



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-550-1981

**“DODECILBENCENO - DETERMINACION DE MATERIA DE NO
SULFONABLE”**

*“DODECILBENCENE - DETERMINATION OF THE UNSULFONABLE
MATERIAL”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACION.-
- Departamento de Normas y Control de Calidad.

- PROCTER & GAMBLE DE MEXICO, S.A. DE C.V.

- COLGATE PALMOLIVE.

“DODECILBENCENO - DETERMINACION DE MATERIA DE NO
SULFONABLE”

“DODECILBENCENE - DETERMINATION OF THE UNSULFONABLE
MATERIAL”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para la determinación de materia no sulfonable en dodecilbenceno, el cual se emplea como materia prima en la fabricación de productos para el aseo.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente en vigor:

NMX-C-203 “Método de muestreo para materiales bituminosos utilizados en
La construcción”.

3 MUESTRAS

Para obtener la muestra necesaria para hacer la determinación, se debe seguir el procedimiento que aparece en la NMX-C-203.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

Acido sulfúrico fumante, 20% SO₃(Oleum).

Alcohol etílico, 96° G.L.

Eter de petróleo, grado reactivo.

Solución indicadora de fenolftaleína al 0.5% en masa, en alcohol de 50°G.L.

Solución de hidróxido de potasio que contenga 78.7 g de KOH x 100 cm³ (ml) de agua (m.e. 1.5263).

4.2 Materiales

Material común de laboratorio.

Bureta de vidrio de 10 cm³(ml) con llave en la cual se adapta un tubo de plástico en la punta lo suficientemente largo para depositar la muestra en el fondo de la probeta.

Cápsula de porcelana vidriada por dentro y por fuera, de 60 mm de diámetro, con pico.

Cilindro de extracción graduado de 500 cm³(ml), con tapón esmerilado.

Matraz Soxhlet de 250 cm³(ml).

Aparato para proporcionar nitrógeno.

Baño de hielo y de agua.

5 PROCEDIMIENTO

5.1 Sulfonación de la muestra

La muestra sé sulfona en el laboratorio de tal manera que sea reproducible en condiciones controladas cuidadosamente según el método siguiente:

- Colocar la probeta de 100 cm³(ml) tapada y previamente seca en el baño de hielo de modo que quede sujeta; Sin destaparse y permitir que se enfríe cuando menos 10 min.
- Llenar la microbureta de 5 cm³(ml) con el ácido sulfúrico fumante por medio de vacío y limpiar la punta con papel absorbente. Poner la muestra de alquilbenceno en la bureta de 10 cm³(ml), Llenar hasta el aforo.
- Pasar la muestra a la probeta evitando que se mojen o salpiquen las paredes procurando que toda la muestra esté en el fondo de la probeta.
- La cantidad de muestra depende de la cantidad de sulfonado neutralizado que se requiera para la determinación.
- Insertar la línea de nitrógeno seco hasta que quede a 3 cm arriba del nivel de la muestra. Abrir la corriente de nitrógeno para obtener un flujo constante sin que se agite demasiado la muestra.
- Suspender momentáneamente la corriente de nitrógeno y cuidadosamente insertar el pico de la microbureta con oleum hasta que quede a más o menos 2 cm arriba de la superficie libre de la muestra.
- Renovar el flujo de nitrógeno e insertar el extremo de la línea hasta que este se introduzca en la muestra.

- Agregar el ácido sulfúrico fumante, gota a gota, de tal manera que en un tiempo de 2 min se hayan agregado $0.5 \text{ cm}^3(\text{ml})$.
- Con mucho cuidado se saca la microbureta evitando cualquier contacto con las paredes de la probeta; limpiar la punta con papel absorbente.
- Pasar la probeta con el tubo de nitrógeno sin cambiar de posición a un baño de agua a 328 K (55°C).
- Inclinar la probeta hacia un costado del vaso de $2000 \text{ cm}^3(\text{ml})$ de tal manera que la línea de nitrógeno quede sumergida lo más que se pueda en la mezcla.
- Dejar que prosiga la reacción por 15 min, si la agitación se vuelve excesiva, reducir el flujo de nitrógeno para mantener únicamente un ligero burbujeo.
- Al final de estos 15 min levantar la línea de nitrógeno y lavarla por fuera con agua destilada a 299 K (26°C); además se lava la parte interior del tubo de vidrio de la línea de nitrógeno. Sacar la probeta del baño de agua.
- Llevar el volumen con agua destilada de modo que sea el doble del sulfonado tomando en cuenta el agua que se usó para lavar la línea de N_2
- Emplear una barra magnética protegida para homogeneizar la mezcla por un min. Enfriar en hielo fundente por 5 min. Agregar 4 gotas de la solución de fenoltaleína, mezclar y dejar reposar.
- Neutralizar con la solución de KOH concentrada hasta obtener una solución con un pH aproximado de 9, procurando que la temperatura no exceda de 333 K (60°C). Se forma una pasta que contiene un 50% de humedad aproximadamente.

5.2 Extracción de la muestra

Se pasa la muestra al cilindro de extracción con ayuda de agua caliente, de tal modo, que se tenga un total de $80 \text{ cm}^3(\text{ml})$, mezclar y disolver. Agregar suficiente alcohol etílico caliente 313 K (40°C) hasta llevar el volumen total a $150 \text{ cm}^3(\text{ml})$, y suficiente solución concentrada de KOH para hacer la solución alcalina a la fenoltaleína,

Agregar éter de petróleo hasta un volumen de $210 \text{ cm}^3(\text{ml})$, agitar por un minuto y dejar reposar para que se separen las fases.

Separar la capa etérea por medio de vacío y pasarla a un embudo de separación de $500 \text{ cm}^3(\text{ml})$, al cual se le ha puesto previamente $100 \text{ cm}^3(\text{ml})$ de alcohol al 10%. Se repiten las extracciones 5 veces con la misma cantidad de éter.

Separar la fase etérea del embudo de separación, y transferir la fase etérea a un matraz Soxhlet de 250 cm³(ml); Que previamente fue puesto a masa constante, se lleva a la campana de gases para su evaporación con ayuda de una corriente de nitrógeno y ligero calentamiento hasta tener un volumen aproximado de 10 a 15 cm³(ml), y suspender el calentamiento provocando la evaporación del disolvente girando el matraz en posición inclinada y finalmente terminar la evaporación hasta que todo el olor a éter desaparezca del matraz.

Se coloca el matraz en un desecador con drierita y se deja reposar de 15 a 20 minutos antes de determinar su masa, con una precisión de 0.0001 g.

La determinación debe hacerse por triplicado y correrse una prueba utilizando únicamente los reactivos (blanco).

6 EXPRESION DE RESULTADOS

Los cálculos de la materia no sulfonable en porciento se hacen por medio de la siguiente ecuación.

$$\% \text{ No sulfonable} = \frac{M_2 - M_1 - \text{blanco}}{M} \times 100$$

En la cual:

M₁ = Masa del matraz Soxhlet vacío.

M₂ = Masa del matraz con el extracto no sulfonable.

M = Masa de la muestra de dodecibenceno tomada para la sulfonación.

Blanco = Masa de no sulfonable de reactivos.

Todas las masas deben tomarse en gramos.

7 BIBLIOGRAFIA

Investigación técnica de Procter & Gamble de México, S.A. de C.V; 1981.

México, D.F., Diciembre 16, 1981

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS COMERCIALES DE LA SECRETARIA
DE COMERCIO.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'H. Bayardo Moreno', written in a cursive style.

LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'R. Serra Castaños', written in a cursive style.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Enero 11, 1982