
NORMA CUBANA

NC

ASTM D 86: 2010
Publicada por la ASTM en 2009

**INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO
ESTÁNDAR PARA DESTILACIÓN EN PRODUCTOS DE
PETRÓLEO A PRESIÓN ATMOSFÉRICA
(ASTM D 86:2009, IDT)**

Oil Industry — Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at
Atmospheric Pressure

ICS: 01.040.75

1. Edición Diciembre 2010
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La
Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico:
nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ASTM D86: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización designado NC/CTN-48 de Industria del Petróleo integrado por representantes de las siguientes entidades:

Unión Cupet
Ministerio del Transporte
Unión Nacional Eléctrica
Ministerio del Interior
Oficina Nacional de Normalización

Ministerio de las Fuerzas Armadas
Revolucionarias
Instituto de la Aeronáutica Civil
Ministerio de la Construcción
Ministerio de la Industria Básica

- Sustituye a la NC ASTMD 86:2008 Industria del petróleo — Método de ensayo estándar para destilación en productos de petróleo a presión atmosférica.
- Constituye una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma ASTM D 86-09 *Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure*.
- Consta de los Anexos A1, A2, A3 y A4 (normativos) y los Anexos X1, X2, X3 y X4 (informativos).

© NC, 2010

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

1 Alcance.....	7
2 Referencias normativas	7
3 Terminología.....	8
Tabla 1–preparación del aparato y de la muestra	11
4 Resumen del método de ensayo.....	11
5 Significado y uso	12
6 Aparatos	12
Figura 1 _montaje del aparato usando quemador de gas	13
Figura 2_ montaje del aparato usando un calentador eléctrico.....	14
Figura 3 _ dispositivo de centrado ptfе para junta de vidrio.....	16
Figura 4 _ ejemplo de diseño de dispositivo de centrado para frasco de cuello de orificio recto	17
Figura 5_posición del termómetro en el balón de destilación	17
7 muestreo, almacenamiento y condiciones de la muestra	18
Tabla 2–características de los grupos	18
Tabla 3 –muestreo, almacenamiento y condiciones de la muestra.....	20
8 Preparación del aparato	20
9 Calibración y estandarización	21
Tabla 4–punto de ebullición d 86 máximo y mínimo a 50 % de recobrado y punto de ebullición real (°c) ^a	22

10 Procedimiento	23
Figura 6_ ejemplo de ubicación recomendada del sensor pt- 100 en el tubo lateral del balón de destilación para el instrumento de destilación automático d 86	24
Tabla 5–condiciones durante el procedimiento de ensayo	25
11 Cálculos	29
Tabla 6-corrección aproximada de la lectura del termómetro.....	30
12 Reporte.....	32
13 Precisión y sesgo.....	33
14 Las palabras claves	35
Anexos a1.....	36
Tablas de precisión para repetibilidad (r) y reproducibilidad (r)	36
Anexo a2.....	39
Descripción detallada del equipo/aparato	39
Figura a2.1_balón a, 100 ml, balón b, 125 ml, y balón b con junta de vidrio, 125 ml	42
Figura a2.2 _detalle de la sección superior del cuello	43
Figura a2.3 _extremo inferior del tubo del condensador	44
Figura a2.4 _cilindro graduado de 100 ml.....	45
Anexo a3.....	46
Determinación de la diferencia entre el tiempo de retardo en un sistema de medición de la temperatura electrónico y un termómetro de mercurio en vidrio.....	46
Anexo a4.....	47
Procedimiento para determinar el por ciento de evaporado o recobrado a la lectura de temperatura prescrita	47

Tabla a4.1 precisión para % de evaporado a la temperatura prescrita – gasolina (ecuación consolidada)	50
Tabla a4.2 precisión del %de recobrado a una temperatura prescrita para diesel $-(r_{xxx})$	50
Tabla a4.3- puntos de referencias para determinar la pendiente, s_c o s_f	50
Tabla a4.4-repetibilidad y reproducibilidad para el grupo 1	51
Tabla a4.5 -repetibilidad y reproducibilidad para los grupos 2, 3 y 4 (método manual	51
Anexo x1.....	52
Ejemplos que ilustran los cálculos para reportar los datos.....	52
Figura x1.1 _ejemplos de reporte de ensayo.....	52
Anexo x2.....	54
Ejemplos de cálculos de repetibilidad y reproducibilidad en % volumen (de recobrado o evaporado) a la lectura de temperatura prescrita	54
Tabla x2.1 datos de destilación para muestras del grupo 1 con unidad de destilación automática.....	55
Anexo x3.....	56
Tablas de la pérdida corregida a partir de la pérdida medida y de la presión barométrica ...	56
Figura x3.1_ pérdidas corregidas a partir de las pérdidas observadas y la presión barométrica kpa.....	56
Figura x3.2_ pérdidas corregidas a partir de las perdidas observadas y la presión	57
Barométrica en mm hg	57
Anexo x4.....	58
Procedimiento para simular el error de columna emergente de un termómetro de mercurio en vidrio.....	58
Anexo x5.....	59
Formas de reporte explicativo.....	59

Figura x5.1 reporte del % de recobrado 61

Figura x5.2 reporte del % de recobrado 62

INDUSTRIA DEL PETRÓLEO — MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DESTILACIÓN EN PRODUCTOS DE PETRÓLEO A PRESIÓN ATMOSFÉRICA

1 Alcance

1.1 Este método de ensayo abarca la destilación atmosférica de productos del petróleo usando una unidad de destilación por lotes a escala de laboratorio para determinar cuantitativamente el rango de ebullición característico de productos tales como gasolinas naturales, destilados medios y ligeros, combustibles de automóvil para motores de ignición por chispa, gasolinas de aviación, combustibles para turbinas de aviación, combustible diesel regular 1-D y 2-D y combustible diesel bajo en azufre, éter especial del petróleo, naftas, éter blanco, querosenos, combustibles para quemadores grado 1 y 2.

1.2 Este método de ensayo está diseñado para el análisis de combustibles destilados, y no es aplicable a productos que contienen cantidades apreciables de material residual.

1.3 Este método abarca a los equipos de destilación manuales y automáticos

1.4 A menos que se señale de otra manera, los valores expresados en el SI de unidades serán considerados como normados. Los valores dados entre paréntesis son proporcionados solamente para información.

1.5 Esta norma no pretende abarcar todas las medidas de seguridad asociada con su uso. Es responsabilidad del que la utilice establecer las prácticas asociadas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias antes de su uso.

2 Referencias normativas

2.1 Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, solo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

2.2 Todas las normas están sujetas a revisión, y por acuerdo de las partes, en este método de ensayo se aplicarán las ediciones más recientes de las normas indicadas abajo, a menos que se especifique de otra manera, tales como en acuerdos contractuales y leyes regulatorias, donde las primeras versiones de los métodos identificados podrían ser requeridas.

2.3 Normas Cubanas

NC ASTM D 97 Método de Ensayo para Punto de Fluidez para Productos del Petróleo.

NC-ASTM D 323 Método de Ensayo para Presión de Vapor de Productos del Petróleo (Método Reid).

NC ASTM D 4057 Práctica de Muestreo Manual de Petróleo y Productos del Petróleo.

2.4 Normas ASTM

D 4177 Práctica para Muestreo Automático de Petróleo y Productos del Petróleo.

D 4953 Método de Ensayo para Presión de Vapor de Gasolina y para Mezclas de Gasolina Oxigenada (Método Seco).

D 5190 Método de Ensayo para Presión de Vapor de Productos del Petróleo (Método Automático)

D 5191 Método de ensayo para Presión de Vapor de Productos del Petróleo (Método Mini).

D 5842 Práctica para Muestreo y Manipulación de Combustibles para Mediciones Volátiles.

D 5949 Método de Ensayo para Punto de Fluidez en Productos del Petróleo (Método Automático Presión Pulsante).

D 5950 Método de Ensayo para Punto de Fluidez en Productos del Petróleo (Método Automático Tilt).

D 5985 Método de Ensayo para Punto de Fluidez en Productos del Petróleo (Método rotacional).

D 6300 Práctica para la Determinación de Precisión y Sesgo para el procesamiento de datos para uso en Métodos de Ensayos para Productos del Petróleo y Lubricantes.

E 1 Especificación para Termómetro ASTM Líquido en Vidrio.

E 77 Método de Ensayo para Inspección y Verificación de Termómetros.

E 1272 Especificación para Cilindros de Laboratorio de Cristal Graduado.

E 1405 Especificación para Frascos de Laboratorio de Cristal para Destilación.

2.5 Normas del Instituto de Energía

IP 69 Determinación de la Presión de Vapor –Método Reid.

IP 123 Productos de Petróleo – Determinación de las Características de Destilación.

IP 394 Determinación de la Presión de Vapor de Aire Saturado.

IP Norma de Método de ensayo y análisis de Petróleo y Productos relacionados 1996-Apéndice A

3 Terminología

3.1 Definiciones:

3.1.1 Volumen de carga n – El volumen de la porción de ensayo, 100 mL, cargados en el balón de destilación a la temperatura especificada en la Tabla 1.

3.1.2 Descomposición, n – de un hidrocarburo, (Craqueo) La pirolisis o ruptura de una molécula produciendo moléculas más pequeñas con puntos de ebullición más bajos que la molécula original.

3.1.2.1. Discusión – Las indicaciones características de la descomposición térmica son el desarrollo de humos y las lecturas de temperatura erráticas que usualmente decrecen después de cualquier intento de ajustar el calentamiento

3.1.3 Punto de descomposición, n – La lectura corregida del termómetro que coincide con los primeras indicaciones de la descomposición térmica (termo descomposición) del líquido en el balón de destilación.

3.1.3.1 Discusión – El punto de descomposición, que se determina bajo las condiciones de este método de ensayo, no corresponde necesariamente a la temperatura de descomposición en otras aplicaciones.

3.1.4 Punto de sequedad, n – La lectura corregida del termómetro que es observada en el instante que la última gota de líquido (con exclusión de cualquier gota o película en las paredes del balón de destilación o en el sensor de temperatura), se evapora desde el punto más bajo del balón de destilación.

3.1.4.1 Discusión – Para uso general se aplica el punto final (punto final de ebullición), en lugar de punto de sequedad. El punto de sequedad puede ser reportado para naftas con propósitos especiales, tales como aquellas utilizadas en la industria de pinturas. También el punto de sequedad es sustituido por el punto final (punto final de ebullición) cuando la muestra sea de una naturaleza tal que la precisión del punto final (punto final de ebullición) no pueda reunir los requisitos dados en la sección de precisión.

3.1.5 Retención dinámica, n – La cantidad del material presente en el cuello del balón, en el brazo lateral (tubo lateral) del balón en las paredes del balón, y en el tubo del condensador durante la destilación.

3.1.6 Efecto de columna emergente, n – El desplazamiento de las lecturas de temperaturas causadas por el uso de termómetros de mercurio en vidrio de inmersión total en modo de inmersión parcial.

3.1.6.1 Discusión – En el modo de inmersión parcial, una porción de la columna de mercurio, que es la porción emergida, está a una temperatura más baja que la porción sumergida, resultando una contracción de la columna de mercurio y una lectura de temperatura más baja.

3.1.7 Punto final (PF) ó Punto Final de Ebullición (PFE), n – La lectura máxima corregida del termómetro obtenido durante el ensayo.

3.1.7.1 Discusión — Esto ocurre usualmente después de la evaporación de todo el líquido en el fondo del balón. El término de temperatura máxima es usado frecuentemente como sinónimo.

3.1.8 Pérdidas anteriores a las finales, n – Pérdida debido a la evaporación durante la transferencia desde el cilindro al balón de destilación, pérdida de vapor durante la destilación, y vapor no condensado en el balón al final de la destilación.

3.1.9 Punto inicial de ebullición (PIE), n – La lectura corregida del termómetro que es observada en el instante en que la primera gota de condensado cae desde el extremo final del tubo del condensador.

