

## Determinación Experimental de los Índices de Refracción de las Mezclas Binarias Benceno-Ciclohexano y Tetracloruro de Carbono-Benceno

Ulises J. JAUREGUI-HAZA\* e Ivonne RODRIGUEZ-DONIS

Centro de Química Farmacéutica, Apartado Postal 16042, La Habana, Cuba

---

**RESUMEN.** Se realizó la determinación experimental de los índices de refracción de las mezclas binarias benceno-ciclohexano y tetracloruro de carbono-benceno a 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C y 40 °C en todo el rango de concentraciones. Las variaciones del índice de refracción con la temperatura y la concentración se correlacionaron con modelos empíricos que garantizaron errores de estimación en el mismo rango del error experimental.

**SUMMARY.** "Experimental Determination of Refractive Indexes of Binary Mixtures Benzene-Cyclohexane and Carbon Tetrachloride-Benzene". Refractive indexes have been determined experimentally for the binary systems benzene-cyclohexane and carbon tetrachloride-benzene at 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, and 40 °C over the whole composition range. The variations of the property with temperature and composition were represented by means of empirical relationships, which fit the results with an uncertainty of the same order of magnitude as the experimental uncertainties.

---

### INTRODUCCIÓN

La industria farmacéutica es gran consumidora de solventes orgánicos tanto en la síntesis de intermediarios y principios activos, así como en la purificación de los mismos. La recuperación de los solventes es tarea de gran importancia por razones económicas y por su impacto en el medio ambiente. La destilación por tandas (*batch*) es la vía de recuperación de solventes más importante en la industria farmacéutica, dada la variedad de mezclas de solventes y sus volúmenes.

Es práctica común el empleo de mezclas binarias específicas para la determinación experimental del número de platos teóricos de las columnas de destilación. El análisis de las muestras, que se toman del fondo y el tope de las columnas, se realiza habitualmente a través del índice de refracción o la densidad de las mezclas<sup>1</sup>. Con el fin de garantizar la medición en línea de la concentración de las mezclas a diferentes temperaturas es necesario conocer la relación entre el índice de refracción y la concentración a diferentes valores de temperatura.

**PALABRAS CLAVE:** Índices de refracción, Benceno, Ciclohexano, Tetracloruro de Carbono.

**KEY WORDS:** Refractive Index, Benzene, Cyclohexane, Carbon Tetrachloride.

\* Autor a quien dirigir la correspondencia.

La mezcla benceno-ciclohexano ha sido ampliamente utilizada en la evaluación de columnas con hasta 50 ó 60 platos teóricos <sup>2</sup>. Por otra parte el sistema tetracloruro de carbono-benceno se utiliza en la evaluación de columnas con hasta 25 platos <sup>1</sup>. La información disponible del índice de refracción para ambas mezclas está limitada a temperaturas de 20-30 °C para algunas concentraciones <sup>2,4</sup>. Por ello el objetivo del presente trabajo fue determinar los índices de refracción para ambas mezclas como función de la concentración del componente más volátil y la temperatura en el rango 20-40 °C y establecer las correspondientes correlaciones entre los parámetros en estudio. Los resultados permitirán disponer de mayor información para evaluar la calidad de las mezclas en estudio, así como incorporar las correlaciones obtenidas a sistemas computarizados para el control de procesos y evaluación de calidad en línea de forma automática.

### MATERIALES Y MÉTODOS

Los reactivos, benceno (pureza >99,7 % y humedad <0,01 %), ciclohexano (pureza >99,5 % y humedad <0,01 %) y tetracloruro de carbono (pureza >99,8 % y humedad <0,01 %), provenientes de la firma Merck, fueron secados sobre tamiz molecular de 4 Å y destilados en vidrio antes de ser utilizados. La pureza de los reactivos se comprobó midiendo su índices de refracción y densidades a 20 °C y 25 °C. Las propiedades fisico-químicas de los reactivos se compararon con los valores correspondientes reportados en la literatura (Tabla 1).

