



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-514-1981

**“DODECILBENCENO- DETERMINACION DEL NUMERO DE
BROMO”**

*“DODECILBENCENE- DETERMINATION OF THE BROMINE
NUMBER”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes Empresas e Instituciones:

- PROCTER & GAMBLE
- COLGATE PALMOLIVE
- ALKIM-SOL, S.A.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACION.
Departamento de Normas y Control de Calidad

“DODECILBENCENO – DETERMINACION DEL NUMERO DE BROMO”

“DODECILBENCENE – DETERMINATION OF THE BROMINE NUMBER”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

La presente Norma Mexicana establece el Método de Prueba para la determinación del número de bromo en dodecilbenceno, para usarlo en la fabricación de detergentes.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes en vigor:

NMX-C-203 Muestreo de materiales en bituminosos utilizados en la construcción

3 DEFINICION

Para los efectos de esta Norma se establece la siguiente definición:

Número de bromo.- Es el número de gramos de bromo que reaccionan con 100 gramos de la muestra, bajo las condiciones que se especifican.

4 RESUMEN DEL METODO

Una masa conocida de la muestra disuelta en un solvente específico mantenido entre 273 K a 278 K (0°C a 5°C) se titula con una solución normalizada de bromuro - bromato. El punto final de la reacción, se indica por medio de un aparato de titulación electrométrica con circuito de ojo eléctrico. La presencia de bromo libre, ocasiona un cambio repentino en la conductividad eléctrica del sistema y se detecta por el encendido del ojo eléctrico.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada o desionizada.

5.1 Solución valorada de bromato bromuro, 0.5 N. Disolver en agua 51.0 gramos de bromuro potásico, KBr y 13.92 gramos de bromato potásico KBrO_3 secados a 378 K (105°C) durante 30 minutos y complementar a un dm^3 , con agua; en un matraz volumétrico. Determinar por iodometría la normalidad exacta de esta solución.

5.2 Solución de ácido sulfúrico 1: 5, agregar lentamente un volumen de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 , de masa específica 1.84) a 5 volúmenes de agua fría. Dejar enfriar y guardar en frasco con tapón de vidrio esmerilado.

5.3 1,1,1 Tricloroetano

5.4 Acido acético glacial

5.5 Metanol

5.6 Solvente de titulación. Mezclar 714 cm^3 de ácido acético glacial, 134 cm^3 de 1, 1, 1 tricloroetano, 134 cm^3 de metanol y 18 cm^3 de ácido sulfúrico 1: 5. Guardar en frasco obscuro con tapón esmerilado a baja temperatura.

5.7 Solución de ácido nítrico al 65 % en masa

6 APARATOS Y EQUIPO

6.1 Aparato de titulación electrométrico con circuito de ojo eléctrico, incorporándole una alimentación de corriente polarizadora de alta resistencia capaz de mantener aproximadamente 0.8 V, a través de 2 electrodos de platino y con una sensibilidad tal, que un cambio de voltaje de aproximadamente 50 mV en estos electrodos, sea suficiente para indicar el punto final. Otros tipos de aparatos de titulación eléctrica comercialmente disponibles, incluyendo ciertos medidores de pH, también son adecuados.

6.2 Recipiente para la titulación

Un recipiente de vidrio, tipo termo, de aproximadamente 120 mm de altura y 45 mm de diámetro interior que pueda mantener su contenido de 273 K a 278 K (0°C a 5°C).

6.3 Agitador

Agitador que produzca un mezclado suficiente.

6.4 Electrodo

Par de electrodos de alambre de platino de aproximadamente 12 mm de largo y 1 mm de diámetro. Los alambres deben estar a 5 mm uno del otro y colocarse aproximadamente a 55 mm por debajo del nivel del líquido (limpiar el par de electrodos a intervalos regulares con ácido nítrico de 65 %, y enjuagar perfectamente antes de usarlos).

6.5 Bureta de 10 cm^3 con graduaciones de 0.05 cm^3 o menores. Para evitar la vibración de la bureta, montar el agitador en un soporte distinto del de la bureta.

6.6 Material común de laboratorio

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Colocar 10 cm³ de 1, 1, 1 tricloroetano en un matraz volumétrico de 50 cm³ y por medio de una pipeta introducir de 16 a 20 gramos de muestra. Obtener la masa de muestra introducida por medio de la diferencia entre la masa del matraz antes y después de la adición de la muestra (con una exactitud de 1 mg), o si se conoce la densidad de la muestra con exactitud se calcula su masa por medio del volumen medido; se complementa el volumen hasta el aforo con tricloroetano, y mezclar perfectamente.

7.1.1 Frecuentemente no se conoce el orden de magnitud del número de bromo de una muestra. En este caso se recomienda, emplear una muestra de 2 gramos para obtener la magnitud aproximada del número de bromo. Esta prueba exploratoria debe repetirse al tamaño adecuado de muestra.

7.1.2 La cantidad de muestra que se tome debe ser tal, que el volumen de la solución de bromuro bromato no exceda de 10 cm³, y que no ocurra separación de la mezcla en dos fases durante la titulación.

7.2 Se enfría el recipiente para la titulación y el solvente: esta temperatura debe mantenerse durante toda la titulación. Se pone en operación el aparato de titulación y se deja que se establezca el circuito eléctrico.

7.3 Se agregan 110 cm³ del solvente de titulación enfriado, al recipiente y por medio de una pipeta se agrega una alícuota de 5 cm³ de la solución preparada (véase 7.1). Hacer funcionar el agitador con rapidez y evitar cualquier tendencia a introducir burbujas de aire dentro de la solución.

7.4 Ajustar el potenciómetro hasta que el ojo eléctrico esté abierto a la mitad. Si se observa un parpadeo del ojo con este ajuste, reajustar a una posición más cerrada.

7.5 Agregar la solución de bromuro bromato en pequeñas porciones por medio de la bureta hasta que el ojo eléctrico comience a abrirse. Continuar agregando el reactivo, 2 gotas cada vez hasta que el ojo permanezca completamente abierto durante un período de no menos de 30 segundos; este es el punto final.

7.6 Deben hacerse titulaciones duplicadas del disolvente sin muestra repitiendo el procedimiento. En esta prueba testigo no deben gastarse más de 0.1 cm³ de la solución bromuro bromato

8 CALCULOS Y RESULTADOS

El número de bromo se calcula por medio de la fórmula siguiente:

$$\text{Número de bromo} = \frac{7.99 N (A - B)}{m}$$

donde:

A = cm^3 de la solución de bromuro bromato, para la titulación de la alicuota de muestra.

B = cm^3 de la solución bromuro bromato, requeridos para la titulación del testigo.

N = normalidad de la solución bromuro bromato

m = gramos de la muestra en la alicuota tomada.

Los resultados deben informarse como número de bromo de la muestra.

9 BIBLIOGRAFIA

ASTM-D-1159-77.- Standard Test Method for Bromine number of petroleum distillates and commercial aliphatic olefins by electrometric titration.

México, D.F., Abril 13, 1981

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' and 'S' intertwined, with a horizontal line crossing through the bottom of the 'R'.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Mayo 13, 1981