3.1.10. Por ciento de evaporado, n – La suma del por ciento de recobrado y el por ciento de pérdida.

3.1.11 Por ciento de pérdida (o pérdidas observadas), n – cien menos el por ciento total de recobrado.

3.1.11.1 Pérdida corregida, n – por ciento de pérdidas corregidas por presión barométrica.

3.1.12 Por ciento de recobrado, n – El volumen observado del condensado en el cilindro expresado como porcentaje del volumen de carga, asociado con las lecturas simultáneas de temperatura.

3.1.13 Por ciento de recobrado, n – El por ciento máximo de recobrado como se observa de acuerdo con 10.18.

3.1.13.1 Por ciento de recobrado corregido, n – El por ciento de recuperado ajustado por la diferencia entre la pérdida observada y la pérdida corregida como se describe en la ecuación 8.

3.1.13.2 Por ciento de recobrado total, n – La combinación del por ciento de recobrado y el residuo en el balón, como se determina de acuerdo con 11.1.

3.1.14 Por ciento del residuo, n – El volumen del residuo en el balón, medido de acuerdo con 10.19 y expresado como porcentaje de volumen de carga.

3.1.15 Razón de cambio (o pendiente) n – El cambio en la temperatura leída por el por ciento de evaporado o recobrado, como se describe en 13.2.

3.1.16 Retardo de temperatura – La diferencia entre la lectura de temperatura obtenida por el dispositivo de medición de temperatura y la temperatura real en el momento de la medición.

3.1.17 Dispositivo de medición de temperatura, n- Un termómetro, como los descritos en 6.3.1 o sensor de temperatura como los descritos en 6.3.2.

3.1.18 Lectura de temperatura, n- La temperatura obtenida por un dispositivo de medición de temperatura o un sistema que sea igual a la lectura del termómetro descrito en 3.1.19.

3.1.18.1 Lectura de temperatura corregida – La lectura de temperatura como se describe en 3.1.18, corregida a la presión barométrica.

3.1.19 Lectura de termómetro(o resultado de termómetro), n – La temperatura del vapor saturado medido en el cuello del balón por debajo del tubo de vapor, como se determina por las prescripciones del termómetro bajo las condiciones de este ensayo.

3.1.19.1 Lectura del termómetro corregida, n – La lectura del termómetro como se describe en 3.1.19, corregida a la presión barométrica.

Tabla 1— Preparación del aparato y de la muestra

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4
Balón, mL.	125	125	125	125
Termómetro de destilación ASTM.	7C (7F)	7C (7F)	7C (7F)	8C (8F)
Rango de termómetro de destilación IP.	Bajo	Bajo	Bajo	Alto
Base soporte para el balón.	B	B	C	C
Diámetro del orificio mm	38	38	50	50
Temperatura al inicio del ensayo				
Balón	⁰ C	13 a 18	13 a 18	13 a 18
	⁰ F	55 a 65	55 a 65	55 a 65
Soporte del balón y la pantalla	No por encima de la Temperatura ambiente	No por encima de la Temperatura ambiente	No por encima de la Temperatura ambiente	No superior a la Temperatura ambiente
cilindro receptor y muestra	⁰ C	13 a 18	13 a 18	13 a 18 ^A
	⁰ F	55 a 65	55 a 65	55 a 65 ^a
^A Ver 10.3.1.1 para excepciones.				

4 Resumen del método de ensayo

4.1 Basado en la composición, presión de vapor, punto inicial de ebullición (PIE) esperado o Punto final esperado, o la combinación de estos, la muestra es ubicada en uno de los 4 grupos. La preparación de aparatos, temperatura del condensador y otras variables operacionales están definidas por los grupos en los cuales las muestras se clasifican.

4.2 Una porción de ensayo de 100 mL de la muestra es destilada bajo las condiciones establecidas por el grupo dentro del cual la muestra es ubicada. La destilación es realizada en una unidad de destilación de laboratorio a presión ambiente bajo las condiciones que ha sido diseñada para proporcionar aproximadamente el fraccionamiento de un plato teórico. Observaciones sistemáticas de las lecturas de temperatura y volúmenes de condensado son realizadas, dependiendo de las necesidades del uso de esta información. El volumen de residuo y pérdidas también son registrados

4.3 Al concluir la destilación, las temperaturas observadas del vapor puede ser corregida a la presión barométrica y los datos son examinados de acuerdo a los requisitos del procedimiento, tales como la razón de destilación. Este ensayo es repetido si cualquiera de las condiciones especificadas no han sido cumplidas.

4.4 Los resultados del ensayo son expresados comúnmente como % de evaporado ó % de recobrado contra la temperatura correspondiente, de igual forma se expresarán estos resultados en una tabla o de manera gráfica, como un ploteo de la curva de destilación.

5 Significado y uso

5.1 El método de ensayo básico para la determinación del rango de la temperatura de ebullición de los productos del petróleo por realización de una destilación simple ha sido utilizado en la industria del petróleo desde sus inicios. Es uno de los métodos de ensayo más antiguos bajo la jurisdicción de la ASTM, comité D 02, datan desde el tiempo cuando aún se hacía referencia a la destilación Engler. Desde que este método de ensayo ha sido usado por un período extenso, existen números en las bases de datos históricas para la estimación de la sensibilidad en uso y final de productos y procesos.

5.2 Las características de destilación de los hidrocarburos (volatilidad) tiene un efecto importante en la seguridad y manejo, especialmente en el caso de combustibles y solventes. El rango de ebullición brinda información sobre la composición, las propiedades y comportamiento del combustible durante su almacenamiento y uso. La volatilidad es el principal determinante de la tendencia de la mezcla de hidrocarburo que produce vapores potencialmente explosivos.

5.3 Las características de la destilación son importantes para las gasolinas de automóvil y de aviación, influyendo en la puesta en marcha, calentamiento, y la tendencia de cierre de vapor a las temperaturas de operaciones altas o alta altitud, o ambas. La presencia de componentes con puntos de ebullición altos en estos y otros combustibles puede significativamente afectar el grado de formación de depósitos sólidos en la combustión.

5.4 La volatilidad, como afecta la razón de evaporación, es un factor importante en la aplicación de muchos solventes, particularmente aquellos usados en pinturas

5.5 Los límites de destilación son frecuentemente incluidos en las especificaciones de productos de petróleo, acordado en contratos comerciales, aplicaciones de procesos de refinación y control, y por conformidad con las regulaciones.

6 Aparatos

6.1 Componentes Básicos del Aparato

6.1.1 Los componentes básicos de la unidad de destilación son el balón de destilación, condensador y el baño asociado con el enfriamiento, una pantalla metálica o cubierta para el balón de destilación, fuente de calentamiento, soporte del balón, dispositivo de medición de temperatura, y cilindro receptor para recuperar el destilado.

6.1.2 Las figuras 1 y 2 son ejemplos de unidades de destilación manual.

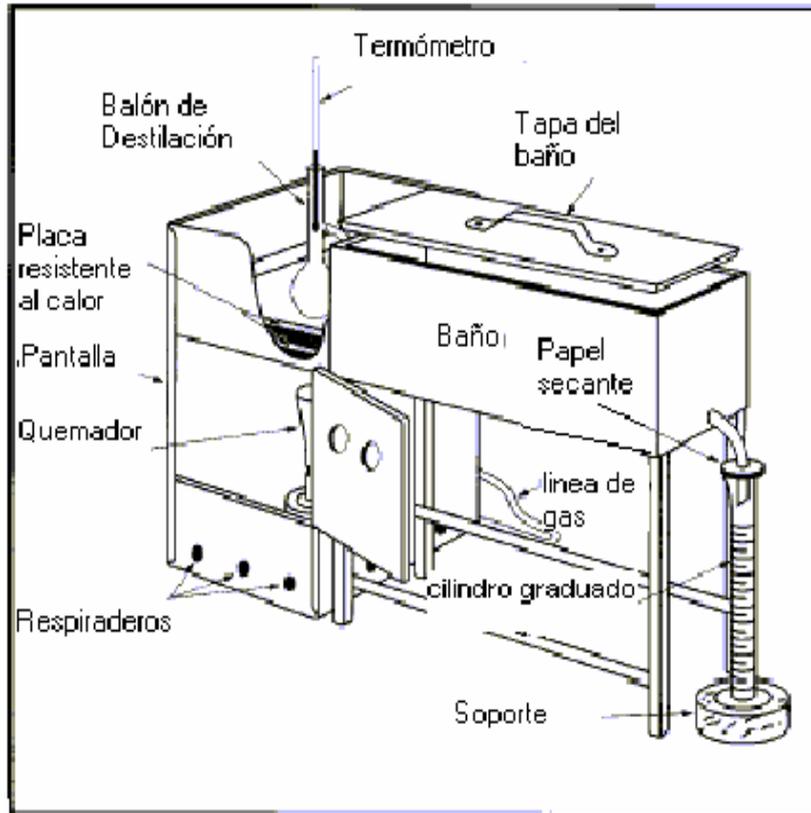
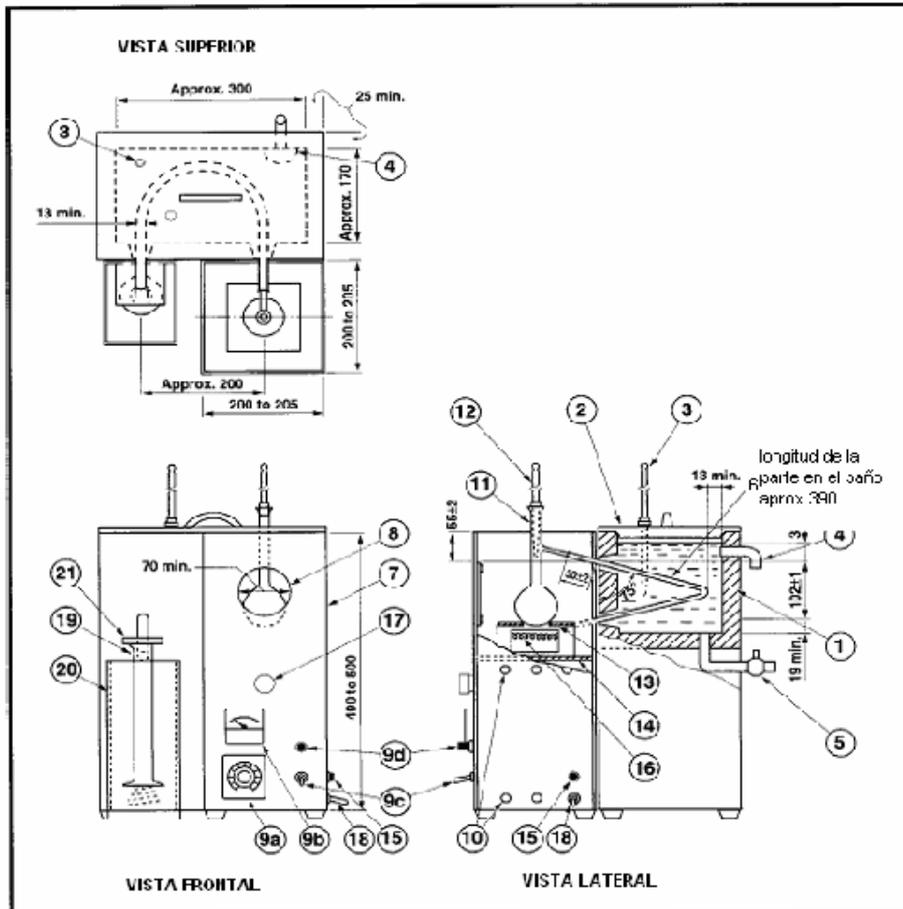


Figura 1 — Montaje del aparato usando quemador de gas



- | | |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> 1. Baño del condensador 2. Tapa del baño 3. Sensor de temperatura de baño 4. Tubo de reboso del baño, 5. Desagüe del baño, 6. Tubo del condensador 7. Protector 8. Ventana de observación, 9 a. Regulador de voltaje 9 b. Voltímetro o amperímetro 9c. Interruptor de potencia 9d. indicador de la energía luminosa 10. Abertura 11. Frasco de la destilación, | <ul style="list-style-type: none"> 12. Sensor de temperatura, 13. Base de apoyo del balón 14. Plataforma de apoyo de frasco, 15. Conexión, 16. Calentador eléctrico, 17. Botón para el ajuste de nivel de la plataforma de apoyo 18. Cordón de fuente energía 19. Cilindro recolector 20. Baño de enfriamiento del cilindro recolector 21. Tapa del cilindro recolector |
|---|---|

Figura 2 — Montaje del aparato usando un calentador eléctrico

6.1.3 Además de estos componentes básicos mencionados anteriormente en 6.1.1; las unidades de destilación automáticas están equipadas con un sistema de medición y registro automático de la temperatura asociado al volumen recobrado colectado en el cilindro.