Compuesto	$n_D$		$\rho$ (g . cm <sup>-3</sup> )	
	experimental	reportado	experimental	reportado
ciclohexano	$n_D^{20} = 1,4266$	$n_D^{20} = 1,4266$ <sup>5</sup>	$\rho^{20} = 0,7784$	$\rho^{20} = 0,7785$ <sup>5</sup>
		$n_D^{20} = 1,4262$ <sup>6</sup>		$\rho^{20} = 0,7786$ <sup>6</sup>
	$n_D^{25} = 1,4237$	$n_D^{25} = 1,42354$ <sup>7</sup>	$\rho^{25} = 0,7739$	$\rho^{25} = 0,77389$ <sup>7</sup>
benceno	$n_D^{20} = 1,5011$	$n_D^{20} = 1,5011$ <sup>5</sup>	$\rho^{20} = 0,8765$	$\rho^{20} = 0,8765$ <sup>5</sup>
		$n_D^{25} = 1,4980$		$n_D^{25} = 1,4979$ <sup>6,7</sup>
				$\rho^{25} = 0,8736$ <sup>7</sup>
tetracloruro de carbono	$n_D^{20} = 1,4601$	$n_D^{20} = 1,4602$ <sup>8</sup>	$\rho^{20} = 1,5941$	$\rho^{20} = 1,59417$ <sup>8</sup>

**Tabla 1.** Comparación de los índices de refracción ( $n_D$ ) y densidades ( $\rho$ ) de los compuestos puros con los datos reportados en la literatura.

Las mezclas binarias se prepararon por pesadas en una balanza analítica Sartorius AC 120 S. La precisión de la pesada fue de 0,1 mg. Cada mezcla fue preparada por duplicado. El índice de refracción se midió en un refractómetro Shibuya Abbè (precisión 0,0001), conectado a un termostato de circulación que garantizó la temperatura constante con una precisión de 0,1 °C. Cada valor es la media de cinco mediciones con un error relativo menor que 0,05%. La densidad de los compuestos puros se midió con un densímetro DMA 38 Anton Paar (precisión 0,0001 g.cm<sup>-3</sup>).

**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

Los valores experimentales del índice de refracción para las mezclas benceno-ciclohexano y tetracloruro de carbono-benceno aparecen en las Tablas 2 y 3, respectivamente.

$x_1$	t (°C)				
	20	25	30	35	40
0,0000	1,4266	1,4237	1,4207	1,4178	1,4152
0,1190	1,4323	1,4298	1,4267	1,4237	1,4211
0,2331	1,4390	1,4359	1,4329	1,4300	1,4270
0,3425	1,4458	1,4429	1,4396	1,4367	1,4337
0,4473	1,4528	1,4499	1,4468	1,4437	1,4410
0,5487	1,4602	1,4574	1,4544	1,4510	1,4484
0,6458	1,4681	1,4651	1,4619	1,4588	1,4555
0,7393	1,4760	1,4730	1,4698	1,4668	1,4632
0,8294	1,4840	1,4810	1,4781	1,4749	1,4719
0,9263	1,4928	1,4898	1,4866	1,4832	1,4801
1,0000	1,5011	1,4980	1,4949	1,4912	1,4881

**Tabla 2.** Índices de refracción ( $n_D$ ) para la mezcla Benceno (1)-Ciclohexano (2)

$x_1$	t (°C)				
	20	25	30	35	40
0,0000	1,5011	1,4980	1,4949	1,4912	1,4881
0,0925	1,4973	1,4941	1,4910	1,4872	1,4845
0,1866	1,4938	1,4908	1,4874	1,4838	1,4808
0,2822	1,4898	1,4868	1,4838	1,4795	1,4770
0,3795	1,4857	1,4825	1,4796	1,4758	1,4733
0,4785	1,4816	1,4785	1,4751	1,4713	1,4688
0,5792	1,4777	1,4747	1,4714	1,4674	1,4647
0,6816	1,4726	1,4701	1,4665	1,4633	1,4604
0,7859	1,4686	1,4657	1,4624	1,4592	1,4563
0,8920	1,4637	1,4610	1,4580	1,4542	1,4522
1,0000	1,4601	1,4572	1,4542	1,4507	1,4483

**Tabla 3.** Índices de refracción ( $n_D$ ) para la mezcla Tetracloruro de Carbono (1)-Benceno (2).

Los datos  $n_D$ - $x_1$ -t se correlacionaron con un polinomio de segundo orden:

$$n_D = b_0 + b_1 x_1 + b_2 t + b_{12} x_1 t + b_{11} x_1^2 + b_{22} t^2 \quad (1)$$

Los coeficientes del modelo se calcularon por el método de los mínimos cuadrados <sup>9</sup>. La Tabla 4 muestra los valores de los coeficientes en la ecuación (1) para cada una de las mezclas así como los valores del coeficiente de correlación y del error estándar de estimación de  $n_D$ .

	Benceno-Ciclohexano	Tetracloruro de Carbono- Benceno
$b_0$	1,43801	1,51478
$b_1$	0,04770	-0,04279
$b_2$	-0,00057	-0,00067
$b_{12}$	-0,00007	0,00006
$b_{11}$	0,02796	No significativo
$b_{22}$	No significativo	No significativo
$r$	0,9999	0,9994
$\epsilon$	$2,47 \cdot 10^{-4}$	$3,47 \cdot 10^{-4}$

**Tabla 4.** Coeficientes de la ecuación 1 ( $b_{ij}$ ), coeficiente de correlación ( $r$ ) y error estándar de estimación del  $n_D$  ( $\epsilon$ ) para ambos sistemas binarios.

