse ângulo necessariamente deve ser perpendicular, tal como o ângulo de saída da cuba, pois caso isso não ocorra o ângulo de incidência na rede ou na saída da cuba sofrerá uma alteração obedecendo a lei de Snell-Descartes.

## 5. Considerações finais

O presente trabalho apresentou resultados de grande significância. Os dados puderam comprovar a eficácia, precisão e exatidão do dispositivo. A medida inicial para a água destilada ao ser comparada com o valor previsto na

literatura se mostrou um início promissor. As medidas com o refratômetro difrativo obtidas para concentrações de água com açúcar, com incerteza da ordem de  $10^{-4}$ , evidenciam a precisão da técnica. Ao mesmo tempo, a comparação entre as medidas dos dois métodos mostrou que o dispositivo apresentado tem valores mais exatos tendo em vista a limitação da escala do refratômetro de Abbe que abre margem à subjetividade na leitura dos valores em sua última casa de precisão. Esse trabalho comprovou a eficácia do método. Dessa forma, esses valores são argumentos mais do que suficiente para comprovar a eficácia e o progresso na utilização dessa técnica.

Melhorias ainda são cabidas para poder se obter valores ainda mais precisos e aplicações mais amplas. Para isso novos passos serão dados usando esse trabalho como orientação. Dispositivos mais sofisticados para a análise de dados e escalas mais precisas podem ser incrementadas a esse dispositivo e assim se espera poder chegar a pelo menos 5 casas de precisão. Outra melhoria possível é a utilização de um sistema mais compacto para exigir uma menor quantidade de amostra para análise.

## Referências

ABBE, Ernest. Double Prism for Totally Reflecting Refractometers. Jena: US548495 A. 22 out. 1895

DESCARTES, R.; Dioptrics, First Discourse on Light, 1637.

DINIZ, P.H.G.D.; MELO, K.D.T.; FAGUNDES, Y.N.M.; GOMES, A.A.; NASCIMENTO, E.C.L.; SANTOS, S.R.B.; ALMEIDA, L.F.; ARAUJO, M.C.U.; Flow injection photometric determination of NaCl, KCl and glucose in injectable drugs exploiting Schlieren signals, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, v. 62, p. 172-176, mar. 2012.

GREEN, M. D.; NETTEY, H.; ROJAS, O. V.; PAMANIVONG, C.; KHOUNSAKNALATH, L.; ORTIZ, M. G.; NETWTON, P. N.; FERNANDEZ, F. M.; VONGSACK, L.; MANOLIN, O.; Corrigendum Use of Refractometry and Colorimetry as Field Methods to Rapidly Assess Antimalarial Drug Quality, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, Atlanta, v. 43, p. 1890, feb. 2007.

HECHT, E.; Optics, Pearson Education, n. 4, p. 442-451, 2008

KUMAR, R.; AKILANDESWARI, P.E.; KAMIL, M.G.M.; KANNAPPAN, V.; JAYAKUMAR, S.; Dilute solution viscometric, ultrasonic and refractometric studies of molecular interactions of human mixtard insulin with an antibiotic; Journal of Molecular Líquidos , v. 154, n. 2-3, p. 69-75, jul. 2010.

MAKDISI, Y.; ZAIDI, A.A.; BHATIA, K.S.; Laser refractometry of liquids with a diffraction grating, *Optics Communications*, v. 72, n. 3–4, p. 148-152, Jul. 1989.

MALHAM, I.B.; TURMINE, M.; Viscosities and Refractive Indices of Binary Mixtures of 1-Dutyl-3-Methylimidazolium Tetrafluoroborate and 1-Butyl-2, 3-Dimethylimidazolium Tetrafluoroborate with Water at 298K, *The Journal of Chemical Thermodynamics*, Paris, v. 40, p. 718-723, 2008.

NICOLA, S.; FERRARO, P.; FINIZIO, A.; PESCE, G.; PIERATTINI, G.; Reflective grating interferometer for measuring the refractive index of transparent materials, *Optics Communications*, v. 118, n. 5–6, p. 491-494, Aug. 1995,

REFRACTIVE INDEX. INFO. Refractive Index Database, 2008-2015. Disponível em: < <http://refractiveindex.info/?shelf=main&book=H2O&page=Hale> > . Acesso em: 14 jul. 2015.

SANTOS, R.C.R.; VIEIRA, R.B.; VALENTINI, A.; Monitoring the conversion of soybean oil o methyl or ethyl esters using the refractiveindex with correlation gas chromatography; *Microchemical Journal* , v. 109 ,p. 46-50, jul. 2013.

SUM, Y.; BAI, Y.; SONG, D.; LI, X.; WANG, L. ZHANG, H.; Design and Performances of Immunoassay Based on SPR Biosensor With Magnetic Microbeads, *Biosensors and Bioelectronics*, Changchun, v. 23, p. 473-478, jul. 2007.

TUBINO, M.; ROCHA, J.G.J.; BAUERFELDT, G.F.; Biodiesel synthesis with alkaline catalysts: A new refractometric monitoring and kinetic study, *Fuel*, V. 125, p. 164-172, 1 Jun. 2014.

ZENG, L.; FUJIMA, I.; HIRAI, A.; MATSUMOTO, H.; IWASAKI, S.; A two-color heterodyne interferometer for measuring the refractive index of air using an optical diffraction grating, *Optics Communications* , v. 203, n. 3-6 , p. 243-247, mar. 2002.

WENGER, B.; KUGELBREY, K.; GAO, H.; SIGRIST, H.; VOIRIN, G.; Au-labeled antibodies to enhance the sensitivity of a refractometric immunoassay: Detection of cocaine, *Biosensors and Bioelectronics*, v. 34, p. 94-99, apr. 21012.