6.2 La descripción detallada del equipo está dada en el anexo A2.

6.3 Dispositivo de medición de temperatura

6.3.1 Si usa termómetros de mercurio en vidrio serán del tipo relleno con gas inerte, graduados en el vástago (varilla) y esmaltados al dorso. Estos cumplirán las Especificaciones E1 o IP Método estándar de para el análisis y ensayo del petróleo y productos relativos 1996, Apéndice A o ambos, para los termómetros ASTM 7C/IP 5C y ASTM 7F de rango bajo y ASTM 8C/IP6C y ASTM 8F para los de rango alto.

6.3.1.1 Los termómetros que han sido expuestos por un período extenso a temperaturas por encima de 370 °C, no deberán ser usados nuevamente sin un chequeo del punto de hielo como se indica en las Especificaciones E1 y Método de Ensayo E77.

NOTA 1 Al observar lecturas del termómetro a 370 °C, la temperatura del bulbo se aproximará al rango crítico del vidrio y el termómetro podría perder su calibración.

6.3.2 Los sistemas de medición de temperatura de otra manera que aquellos descritos en 6.3.1, son satisfactorios para este método de ensayo, siempre que exhiban el mismo retardo de temperatura, efecto de columna emergente y una exactitud que sea equivalente a la de los termómetros de mercurio en vidrio.

6.3.2.1 El sistema de circuito electrónico o los algoritmos, o ambos, utilizado incluirá la capacidad para simular el retardo de temperatura de un termómetro de mercurio en vidrio.

6.3.2.2 Alternativamente, el sensor también puede ser colocado en la cubierta con el extremo del sensor cubierto de modo que en el montaje, debido a su masa y conductividad térmica ajustada, tenga un tiempo de retardo similar al de un termómetro de mercurio en vidrio.

NOTA 2 En una región donde la temperatura está cambiando rápidamente durante la destilación, el retardo de temperatura de un termómetro puede ser tanto como 3 s.

6.3.3 En caso de reclamación, el método de ensayo de arbitraje se llevará a cabo específicamente con termómetros de mercurio en vidrio.

6.4 Dispositivo para centrar el sensor de temperatura

6.4.1 El sensor de temperatura será montado a través de un aditamento que ajuste adecuadamente, diseñado para centrar mecánicamente el sensor en el cuello del balón sin que se produzcan pérdidas del vapor. Ejemplos de estos dispositivos son mostrados en las figuras 3 y 4. **(Advertencia:** El uso de un simple tapón con un hueco taladrado por el centro no es aceptado para el propósito descrito en 6.4.1.).

NOTA 3 Son también aceptados otros dispositivos para centrar siempre y cuando mantengan y coloquen el sensor de temperatura en la posición adecuada dentro del cuello del balón como se muestra en la figura 5 y se describe en 10.5.

NOTA 4 Cuando se está realizando el ensayo por el método manual, productos con un bajo PIE podrían tener una o más lecturas confusas por el dispositivo para centrar. Ver también 10.14.4.1

6.5 Los equipos automáticos fabricados a partir de 1999 serán equipados con un dispositivo para desconectar automáticamente la energía a la unidad y para atomizar un gas inerte o vapor en la cámara donde el balón de destilación es montado, en caso de incendio.

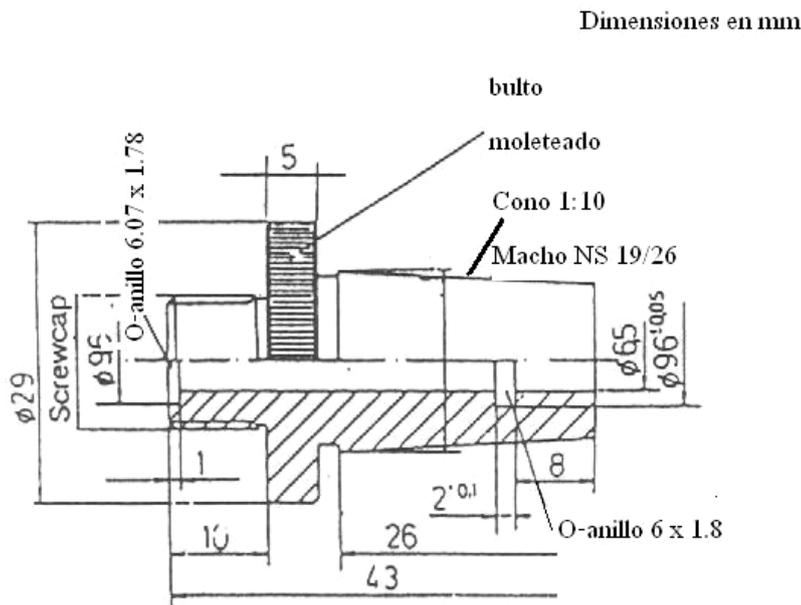


Figura 3 — Dispositivo de centrado PTFE para junta de vidrio

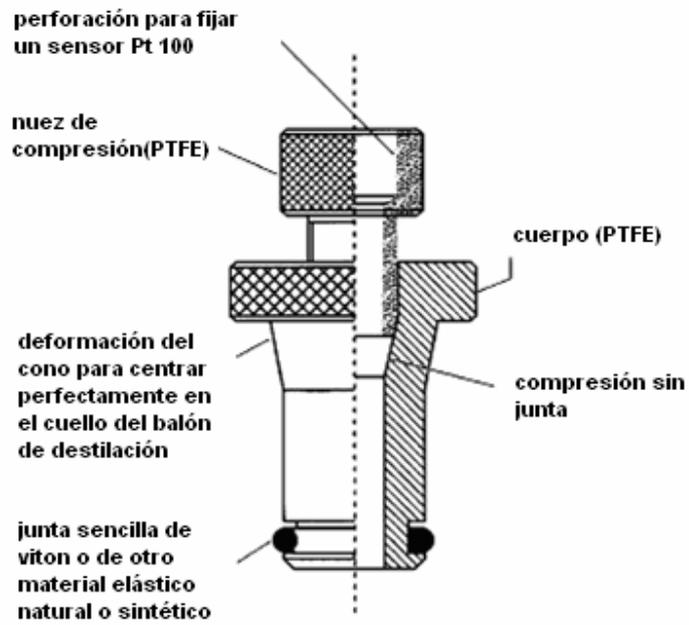


Figura 4 — Ejemplo de diseño de dispositivo de centrado para frasco de cuello de orificio recto

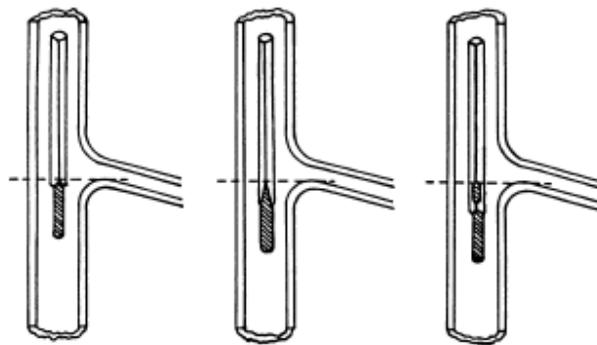


Figura 5 — Posición del termómetro en el balón de destilación

NOTA 5 Algunas de las causas de fuego son la rotura del balón de destilación, cortos eléctricos, derrame y espumeo de la muestra líquida a través de la tapa abierta del balón.

6.6 Barómetro-Aditamento medidor de presión capaz de medir la presión local de la estación con una precisión de 0,1 kPa (1mm Hg) o mejor, lo mismo en una altura relativa del nivel del mar como en los aparatos en el laboratorio (**advertencia:** No realice las lecturas a partir de barómetros aneroides ordinarios, tales como los usados en estaciones de meteorología y aeropuertos, ya que estos han sido corregidos a lecturas dadas sobre el nivel del mar.

7 Muestreo, almacenamiento y condiciones de la muestra

7.1 Determine las características del Grupo que le corresponde a la muestra a ser ensayada (ver tabla 2). Donde el procedimiento es dependiente en el grupo, el encabezado de la sección será marcado.

Tabla 2 — Características de los Grupos

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4
Características de la muestra				
Tipo de destilado				
Presión de vapor a :				
37,8 ° C, kPa	≥65,5	<65,5	<65,5	<65,5
100 ° F, psi	≥9,5	<9,5	<9,5	<9,5
(Métodos de ensayo D 323, D 4953, D 5190, D 5191, D 5482, IP 69 ó IP 394)				
Destilación, PIE				
° C			≤100	>100
° F,			≤212	>212
PF ° C	≤250	≤250	>250	>250
° F	≤482	≤482	>482	>482

7.2 Muestreo

7.2.1 El muestreo debe hacerse de acuerdo con las prácticas NC ASTM D 4057 ó ASTM D 4177 y como se describe en la Tabla 3.

7.2.1.1 Grupo1 Como condición el contenedor de muestra estará por debajo de 10 °C, preferentemente para el llenado de la botella con la muestra fría líquida y eliminando la primera muestra. Si esto no es posible debido a que en ese momento el producto es muestreado a temperatura ambiente la muestra será extraída de la botella enfriándola por debajo de 10 °C, de manera que la agitación de la muestra sea mantenida a un mínimo. Cierre la botella inmediatamente con un tapón bien ajustado (**ADVERTENCIA:** No llene completamente, ni cierre herméticamente la botella de la muestra debido a la probabilidad de ruptura por calentamiento.

7.2.1.2 Grupo 2, 3 y 4 Recoja la muestra a temperatura ambiente. Después del muestreo, cierre la botella de muestra inmediatamente con un tapón bien ajustado.

7.2.1.3 Si la muestra recibida en el laboratorio de ensayo ha sido muestreada por otros y no se conoce si el muestreo ha sido realizado como se describe en 7.2, se asumirá que la muestra ha sido muestreada también según 7.2.

7.3 Almacenamiento de la muestra

7.3.1 Si el ensayo no se realiza inmediatamente después de la recolección, almacene la muestra como se indica en 7.3.2, 7.3.3 y en la tabla 3. Todas las muestras serán almacenadas alejadas de la luz del sol y de fuentes de calor.

7.3.2 Grupo 1- almacene la muestra a una temperatura por debajo de 10 °C.

NOTA 6 Si no hay facilidades o son inadecuadas para el almacenamiento por debajo de 10 °C, la muestra podría ser almacenada por debajo de 20 °C, con la condición que el operador asegure que las botellas estén cerradas y sin roturas.

7.3.3 Grupo 2- Almacene la muestra a una temperatura por debajo de 10 °C.

NOTA 7 Si no tiene las facilidades adecuadas para el almacenamiento de la muestra por debajo de 10 °C, la muestra podría ser almacenada por debajo de 20 °C, el operador deberá asegurarse que la botella esté bien sellada y sin roturas.

7.3.4 Grupo 3 y 4- almacene la muestra a temperatura ambiente o más baja.

7.4 Condiciones de la muestra antes del análisis

7.4.1 Las muestras serán acondicionadas a las temperaturas que se muestran en la tabla 3 antes de abrir el contenedor de la muestra.

7.4.1.1. Grupo 1 y 2- La muestra será acondicionada a una temperatura menor que 10 °C (50 °F) antes de abrirse el contenedor, excepto cuando la muestra no será ensayada inmediatamente y la temperatura de la muestra está descrita en la Tabla 1.