El polinomio de segundo orden resultó el de mejor ajuste para la mezcla benceno-ciclohexano, donde el término cuadrático para la temperatura no es significativo. Sin embargo, para la mezcla tetracloruro de carbono-benceno el mejor ajuste correspondió al modelo lineal. Ambos modelos fueron utilizados para comparar los resultados del presente trabajo con los valores obtenidos por otros autores en condiciones diferentes. Para ello se emplearon los valores reportados para la mezcla benceno-ciclohexano <sup>3,4</sup> y tetracloruro de carbono-benceno <sup>2</sup>. Los errores estándar de estimación oscilaron entre  $2,12 \cdot 10^{-5}$  y  $1,52 \cdot 10^{-4}$  para el sistema benceno-ciclohexano (Tabla 5) y fue de  $3,01 \cdot 10^{-4}$  para el tetracloruro de carbono-benceno. Estos resultados avalan la posibilidad del empleo de los modelos obtenidos, ya que los errores de estimación están en el mismo rango del error experimental.

Referencia	$\epsilon$	Nomenclatura	
- 3	$7,67 \cdot 10^{-5}$	$b_{ij}$	coeficiente en la ecuación 1
- Herington, 1944 <sup>4</sup>	$1,52 \cdot 10^{-4}$	$n_D$	índice de refracción
- Richards and Hargreaves, 1944 <sup>4</sup>	$1,25 \cdot 10^{-4}$	$r$	coeficiente de correlación
- Marschner and Cropper, 1946 <sup>4</sup>	$2,12 \cdot 10^{-5}$	$t$	temperatura
- Ioffe and Morachevskii, 1955 <sup>4</sup>	$6,64 \cdot 10^{-5}$	$x_1$	fracción molar del componente más volátil
- Pavlov, 1927 <sup>4</sup>	$2,75 \cdot 10^{-5}$		
- Grimm, 1929 <sup>4</sup>	$6,64 \cdot 10^{-5}$		
- Ward, 1934 <sup>4</sup>	$3,50 \cdot 10^{-5}$		
		<b>Letras griegas</b>	
		$\epsilon$	error estándar de estimación
		$\rho$	densidad

**Tabla 5.** Error estándar de estimación del  $n_D$  ( $\epsilon$ ) para diferentes juegos de datos reportados en la literatura, utilizando la ecuación 1 para el sistema benceno-ciclohexano.

## CONCLUSIONES

Se realizó la medición del índice de refracción de las mezclas binarias benceno-ciclohexano y tetracloruro de carbono-benceno a diferentes concentraciones y temperaturas (20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C y 40 °C). Los valores obtenidos se correlacionaron en función de los parámetros en estudio, obteniéndose un modelo de segundo orden para la mezcla benceno-ciclohexano y uno de primer orden para el tetracloruro de carbono-benceno. Ambos modelos mostraron buena capacidad predictiva.

**Agradecimientos.** Los autores agradecen la colaboración de Luis O. González-Martín en las mediciones experimentales. Este trabajo fue financiado por un proyecto de investigación del Centro de Química Farmacéutica.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Weissberger, A. (1965) *Techniques of Organic Chemistry*, Vol. IV, Distillation, 2nd ed.; Interscience Publishers, págs. 62-72
2. Krell, E. (1963) *Handbook of Laboratory Distillation*, Elsevier Publishing Co., págs. 141-50
3. Tašić, A.Z.; B.D. Djordjevic & D.K. Grozdanic, ( 1992) *J. Chem. Eng. Data* **37**: 310
4. Timmermans, J. (1959) *The Physico-chemical Constants of Binary Systems in Concentrated Solutions*, Volume 1, Interscience Publishers, Inc., N.Y., 109-110
5. Lide, D. R. (1991-1992) *Handbook of Chemistry and Physics*, 72nd ed.; CRC Press, págs. 3-75
6. Dean, J.A. (1987) *Handbook of Organic Chemistry*, McGraw-Hill, Inc., N.Y., págs. 1-101
7. *TRC Thermodynamic Tables-Hydrocarbons* (1985, 1986) Thermodynamics Research Center, The Texas A&M University System: College Station, TX
8. *Selected Values of Properties of Chemical Compounds* (1981) Thermodynamics Research Center Data Project, Texas A&M University, College Station, TX.
9. Marquardt, D.W. (1963) *J. Soc. Appl. Math.* **11**: 431