7.4.1.2 Grupo 3 y 4- Si la muestra no está fluida a temperatura ambiente, la misma tendrá que ser calentada a una temperatura entre 9 °C y 21 °C por encima del punto de fluidez (Método de ensayo D97, D5949 o D5985), antes del análisis. Si la muestra ha sido parcialmente o totalmente solidificada durante su almacenamiento, será vigorosamente agitada después de fundirla y antes de abrir el contenedor para asegurar su completa homogeneidad.

7.4.1.3 Si la muestra no es fluida a la temperatura de la habitación, los rangos de temperatura que se muestran en la tabla 3 para el balón y la muestra no son aplicados.

7.5 Muestras húmedas

7.5.1 Las muestras de materiales que contienen agua visible no son adecuadas para este ensayo. Si la muestra no es seca, obtenga otra muestra que esté libre de agua en suspensión.

7.5.2 Grupo 1 y 2- Si tales muestras no pueden ser obtenidas, el agua en suspensión puede ser eliminada manteniendo la muestra de 0 a 10 °C, adicionando aproximadamente 10 g de sulfato de sodio anhidro por cada 100 mL de muestra, agitando la mezcla alrededor de 2 minutos y dejándola reposar alrededor de 15 minutos. Una vez que la muestra no muestre señales visibles

de agua, utilice la porción decantada de la mezcla y manténgala a una temperatura entre 1 °C y 10 °C, para el análisis. Reporte que la muestra fue secada con un desecante.

NOTA 8 El agua en suspensión en las muestras de los grupos 1y 2 puede ser eliminada por la adición de sulfato de sodio anhidro y la separación de la muestra líquida a partir de un agente desecante por decantación no afecta estadísticamente los resultados del ensayo.

7.5.3 Grupo 3 y 4 En el caso en que no se pueda obtener una muestra libre de agua, el agua en suspensión podrá eliminarse agitando la muestra con sulfato de sodio anhidro u otro desecante y separar la muestra líquida por decantación. Reporte que la muestra fue secada con un desecante.

Tabla 3 — Muestreo, almacenamiento y condiciones de la muestra

		Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4
Temperatura de la botella de muestra	⁰ C	< 10			
	⁰ F	< 50			
Temperatura de la muestra almacenada	⁰ C	< 10 ^A	< 10	Ambiente	Ambiente
	⁰ F	< 50 ^A	< 50	Ambiente	Ambiente
Temperatura de la muestra después de acondicionarla antes del análisis.	⁰ C	< 10 ^B	< 10 ^B	Ambiente o' 9 °C a 21°C por encima del punto de fluidez ^C	
	⁰ F	< 50	< 50	Ambiente o' 48 °F a 70 °F por encima del punto de fluidez ^C	
Si la muestra está húmeda		Muestrear nuevamente	Muestrear nuevamente	Secar de acuerdo con 7.5.3	
Si la muestra aún continúa húmeda ^D		Secar de acuerdo con 7.5.2			
^A Bajo ciertas circunstancias las muestras pueden también ser almacenadas a temperaturas por debajo de 20 °C (68 °F), ver 7.3.2 y 7.3.3 ^B Si la muestra será ensayada inmediatamente y está alrededor de la temperatura prescrita en Tabla 1, ver 7.4.1.1 ^C Si la muestra es semisólida a temperatura ambiente, ver también 10.3.1.1 ^D Si se conoce que la muestra es húmeda el remuestreo se puede omitir. Seque la muestra de acuerdo con 7.5.2 y 7.5.3					

8 Preparación del aparato

8.1 Diríjase a la tabla 1 y prepare el equipo seleccionando el balón de destilación apropiado, el dispositivo de medición de temperatura y la placa que sirve de soporte al balón como se indica para cada grupo. Lleve el cilindro receptor, el balón de destilación, el baño del condensador a la temperatura indicada

8.2 Tome las medidas necesarias para que la temperatura del baño del condensador y del cilindro receptor sean mantenidos a las temperaturas requeridas. El cilindro receptor estará en un baño de manera que el nivel del líquido esté por lo menos tan alto como la marca de 100 mL o rodeado por una cámara de circulación de aire.

8.2.1 Grupos 1,2, y 3 –Se incluyen como medios convenientes para los baños de temperatura baja, pero no están limitado a estos, trozos de hielo y agua, solución salina refrigerante y etilenglicol refrigerante.

8.2.2 Grupo 4- Se incluyen como medios convenientes para los baños de temperatura alta y ambiente, pero no están limitados a estos, el agua fría, el agua caliente y etilenglicol caliente.

8.3 Elimine cualquier residuo líquido en el tubo del condensador con la ayuda de un pedazo de tela sin hilachas atado al extremo de una cuerda o un cable.

9 Calibración y Estandarización

9.1 Sistema de medición de temperatura – Los sistemas de medición de temperatura usados además de los termómetros de mercurio en vidrio especificado, deberán exhibir el mismo retardo de temperatura, efecto de columna emergente y una exactitud equivalente como los termómetros de mercurio en vidrio. El chequeo de la calibración de estos sistemas de medición de temperatura será hecho a intervalos no mayores de seis meses o después que los sistemas hayan sido reparados o reemplazados.

9.1.1 La exactitud y calibración de los circuitos electrónicos o algoritmo de computación, o ambos, serán chequeados por el uso de un banco de resistencia de precisión estándar. Cuando ejecute este chequeo, ningún algoritmo será utilizado para corregir la temperatura por el retardo de temperatura y el efecto de columna emergente (ver las instrucciones del fabricante).

9.1.2 La verificación de la calibración de los dispositivos de medición de temperatura se realizará por destilación con tolueno según el Grupo 1 de este método de ensayo y comparando la temperatura del 50 % de recobrado con la que se muestra en la tabla 4¹.

9.1.2.1 Si la lectura de temperatura no está dentro de los valores mostrados en la tabla 4 para el aparato respectivo que se utiliza (vea la nota 10 y la tabla 4), el sistema de medición de temperatura será considerado defectuoso y no se utilizará para este ensayo.

NOTA 9 El tolueno es usado como un fluido de verificación para la calibración, este no producirá casi información sobre cuan bien un sistema de medición electrónico simula la temperatura de retardo de un termómetro de líquido en vidrio.

9.1.2.2 Se usará, el tolueno y el hexadecano (cetano) grado reactivo, conforme a las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química. Sin embargo, podría también usarse de otros grados, con la condición de que primeramente se determine que el reactivo es lo suficientemente puro para usarlo sin perder la exactitud de la determinación.

NOTA 10 El punto de ebullición del tolueno mostrado en los manuales de referencia es de 110,6 °C a 101,3 kPa, cuando se determina usando termómetro de inmersión parcial. Debido a que este método de ensayo usa termómetros calibrados por inmersión total, los resultados típicamente podrían ser inferiores, dependiendo del termómetro y de la situación, pudiera ser diferente para cada tipo de termómetro. El punto de ebullición del hexadecano mostrado en los manuales de referencia es 287,0 °C a 101,3 kPa, cuando se determina usando termómetro de inmersión parcial. Debido a que este método de ensayo usa termómetros calibrados por inmersión total, los resultados típicamente podrían ser inferiores, y dependiendo del termómetro y de la situación, pudiera ser diferente para cada tipo de termómetro

¹Los datos de soporte han sido archivados en la Oficina Central Internacional de la ASTM y pueden ser obtenidos en el reporte de investigación RR D 02- 1580

9.1.3 Un procedimiento para determinar la magnitud del retardo de la temperatura es descrito en el Anexo A3.

9.1.4 Un procedimiento para imitar el efecto de columna emergente se describe en el Anexo X4.

9.1.5 Para chequear la calibración del sistema de medición de temperatura a temperaturas elevadas, use hexadecano. El sistema de medición de temperatura indicará, al 50% de recobrado, una temperatura comparable con las mostradas en la tabla 4 para los aparatos respectivos bajo las condiciones de destilación del Grupo 4.

NOTA 11 Debido a que el punto de ebullición del hexadecano es elevado, la destilación de verificación del Grupo 4, tendrá que realizarse en un condensador a temperaturas mayores de 20 ° C.

Tabla 4 — Punto de ebullición D 86 máximo y mínimo a 50 % de recobrado y Punto de ebullición real (°C)^A

		Manual		Automático	
		Punto de ebullición D86 a 50 % de recobrado en condiciones mínimas de destilación	Punto de ebullición D86 a 50 % de recobrado en condiciones máximas de destilación	Punto de ebullición D86 a 50 % de recobrado en condiciones mínimas de destilación	Punto de ebullición D86 a 50 % de recobrado en condiciones máximas de destilación
Tolueno	Punto de ebullición real ASTM/IP	Grupo 1, 2 y 3			
	110,6	105,9	111,8	108,5	109,7
hexadecano	Punto de ebullición real ASTM/IP	Grupo 4	Grupo 4	Grupo 4	Grupo 4
	287,0	272,2	283,1	277,0	280,0

^A Las temperaturas para la destilación manual y automática mostradas en esta tabla son los valores para un intervalo de tolerancia de 95 % a 99 % de la población. La tolerancia propuesta es aproximadamente 3 x sigma. La información sobre los valores en esta tabla pueden encontrarse en RR: D02-1580.

9.2 Método automático

9.2.1 Seguidor de Nivel- Para equipos de destilación automáticos, el mecanismo seguidor de nivel del equipo tendrá una resolución de 0,1 mL o mejor con un error máximo de 0,3 mL entre los puntos de 5 y 100 mL. La calibración del montaje será verificada de acuerdo con las instrucciones del productor a intervalos no mayores de tres meses y después que los sistemas hayan sido reemplazados o reparados.

NOTA 12 El procedimiento típico de calibración involucra la verificación de la salida con el receptor conteniendo 5 y 100 mL del material respectivamente.

9.2.2 Presión barométrica - A intervalos no mayores de 6 meses y después que el sistema ha sido montado o reparado, la lectura barométrica del instrumento puede ser verificada contra un barómetro como se describe en 6.6.

10 Procedimiento

10.1 Registre la presión barométrica imperante.

10.2 Grupo 1 y 2- Asegúrese que la muestra esté acondicionada de acuerdo con la tabla 3. Fije a un termómetro de rango bajo un corcho bien ajustado o tapón de goma de silicona o de otro material polimérico equivalente de manera que, ajuste dentro del cuello del contenedor de la muestra y lleve la temperatura de la muestra a la temperatura indicada en la tabla 1.

10.3 Grupo 1, 2,3, y 4 – Chequee que la temperatura de la muestra sea la indicada en la tabla 1. Vierta la porción de ensayo exactamente hasta la marca de 100 mL del cilindro receptor, y transfiera el contenido del cilindro receptor completamente dentro del balón de destilación, asegurándose que nada de líquido fluya dentro del tubo de vapor.

NOTA 13 Es importante que la diferencia de temperatura de la muestra y la temperatura del baño alrededor del cilindro recolector sea lo más pequeña posible. La diferencia de 5 °C puede provocar una diferencia de 0,7 mL.

10.3.1 Grupo 3 y 4- Si la muestra no está fluida a temperatura ambiente, ésta será calentada a una temperatura entre 9 y 21 °C por encima del punto de fluidez (Métodos de ensayos D97, D5949, D5950, o D5985) antes del análisis. Si la muestra está parcialmente o completamente solidificada en un período intermedio, ésta será vigorosamente agitada después de fundirla, antes del muestreo, para asegurar homogeneidad.

10.3.1.1 Si la muestra no está fluida a temperatura ambiente, no tome en cuenta los rangos de temperatura que se muestran en la tabla 1 para el cilindro receptor y la muestra. Antes del análisis caliente el cilindro receptor aproximadamente a la misma temperatura de la muestra. Vierta la muestra calentada exactamente hasta la marca de 100 mL del cilindro receptor, y transfiera el contenido completamente dentro del balón de destilación, asegurándose que nada de líquido fluya dentro del tubo de vapor.

NOTA 14 Cualquier materia que se evapore durante la transferencia de un recipiente a otro contribuye a la pérdida, cualquier materia que quede remanente en el cilindro contribuye al volumen de recobrado observado en el momento del punto inicial de ebullición (PIE).

10.4 Si la muestra pudiera demostrar una conducta de ebullición irregular esperada, es decir, ebullición violenta, agregue algunas perlas de vidrio a la muestra. La adición de algunas perlas de vidrio es aceptable para cualquier destilación.

10.5 Ajuste el sensor de temperatura a través de un dispositivo de ajuste, como se describe en 6.4, para centrar mecánicamente el sensor en el cuello del balón. En el caso de termómetros, el bulbo está centrado en el cuello y el extremo inferior del capilar está nivelado con el punto más alto del fondo de la pared interior del tubo de vapor (ver figura 5). En caso que use un termopar o un termómetro de resistencia, siga las instrucciones del fabricante para su colocación (ver figura 6).

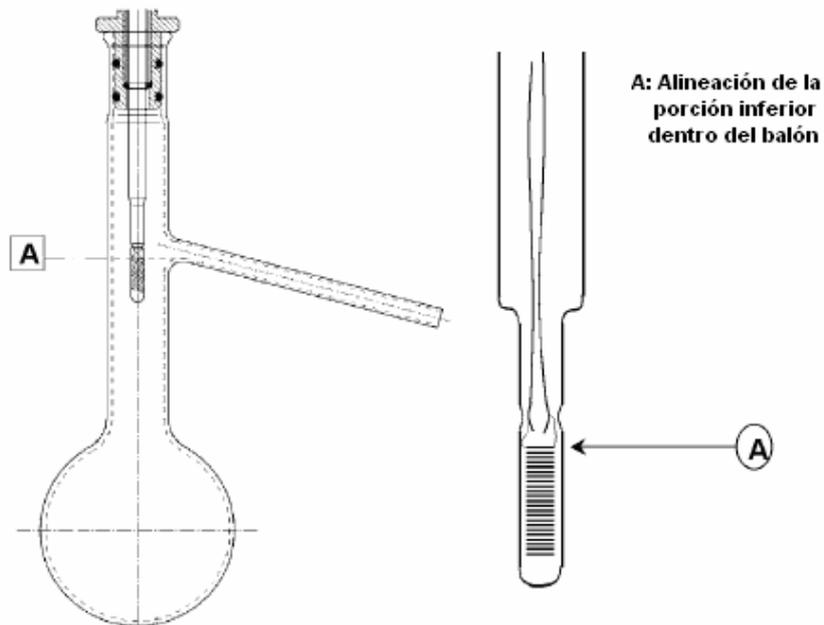


Figura 6 — Ejemplo de ubicación recomendada del sensor Pt- 100 en el tubo lateral del balón de destilación para el instrumento de destilación automático D 86

NOTA 15 Si se usa grasa de vacío en la superficie de unión del dispositivo para centrar, use la menor cantidad posible.

10.6 Fije el tubo de vapor del balón, con un corcho ajustado o un tapón de goma de silicona u otro material polimérico equivalente, de manera que ajuste dentro del tubo del condensador. Ajuste el balón en posición vertical de manera que el tubo de vapor se extienda dentro del tubo del condensador a una distancia de 25 a 50 mm. Eleve y ajuste el soporte del balón para que el fondo del mismo quede acomodado y ajustado.

10.7 Coloque el cilindro receptor que fue usado para medir la muestra, sin secar el interior del cilindro, dentro de un baño de temperatura controlada debajo del extremo inferior del tubo del condensador. El extremo del tubo del condensador será centrado dentro del cilindro de recepción y se extenderá en este a una distancia de por lo menos 25 milímetros, pero no por debajo de la marca de 100 mL.

Tabla 5 — Condiciones durante el procedimiento de ensayo

		Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4
Temperatura del baño de enfriamiento ^A	°C	0-1	0-5	0-5	0-60
	°F	32-34	32-40	32-40	32-140
Temperatura del baño alrededor del cilindro recibidor	°C	13-18	13-18	13-18	±3 de la Temperatura de carga
	°F	55-65	55-65	55-65	±5 de la Temperatura de carga
Tiempo desde la primera aplicación de calor hasta el punto inicial de ebullición, min.		5-10	5-10	5-10	5-15
Tiempo desde el punto inicial de ebullición hasta el 5% de recobrado, s		60-100	60-100		
Velocidad promedio uniforme de condensación desde 5% de recobrado hasta 5 mL en el balón, mL/min.		4-5	4-5	4-5	4-5
Tiempo registrado desde 5 mL de residuo hasta el punto final de ebullición, min		5 máx	5 máx	5 máx	5 máx
^A Las propiedades de la temperatura del baño del condensador dependerá del contenido de cera en la muestra y de las fracciones de destilación. El ensayo se desarrolla generalmente usando una sola temperatura de condensación. La formación de cera en el condensador puede ser deducida a partir de (a) la presencia de partículas de cera en el destilado cayendo en la punta del goteo (b) pérdidas altas de destilación que podrían ser esperadas a partir del punto de ebullición inicial de la porción de ensayo (c) razón de recobrado irregular (d) la presencia de partículas de cera durante la eliminación del líquido residual por la limpieza con un tejido libre de hilachas (ver 8.3). La temperatura mínima que permite una operación satisfactoria será usada. En general un baño de temperatura en el rango de 0 a 4 °C es adecuado para queroseno, petróleos combustibles Grado No.1y combustibles diesel Grado No 1-D. En algunos casos comprenden petróleos combustibles Grado 2 , combustibles Diesel Grado 2-D , gasoil y destilados similares, pudiendo ser necesario mantener la temperatura del baño del condensador en un rango de 38 a 60 °C .					

10.8 Punto inicial de ebullición

10.8.1 Método manual: Para reducir las pérdidas de evaporación del destilado, cubra el cilindro de recepción con un pedazo de papel secante o de material similar, que haya sido cortado para que ajuste en el tubo del condensador. Si se está utilizando un deflector del recipiente, comience la destilación con el extremo del deflector apenas tocando la pared del cilindro de recepción. Si no usa un deflector del recipiente mantenga el extremo de goteo del condensador alejado de las paredes del cilindro de recepción. Anote el tiempo de comienzo de la destilación. Observe y registre el PIE con una aproximación 0,5°C(1,0°F). Si no ha utilizado un deflector del recipiente, mueva inmediatamente el cilindro de recepción de manera que el extremo del condensador toque su pared interna.

10.8.2 Método automático: Para reducir las pérdidas de evaporación del destilado, utilice un dispositivo provisto por un instrumento fabricado para este propósito. Aplique calentamiento al balón de destilación y a su contenido con el extremo del deflector de receptor apenas tocando la pared del cilindro receptor. Anote el tiempo de inicio de la destilación. Registre el PIE con una aproximación de 0,1 °C (0,2°F).

10.9 Regule el calentamiento de manera que el intervalo de tiempo entre la primera aplicación de calor y el PIE sea el especificado en la tabla 5.

10.10 Regule el calentamiento, de manera que se logre el tiempo indicado en la tabla 5, entre el PIE y el 5 % de recobrado.

10.11 Continúe regulando el calentamiento de manera que la velocidad uniforme promedio de la condensación del 5 % de recobrado para 5 mL de residuo en el balón sea de 4 a 5 mL por minutos. (**Advertencia**-Debido a la configuración del balón de ebullición y a las condiciones del ensayo, el vapor y el líquido alrededor del sensor de temperatura no está en equilibrio termodinámico. La velocidad de la destilación tendrá un efecto en la medición de la temperatura del vapor. En lo adelante, la velocidad de destilación será mantenida constante como sea posible a través de todo el ensayo).

NOTA 16 Cuando se ensayan muestras de gasolinas, es común ver en el condensado de forma repentina fases líquidas no miscibles y gotas en el dispositivo medidor de temperatura y en el cuello del balón de destilación a una temperatura de vapor de alrededor de 160 ° C. Esto podría estar acompañado por una caída de la temperatura de vapor (alrededor de 3°C) y un descenso en la velocidad del recobrado. Este fenómeno puede ser debido a la presencia de trazas de agua en la muestra y podría durar de 10 a 30 s antes que la temperatura se recupere y el condensado comience a fluir suavemente otra vez. Este punto es a veces designado como punto de vacilación.

10.12 Repita cualquier destilación que no satisfaga los requisitos descritos en 10.9, 10.10 y 10.11.

10.13 Si un punto de descomposición, como se describe en 3.1.3, es observado, retire el calentamiento y proceda como se indica en 10.17.

10.14 En el intervalo entre el PIE y el final de la destilación, observe y anote los datos necesarios para el cálculo y el reporte de los resultados del ensayo según los requisitos de especificación implicados, o según lo establecido para la muestra en este ensayo. Estos datos observados pueden incluir las lecturas de temperatura prescrita al por ciento de recobrado o el por ciento de recobrado a la lectura de temperatura prescritas, o ambas.

10.14.1 Método Manual: Registre todos los volúmenes en el cilindro graduado con una aproximación de 0,5 mL y todas las lecturas de temperatura con una exactitud de 0,5 °C (1 °F).

10.14.2 Método Automático: Registre todos los volúmenes en el cilindro receptor con una aproximación de 0,1mL y todas las lecturas de temperatura con una exactitud de 0,1°C (0,2 °F).

10.14.3. Grupo 1,2, 3 y 4- En los casos en los cuales los requerimientos de los datos no han sido indicados, anote el PIE y el PF o el punto seco, o ambos y las lecturas de la temperatura en 5, 15, 85, y el 95% de recobrado y cada múltiplo del 10 % de recobrado desde el 10 al 90.

10.14.3.1 Grupo 4- Cuando se emplean termómetros de rango alto para el ensayo de combustibles de turbinas de aviación y productos similares, las lecturas del termómetro se pueden oscurecer por el dispositivo para centrar. Si se requieren estas lecturas, realice una segunda

destilación de acuerdo con el Grupo 3. En tales casos, pueden ser reportadas las lecturas de un termómetro de rango bajo en lugar de las lecturas oscurecidas de un termómetro de rango alto, y reporte el ensayo como se indica. Si por acuerdo las lecturas cuya observación se oscureció son eliminadas, el reporte del ensayo lo indicará.

10.14.4 Cuando se requiere reportar la lectura de temperatura para el por ciento de evaporado o recuperado descrito de una muestra que presente un cambio rápido de la pendiente de la curva de destilación en la región de por ciento de evaporado prescrito o lectura de recobrado, anote las lecturas de temperatura en cada 1 % de recobrado. Se considera que la pendiente cambia rápidamente si el cambio de la pendiente (C) de los puntos descritos en 10.14.2 en el área particular es mayor que 0,6 (cambio de pendiente (F) si es mayor que 1,0) según lo calculado por la ecuación 1 y 2

$$\text{Variación de la pendiente (C)} = \frac{(C2 - C1)/(V2 - V1) - (C3 - C2)/(V3 - V2)}{\dots\dots\dots} \quad (1)$$

$$\text{Variación de la pendiente (F)} = \frac{(F2 - F1)/(V2 - V1) - (F3 - F2)/(V3 - V2)}{\dots\dots\dots} \quad (2)$$

Donde:

C1 primera lectura de temperatura del % del volumen recuperado, °C

C2 temperatura del % del volumen recuperado de un punto en cuestión, °C

C3 temperatura del % del volumen recuperado de un punto siguiente en cuestión, °C

F1 primera lectura de temperatura del % del volumen recuperado, °F

F2 temperatura del % del volumen recuperado de un punto en cuestión, °F

F3 temperatura del % del volumen recuperado de un punto siguiente en cuestión, °F

V1 primera lectura de % volumen recuperado

V2 % del volumen recuperado de un punto en cuestión

V3 % del volumen recuperado de un punto siguiente en cuestión

10.15 Cuando el líquido residual en el balón es aproximadamente 5 mL, realice un ajuste final del calentamiento. El tiempo desde los 5 mL del residuo líquido en el balón hasta el PF (PFE) estará dentro de los límites establecidos en la tabla 5. Si esta condición no se cumple repita el ensayo con las modificaciones adecuadas para ajustar el calentamiento final.

NOTA 17 Puesto que es difícil determinar cuando hay 5 mL del líquido ebullo de dejados en el balón, esto a veces es determinado por la observación de la cantidad de líquido recuperado en el cilindro de receptor. La interrupción dinámica se ha determinado aproximadamente 1,5 mL de este punto. Si no hay pérdidas anteriores a las finales, la cantidad de 5 mL en el balón se puede que corresponde con una cantidad de 93,5 mL en el cilindro receptor. Esta cantidad tiene que ser ajustada para estimar la cantidad pérdidas anteriores a las finales.

10.15.1 Si la pérdida anterior a la final real, difiere más de 2 mL del valor estimado, el ensayo será repetido.

10.16- Observe y anote el PF (PFE) o el punto de sequedad o ambos, como sea necesario y retire el calentamiento.

Nota 18 Grupos 1 y 2 una vez que el ajuste final del calor es realizado, la lectura del termómetro continuará hasta incrementarse. A medida que la destilación se acerca al punto final (punto final de ebullición) la destilación típicamente alcanza el punto de sequedad. Después que el punto de sequedad ha sido alcanzado la lectura del termómetro deberá continuar incrementándose. El fondo del balón deberá estar seco pero las paredes y el cuello del balón y el sensor de temperatura aún tendrán presente vapor condensado. El vapor condensado puede tener una apariencia de una nube de humo blanco. Esta nube de vapor condensado deberá rodear totalmente el sensor medidor de temperatura antes de que comience a decrecer la temperatura del vapor. Si estas observaciones no ocurren, el punto final no habrá sido alcanzado. Es aconsejable repetir el ensayo adicionando un calentamiento para el ajuste del calentamiento final. Típicamente la temperatura del vapor continuará aumentando hasta el punto de sequedad y el sensor de medición de temperatura sumergido en la nube de vapor. Cuando el punto final está cerca la velocidad del incremento de la temperatura será lento y el nivel no cambia en el cilindro receptor. Una vez alcanzado el punto final la temperatura del vapor comenzará a decrecer continuamente. Si la temperatura del vapor comienza a decrecer pero entonces incrementa y repite este ciclo mientras la temperatura del vapor continua incrementándose usted tiene que adicionar mucho más calor para ajustar el calentamiento final. Si este es el caso, sería aconsejable repetir este ensayo disminuyendo lentamente el calentamiento final.

Grupos 3 y 4, muchas muestras en los grupos 3 y 4 tienen las mismas características de destilación en lo que se refiere al punto seco y punto final como los grupos 1 y 2. Con muestras que contengan materiales de mayor punto de ebullición no será posible detectar el punto de sequedad o el punto final antes de que ocurra el punto de descomposición.

10.17 Permita que el destilado drene dentro del cilindro de recepción, después de haber eliminado el calentamiento.

10.17.1 Método Manual: Mientras que el tubo del condensador esté escurriendo dentro del cilindro, observe y anote el volumen del condensado con una aproximación de 0,5 mL en intervalos de 2 minutos hasta que dos observaciones sucesivas concuerden. Mida el volumen exactamente en el cilindro recolector y regístrelo con una aproximación de 0,5 mL.

10.17.2 Método Automático: El equipo monitorea continuamente el volumen recobrado hasta que la diferencia entre los volúmenes observados no sea mayor que 0,1mL en un intervalo de 2 minutos. Anote el volumen en el cilindro receptor con una exactitud de 0,1mL.

10.18 Anote el volumen en el cilindro recolector como por ciento de recobrado. Si la destilación fue previamente interrumpida bajo estas condiciones de punto de descomposición, deduzca el por ciento de recuperado a partir de 100, anote la diferencia como la suma del por ciento de residuo y el por ciento de pérdida, y omita el procedimiento dado en 10.19.

10.19 Después que el balón se haya enfriado y no se observe más vapor, desconecte el balón del condensador, vierta el contenido en un cilindro graduado de 5mL y con el balón suspendido sobre el cilindro, permita que el balón escurra hasta que no se aprecien incrementos de volumen del líquido en el cilindro. Mida el volumen en el cilindro graduado con una aproximación de 0,1 mL y regístrelo como por ciento de residuo.

10.19.1 Si el cilindro graduado de 5-mL no tiene las graduaciones por debajo de 1 mL y el volumen de líquido es menor de 1 mL, rellene el cilindro con 1 mL de un aceite pesado para permitir una mejor estimación del volumen del material recuperado.

10.19.1.1 Si es obtenido un residuo mayor que el esperado, y la destilación no ha sido terminada intencionalmente antes de PF, chequee si el calentamiento adecuado fue aplicado al final de la

destilación y las condiciones durante el ensayo conforme con lo especificado en la tabla 5. Si no repita el ensayo.

NOTA 19 En el Método de Ensayo D 86 los residuos de destilación para gasolinas, keroseno, y diesel destilado son típicamente 0,9 a 1,2; 0,9 a 1,3 y 1,0 a 1,4 % volumen respectivamente.

NOTA 20 El método de ensayo no está diseñado para el análisis de combustibles destilados que contengan cantidades apreciables de materiales residuales (vea 1.2).

10.19.2 Grupo 1, 2,3 y 4 - Anote el volumen en el cilindro graduado de 5 mL como por ciento de residuo con una aproximación de 0,1 mL.

10.20 Si la intención de la destilación es determinar el por ciento de evaporado o por ciento de recobrado a la lectura corregida de temperatura predeterminada, modifique el procedimiento conforme a las instrucciones descritas en el anexo A4.

10.21 Examine el tubo del condensador y la tubuladura lateral del balón para los depósitos sólidos o cerosos. Si los encuentra repita el ensayo después de realizar los ajustes descritos en el pie de nota A de la tabla 5.

11 Cálculos

11.1 El % total de recobrado es la suma del % de recuperado (ver 10.18) y el % de residuo (vea 10.19). Deduzca el por ciento de recuperado total a partir de 100 para obtener el por ciento de pérdida.

11.2 No corrija la presión barométrica por depresión del menisco, y no ajuste la presión la cual estaría en el nivel del mar.

NOTA 21 La lectura de la presión barométrica observada no tiene que ser corregida a una temperatura y gravedad estándar. Incluso sin realizar estas correcciones, las lecturas de temperaturas corregidas de una misma muestra tomada en dos laboratorios, en diferentes localidades del mundo difieren en menos de 0,1°C hasta 100 °C. La mayoría de los datos obtenidos han sido reportados a una presión barométrica sin corregir a la temperatura y gravedad estándar.

11.3 Corrija las lecturas de temperatura a 101,3 kPa (760 mm de Hg). Obtenga la corrección aplicando para cada lectura de temperatura la ecuación Sydney Young según las ecuaciones 3, 4, 5 según corresponda o por el uso de la tabla 6 para temperaturas en grados Celsius:

$$C_c = 0,0009(101,3 - P_k)(273 + t_c) \quad (3)$$

$$C_c = 0,00012(760 - P)(273 + t_c) \quad (4)$$

Para Temperatura en Fahrenheit

$$C_f = 0,00012(760 - P)(460 + t_f) \quad (5)$$

Donde:

t_c lectura de temperatura observada en ° C

t lectura de temperatura observada en ° F

C_c y *C_f* corrección a adicionar algebraicamente a la lectura de la temperatura observada

P_k presión barométrica predominante en kPa

P presión barométrica predominante en mm de Hg.

Después de aplicar la correcciones y redondear a cada resultado con una aproximación de 0,5 °C (1,0 °F) ó 0,1 °C (0,2 °F), como sea apropiado según el instrumento utilizado, use las lecturas corregidas de temperatura para todos los cálculos y repórtelo.

NOTA 22 Las lecturas de la temperatura no se corrigen al kPa 101,3 (760 mm de Hg) cuando las definiciones de producto, las especificaciones, o los acuerdos entre los partidos implicados lo indican, específicamente, tal corrección no se requiere o tal corrección será hecha para otras presiones bajas

Tabla 6 — Corrección aproximada de la lectura del termómetro

Rango de temperatura		Corrección ^A por 1,3 kPa (10 mm de Hg) Diferencia de presión	
10-30	50-86	0.35	0.63
30-50	86-122	0.38	0.68
50-70	122-158	0.40	0.72
70-90	158-194	0.42	0.76
90-110	194-230	0.45	0.81
110-130	230-266	0.47	0.85
130-150	266-302	0.50	0.89
150-170	302-338	0.52	0.94
170-190	338-374	0.54	0.98
190-210	374-410	0.57	1.02
210-230	410-446	0.59	1.07
230-250	446-482	0.62	1.11
250-270	482-518	0.64	1.15
270-290	518-554	0.66	1.20
290-310	554-590	0.69	1.24
310-330	590-626	0.71	1.28
330-350	626-662	0.74	1.33
350-370	662-698	0.76	1.37
370-390	698-734	0.78	1.41
390-410	734-770	0.81	1.46

^A Los valores serán añadidos cuando la presión barométrica está por debajo de 101,3 kPa (760 mm de Hg) y serán sustraídos cuando la presión barométrica está por encima de 101,3 kPa.

11.4 Corregir la pérdida real a la presión de 101,3 kPa (760 mm de Hg) cuando las lecturas de la temperatura son corregidas a la presión de 101,3 kPa. La pérdida corregida, *L_c*, se calcula por las ecuaciones 6 ó 7, según corresponda, o puede ser leída en las tablas presentadas como figuras X3.1 o X3.2.

$$L_c = 0,5 + (L - 0,5) / ((1 + (101,3 - P_k) / 8,00)) \quad (6)$$

$$L_c = 0,5 + (L - 0,5) / ((1 + (60 - P) / 60,00)) \quad (7)$$

Donde:

L = Pérdida Observada

L_c = Pérdida Corregida

P_k = Presión en kPa

P = Presión en mmHg

NOTA 23 Las ecuaciones 6 y 7 se han derivado de los datos en tabla A4.3 y de las ecuaciones 5 y 6 en el método D 86 - 95 y versiones anteriores. Es probable que las ecuaciones 6 y 7 demostradas sean las ecuaciones empíricas originales de las cuales, la tabla y las ecuaciones en el método D 86 - 95 y versiones anteriores, fueron derivadas.

11.4.1 Calcule el por ciento de recobrado corregido correspondiente de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$R_c = R + (L - L_c) \quad (8)$$

Donde:

L por ciento de pérdida ó pérdida observada

L_c pérdida corregida

R por ciento de recobrado

R_c por ciento de recobrado corregido.

11.5 Para obtener el por ciento de evaporado a la lectura de temperatura prescrita, adicione el por ciento de pérdida a cada uno de los por ciento recuperados observados a las lecturas de temperatura prescritas, y reporte los resultados como el por ciento evaporado respectivo, que es:

$$P_e = P_r + L \quad (9)$$

Donde:

L Pérdida observada

P_e por ciento de evaporado

P_r por ciento de recobrado

11.6 Para obtener lecturas de la temperatura en los por ciento de evaporado prescritos, y si no hay datos disponibles de temperatura registrada con una precisión de 0,1 % en volumen del por ciento de evaporado prescrito, utilice cualquiera de los dos procedimientos siguientes, e indique en el informe si se ha utilizado el procedimiento aritmético o el procedimiento gráfico.

11.6.1 Procedimiento Aritmético: Deduzca la pérdida observada para cada por ciento de evaporado prescrito para obtener los por ciento de recuperado correspondientes. Calcule cada lectura de temperatura requerida como sigue:

$$T = T_L + (T_H - T_L)(R - R_L) / (R_H - R_L) \quad (10)$$

Donde:

R: Por ciento de recobrado correspondiente al por ciento de evaporado prescrito.

R_H : Por ciento de recobrado adyacente a, y superior que R

R_L : Por ciento de recobrado adyacente a, e inferior que R

T: Lectura de la temperatura al por ciento de evaporado prescrito

T_H : Lectura de temperatura registrada a R_H ,

T_L : Lectura de temperatura registrada a R_L

Los valores obtenidos por el procedimiento aritmético son afectados por el grado en el cual los gráficos de la destilación no son lineales. Los intervalos entre los puntos de referencias sucesivos pueden, en cualquier etapa del ensayo, ser más amplios que los intervalos indicados en 10.18. De ningún modo será hecho un cálculo que implique extrapolación.

11.6.2 Procedimiento Gráfico: Use papel milimetrado con subdivisiones uniformes, plotee cada lectura de temperatura corregida para la presión barométrica, si se requiere (ver 11.3), contra el por ciento de recobrado correspondiente. Trace el PIE en el 0% recuperado. Dibuje una línea suave que una los puntos. Para cada por ciento de evaporado prescrito, deduzca las pérdidas por evaporación para obtener los por ciento recuperados correspondientes y tomar la lectura de temperatura representada gráficamente para el por ciento de recuperado indicado. Los valores obtenidos por el procedimiento de interpolación en el gráfico son afectados por el cuidado con que se realice el diagrama.

NOTA 24 Vea Apéndice X1 para ejemplos numéricos ilustrado en el procedimiento aritmético.

11.6.3 En la mayoría de los instrumentos automatizados, los datos temperatura-volumen se recogen en los intervalos de 0.1 % volumen o menores y se almacenan en memoria. Para reportar la lectura de la temperatura al por ciento evaporado prescrito, ninguno de los procedimientos descritos en 11.6.1 y 11.6.2 tienen que ser utilizados. Obtenga la temperatura deseada directamente de la base de datos como la temperatura más cercana y con una precisión de 0.1% en volumen del por ciento evaporados prescritos.

12 Reporte

12.1 Reporte la información siguiente (ver anexo X5 para ejemplos de reporte).

12.2 Reporte la presión barométrica con una aproximación de 0,1 kPa (1mmHg).

12.3 Reporte todas las lecturas volumétricas en por ciento.

12.3.1 Método Manual- Reporte las lecturas volumétricas con una aproximación de 0,5 y todas las lecturas de temperatura con una aproximación de 0,5 oC (1.0 OF).

12.3.2 Método automático- Reporte las lecturas volumétricas con una aproximación de 0,1 y todas la lecturas de temperatura con un aproximación 0,1 °.

12.4 Después que se hayan hecho las correcciones barométricas de las lecturas de la temperatura, los datos siguientes no requieren ningún otro cálculo antes de reportarlos: el PIE, el punto seco, el PF (PFE), el punto de descomposición, y todos los pares de valores correspondientes implican el por ciento de recuperado y las lecturas de temperatura.

12.4.1 El informe indicará si las lecturas de la temperatura no se han corregido para la presión barométrica.

12.5 Cuando las lecturas de temperatura no han sido corregidas a 101,3 kPa (760 mmHg), reporte el por ciento de residuo y el por ciento de pérdida como observado de acuerdo con el punto 10.19 y 11.1, respectivamente.

12.6 No use la pérdida corregida para el cálculo del % de evaporado.

12.7 Es recomendable basar el reporte por la relación entre las temperaturas y el por ciento de evaporado cuando la muestra es una gasolina o cualquier otro producto clasificado dentro del grupo 1, o en el que el por ciento de pérdida sea mayor que 2,0. De otra forma, el reporte se basa en la relación entre las lecturas de temperatura y el por ciento de evaporado o el por ciento de recuperado. Cada reporte debe indicar claramente cual base ha sido utilizada.

12.7.1 En el método manual, si los resultados se dan en por ciento de evaporado contra lecturas de temperatura, reporte si usó el procedimiento aritmético o gráfico (ver 11.6).

12.8 Reporte si fue usado un agente desecante, como se describe en 7.5.2 ó 7.5.3

12.9 La figura X1.1 es un ejemplo de informe tabular. Muestra el por ciento de recuperado contra las lecturas de temperatura correspondientes y contra la lectura de temperatura corregida. También muestra el por ciento de pérdida, la pérdida corregida, y el por ciento de evaporado contra la lectura de temperatura.

13 Precisión y sesgo

13.1 Precisión: La precisión de este método de ensayo, determinada por examen estadístico de resultados de ensayos ínterlaboratorios es la siguiente:

Nota 25 La precisión y el sesgo han sido obtenidos de acuerdo al número de grupo del modo siguiente: grupo 1, 2 y 3 las muestras son etiquetadas como NOT 4 y Grupo 4 las muestras son etiquetadas como GRP 4.

Nota: 26- La precisión fue derivada a partir de los datos producidos por el aparato automático D 86. Ejemplos típicos de precisión por el aparato manual pueden ser calculados desde la información contenida en el Anexo A4 (vea A4.10).

Nota: 27- Información sobre la precisión del % de evaporado o % de recobrado a una temperatura prescrita puede ser encontrada en el Anexo A4.

Nota 28 Un nuevo estudio interlaboratorio ha sido planificado dirigido a los laboratorios que no alcanzan la precisión de la temperatura de % de evaporado al 50 %.

13.1.1 Repetibilidad: La diferencia entre resultados de ensayos sucesivos obtenidos por el mismo operador, con el mismo aparato, bajo condiciones de operación constantes e idéntico material de ensayo, podría, en la normal y correcta operación del método de ensayo, exceder los siguientes valores solo en un caso de veinte.

NOTA: Remítase al Anexo A1 para tablas de reproducibilidad calculada.

PIE: $r = 0.0295(E + 51.19)$	rango válido: 20-70 °C
E10: $r = 1.33$	rango válido: 35-95 °C
E50: $r = 0.74$	rango válido: 65-220 °C
E90: $r = 0.00755(E + 59.77)$	rango válido: 110-245 °C
PFE: $r = 3.33$	rango válido: 135-260 °C
GRP4: Remítase al Anexo A1 para tablas de reproducibilidad calculada.	
PIE: $r = 0.018T$	rango válido: 145-220 °C
T10: $r = 0.0094T$	rango válido: 160-265 °C
T50: $r = 0.94$	rango válido: 170-295 °C
T90: $r = 0.0041T$	rango válido: 180-340 °C
T95: $r = 0.01515(T - 140)$	rango válido: 260-340 °C (Diesel)
PFE: $r = 2.2$	rango válido: 195-365 °C

Donde:

E = Temperatura de evaporado dentro del rango válido prescrito.

T = Temperatura de recobrado dentro del rango válido prescrito.

Nota 29- Para Naftas, solventes y otros materiales similares donde el por ciento de recobrado es reportado y el por ciento de pérdida es típicamente menor que uno por ciento, las temperaturas del por ciento de recobrado pueden ser consideradas idénticas a la temperatura del por ciento de evaporado y la precisión puede ser calculada como se muestra en NOT4.

13.1.2 Reproducibilidad- La diferencia entre dos resultados de ensayo simples e independientes, obtenidos por operadores diferentes en laboratorios diferentes, sobre idéntico material de ensayo, podría, en la normal y correcta operación del método de ensayo, exceder los siguientes valores solo en un caso de veinte.

NOTA: Remítase al Anexo A1 para tablas de reproducibilidad calculada.

PIE: $R = 0.0595(E + 51.19)$	rango válido: 20-70 °C
E10: $R = 3.20$	rango válido: 35-95 °C
E50: $R = 1.88$	rango válido: 65-220 °C
E90: $R = 0.019(E + 59.77)$	rango válido: 110-245 °C
PFE: $R = 6.78$	rango válido: 135-260 °C
GRP4: Remítase al Anexo A1 para tablas de reproducibilidad calculada.	
PIE: $R = 0.055T$	rango válido: 145-220 °C
T10: $R = 0.022T$	rango válido: 160-265 °C
T50: $R = 2.97$	rango válido: 170-295 °C
T90: $R = 0.015T$	rango válido: 180-340 °C
T95: $R = 0.0423(T - 140)$	rango válido: 260-340 °C (Diesel)
PFE: $R = 7.1$	rango válido: 195-365 °C

Donde:

E = Temperatura de evaporado dentro del rango válido prescrito.

T = Temperatura de recobrado dentro del rango válido prescrito.

Nota 30- Para Naftas, solventes y otros materiales similares donde el por ciento de recobrado es reportado y el por ciento de pérdida es típicamente menor que uno por ciento, las temperaturas del por ciento de recobrado pueden ser

consideradas idénticas a la temperatura del por ciento de evaporado y la precisión puede ser calculada como se muestra en NOT4.

13.2 La precisión fue obtenida de acuerdo con la Practica D 6300 a partir de un programa de cooperación de ensayos interlaboratorios en el 2005. Dieciséis laboratorios participaron y analizaron 33 muestras comprendidas en los grupos de; gasolinas de calidad de especificación, algunas conteniendo por encima del 10% de etanol, diesel de calidad de especificación, con un B5 y B20 de biodiesel, combustible para calentamiento de calidad de especificación, combustibles de turbina de aviación, gasolinas de aviación, combustibles marinos, éter mineral y tolueno. El rango de temperatura cubierto fue de 23 a 365 °C. La información sobre los tipos de muestras y los promedios de los puntos de ebullición se encuentran en el reporte de investigación.

Nota 31- La precisión no fue determinada por una muestra de gasolina con alta presión de vapor la cual exhibe pérdidas altas, y una muestra de combustible de turbina de aviación compuesta con gasolina, la cual es atípica.

13.3 Sesgo

13.3.1 Sesgo: debido a que no hay material de referencia adecuado para la determinación del sesgo de este procedimiento de ensayo, el sesgo no ha sido determinado.

13.3.2 Sesgo relativo entre los aparatos manual y automático: Un estudio interlaboratorio conducido en 2003 empleando aparatos manual y automático ha concluido que no hay evidencia estadística que sugiera que hay sesgo entre los resultados manual y automático.

14 Las palabras claves

14.1 destilación por lotes, destilados; destilación; destilación a escala del laboratorio; productos de petróleo.

Anexos A1
(normativo)

Tablas de precisión para repetibilidad (r) y reproducibilidad (R)

A1.1 Tablas:

Evaporado PIE Temperatura (°C)	PIE_NOT4		Evaporado 90% Temperatura (°C)	E 90_NOT4	
	r_D86 auto	R_D86 auto		r_D86 auto	R_D86 auto
20	2.10	4.24	150	1,58	3,99
25	2.25	4.53	155	1,62	4,08
			160	1,66	4,18
30	2.40	4.83	165	1,70	4,27
35	2.54	5.13	170	1,73	4,37
40	2.69	5.43	175	1,77	4,46
45	2.84	5.72	180	1,81	4,56
50	2.99	6.02	185	1,85	4,65
55	3.13	6.32	190	1,89	4,75
60	3.28	6.62	195	1,92	4,84
65	3.43	6.91	200	1,96	4,94
70	3.58	7.21	205	2,00	5,03
Recobrado PIE Temperatura (°C)	PIE_GRP4		210	2,04	5,13
	r_D86auto	R_D86 auto	215	2,07	5,22
145	2.61	7.98	220	2,11	5,32
150	2.70	8.25	225	2,15	5,41
155	2.79	8.53	230	2,19	5,51
160	2.88	8.80	235	2,23	5,60
165	2.97	9.08	240	2,26	5,70
170	3.06	9.35	245	2,30	5,79
175	3.15	9.63	215	2,07	5,22
180	3.24	9.90	220	2,11	5,32
185	3.33	10.18	225	2,15	5,41
190	3.42	10.45	230	2,19	5,51
195	3.51	10.73	235	2,23	5,60
200	3.60	11.00	240	2,26	5,70
205	3.69	11.28	245	2,30	5,79
210	3.78	11.55	Recobrado 90 % Temperatura (°C)	T90 GRP 4	
215	3.87	11.83		r_D86 auto	R_D86 auto
220	3.96	12.10	180	0,74	2,70
Evaporado 10% Temperatura (°C)	E10_NOT4		185	0,76	2,78
	r_D86 auto	R_D86 auto	190	0,78	2,85

35	1,33	3.20	195	0,80	2,93
40	1,33	3.20	200	0,82	3,00
45	1,33	3.20	205	0,84	3,08
50	1,33	3.20	210	0,86	3,15
55	1,33	3.20	215	0,88	3,23
60	1,33	3.20	220	0,90	3,30
65	1,33	3.20	225	0,92	3,38
70	1,33	3.20	230	0,94	3,45
75	1,33	3.20	235	0,96	3,53
80	1,33	3.20	240	0,98	3,60
85	1,33	3.20	245	1,00	3,68
90	1,33	3.20	250	1,03	3,75
95	1,33	3.20	255	1,05	3,83
Recobrado 10 % Temperatura (°C)	T10- GRP4		260	1,07	3,90
	r_D86 auto	R_D86 auto	265	1,09	3,98
160	1,50	3,52	270	1,11	4,05
165	1,55	3,63	275	1,13	4,13
170	1,60	3,74	280	1,15	4,20
175	1,65	3,85	285	1,17	4,28
180	1,69	3,96	290	1,19	4,35
185	1,74	4,07	295	1,21	4,43
190	1,79	4,18	300	1,23	4,50
195	1,83	4,29	305	1,25	4,58
200	1,88	4,40	310	1,27	4,65
205	1,93	4,51	315	1,29	4,73
210	1,97	4,6	320	1,31	4,80
215	2,02	4,73	325	1,33	4,88
220	2,07	4,84	330	1,35	4,95
225	2,12	4,95	335	1,37	5,03
230	2,16	5,06	340	1,39	5,10
235	2,21	5,17	Recobrado 95 % Temperatura (C)	T95 GRP 4 Diesel	
240	2,26	5,28		r_D86 auto	R_D86 auto
245	2,30	5,39	260	1,82	5,08
250	2,35	5,50	265	1,89	5,29
255	2,44	5,61	270	1,97	5,50
260	2,44	5,72	275	2,05	5,71
265	2,49	5,83	280	2,12	5,92
Evaporado 50% Temperatura (°C)	E 50_NOT4		285	2,20	6,13
	r_D86 auto	R_D86 auto	290	2,27	6,35
65-220	0,74	1,88	295	2,35	6,56
Recobrado 50% Temperatura (°C)	E 50_NOT4		300	2,42	6,77
	r_D86 auto	R_D86 auto	305	2,50	6,98
170-295	0,94	2,97	319	2,58	7,19
Evaporado 90%	E 90_NOT4		315	2,65	7,40

Temperatura (°C)					
	r_D86 auto	R_D86 auto	320	2,73	7,61
110	1,28	3,23	325	2,80	7,83
115	1,32	3,32	330	2,88	8,04
120	1,36	3,42	335	2,95	8,25
125	1,40	3,51	340	3,03	8,46
130	1,43	3,61	Evaporado PFE Temperatura (C)	PFE NOT 4	
135	1,47	3,70		r D86auto	R D 86 auto
140	1,51	3,80	135-260	3,33	6,78
145	1,55	3,89	Recobrado PFE Temperatura (C)	PFE NOT 4	
				r D86auto	R D 86 auto
			195-365	2,2	7,1

Anexo A2 (normativo)

Descripción detallada del equipo/aparato

A2.1 Balón de destilación: Los balones serán de cristal resistente al calentamiento, contruidos con las dimensiones y las tolerancias que se muestran en la figura A2.1 y cumplirán completamente con los requisitos de la especificación E 1405. El balón A (100 mL) se puede también construir con una junta de cristal, en este caso el diámetro del cuello será igual que el del balón 125 mL.

NOTA A2.1 Para los ensayos que especifican el punto seco, los balones deseados se seleccionan especialmente con los fondos y las paredes del grueso (espesor) uniforme.

A2.2 Condensador y baño del condensador: Los condensadores y baños de condensador típicos son ilustrados en las figuras 1 y 2.

A2.2.1 El condensador será fabricado de tubo de metal anticorrosivo sin costura, de (560 ± 5) mm de longitud, con un diámetro exterior de 14 mm y un espesor de pared de 0,8 a 0,9 mm.

NOTA A2.2 El latón o acero inoxidable se ha encontrado como material adecuado para este propósito.

A2.2.2 El condensador será fijado de modo que (393 ± 3) mm del tubo esté en contacto con el medio de enfriamiento, con (50 ± 3) mm fuera del baño de enfriamiento en el extremo superior, y con (114 ± 3) mm fuera en el extremo inferior. La porción del tubo proyectado en el extremo superior será fijado con un ángulo de $(75 \pm 3)^\circ$ con relación a la posición vertical. La porción del tubo dentro del baño del condensador será recto o doblado convenientemente en curva suave continua. El gradiente medio será $(15 \pm 1)^\circ$ con respecto a la posición horizontal, sin la sección de 10 cm que tiene un gradiente fuera del rango de $(15 \pm 3)^\circ$. La proyección de la porción más baja del tubo del condensador será curvado hacia abajo a una longitud de 76 mm y en el extremo inferior se cortará en un ángulo agudo. Serán tomadas las provisiones para permitir que fluya el destilado por el lado del cilindro de recepción. Esto puede ser logrado usando un deflector de goteo, el cual se une a la salida del tubo. Alternativamente, la porción inferior del tubo del condensador se puede curvar levemente al revés para asegurar el contacto con la pared del cilindro de recepción en un punto de 25 mm a 32 mm por debajo de la tapa del cilindro de recepción La figura A2.3 es un dibujo de una configuración aceptable del extremo inferior del tubo del condensador.

A2.2.3 El volumen y el diseño del baño dependerán del medio de enfriamiento empleado. La capacidad de enfriamiento del baño será adecuada para mantener la temperatura requerida para el funcionamiento deseado del condensador. Un solo baño del condensador puede ser utilizado para varios tubos del condensador.

A2.3 Pantalla de metal o recinto para el frasco (solamente para unidades manuales).

A2.3.1 Pantalla para el quemador de gas (ver figura 1)- El propósito de esta pantalla es proporcionar la protección para el operador y permitir el fácil acceso al quemador y al frasco de destilación durante la operación. Un protector típico tendría 480 mm de alto, 280 mm de longitud y 200 mm de ancho, hecho del metal de hoja de 0,8 mm de grueso (22 ancho). El protector estará provisto por lo menos de una ventana para observar el punto seco en el final de la destilación.

A2.3.2 Protector para calentador eléctrico (ver figura 2)- Un protector típico sería el de 440 mm de alto, 200 del milímetro de largo, y 200 mm de ancho, hecho del metal de hoja de aproximadamente 0,8 mm de grueso (22 ancho) y con una ventana en la parte delantera. El protector estará provisto por lo menos de una ventana para observar el punto seco en el final de la destilación.

A2.4 Fuente de calentamiento

A2.4.1 Quemador de gas (vea figura 1), capaz de producir la primera gota a partir del inicio del enfriamiento dentro del tiempo especificado y continuar la destilación a la razón especificada. Una válvula manual de control sensitivo y un regulador de presión de gas nos entrega el control completo del calentamiento que será provisto.

A2.4.2 Calentador eléctrico (vea figura 2), con retención baja de calentamiento.

Nota A2.3 Se han encontrado adecuados para este propósito, calentadores, ajustables desde 0 W hasta 100 W.

A2.5 Soporte del balón

A2.5.1 Tipo 1- Use soporte del balón tipo 1 cuando el quemador es de gas (ver figura 1). Este soporte consiste en cualquier soporte de anillo del tipo común del laboratorio, de diámetro de 100 mm o mayor, apoyado dentro de la pantalla, o plataforma ajustable desde el exterior de la pantalla. Este anillo o plataforma se monta en una base dura hecha de cerámica o cualquier material resistente al calor, de 3 mm a 6 mm de espesor, con una abertura central de 76 mm a 100 mm de diámetro interior, y las dimensiones de la línea exterior son levemente más pequeñas que los límites interiores del protector.

A2.5.2 Tipo 2- Use un conjunto de soporte del balón tipo 2 con calentamiento eléctrico (ver figura 2 como un ejemplo). El conjunto consiste en un sistema ajustable sobre el cual el calentador eléctrico es montado con la provisión para la colocación de una placa soporte del balón (ver A2.6) por encima del calentador eléctrico. El conjunto completo es ajustable desde el exterior de la pantalla.

A2.6 Placa de soporte del balón: El soporte del balón debe ser construido de cerámica u otro material resistente al calor, con un grosor de 3 mm a 6 mm. Las placas de soporte del balón son clasificadas en A, B o C de acuerdo al tamaño de la abertura localizada centralmente, y la dimensión de cada cual se muestra en la tabla 1. Las placas de soporte del balón tendrán las dimensiones suficientes para asegurar que el calentamiento del balón venga solamente de la abertura central y que el calentamiento ajeno al balón con excepción del de la abertura central sea minimizado (**advertencia:** materiales que contienen asbestos no deben ser usados en la construcción de la base de soporte del balón).

A2.7 La placa del soporte del balón se puede mover suavemente en diferentes direcciones en el plano horizontal al colocar el balón de destilación de manera que el calor directo sea aplicado al frasco solo a través de la abertura en la base. Generalmente, la posición del balón es fijada por ajuste de la longitud del brazo lateral insertado en el condensador.

A2.8 Se garantizará que el soporte del balón se mueva verticalmente de manera que la placa del soporte del balón esté en contacto directo con el fondo del balón de destilación durante la

destilación. El conjunto se mueve hacia abajo para permitir fácilmente montar y desmontar el balón de destilación desde la unidad.

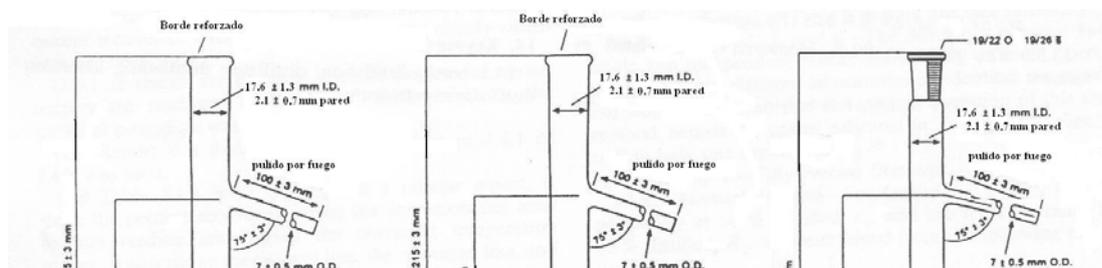
A2.9 Cilindro recolector: El cilindro recolector debe tener la capacidad de medir y coleccionar 100 mL. La forma de la base debe ser tal que el cilindro receptor no se caiga cuando se coloque vacío en una superficie inclinada en un ángulo de 13 ° con relación al plano horizontal.

A2.9.1 Método Manual: El cilindro estará graduado a intervalos de 1 mL y tendrá la graduación hasta la marca de 100 mL. Los detalles y tolerancias para la construcción del cilindro son mostrados en la figura A2.4.

A2.9.2 Método automático: El cilindro será conforme a las especificaciones descritas en la figura A2.4, a menos que las graduaciones por debajo de la marca de 100 mL sean permitidas, mientras no interfieran con la operación del seguidor de nivel. Los cilindros recolectores para el uso en unidades automáticas también pueden tener una base metálica.

A2.9.3 Si se requiere, el cilindro colector será sumergido durante la destilación por encima de la línea de graduación de 100 mL en un líquido de enfriamiento contenido en un baño de enfriamiento, tal como beaker de cristal claro o de plástico transparente. Alternativamente, el cilindro recolector puede ser colocado en una cámara de circulación de aire termocontrolado.

A2.10 Cilindro del residuo: El cilindro graduado tendrá la capacidad de 5 mL a 10 mL, con graduaciones en las subdivisiones de 0,1 mL. La tapa del cilindro podría inflamarse, las otras propiedades estarán conformes con las especificaciones E 1272.



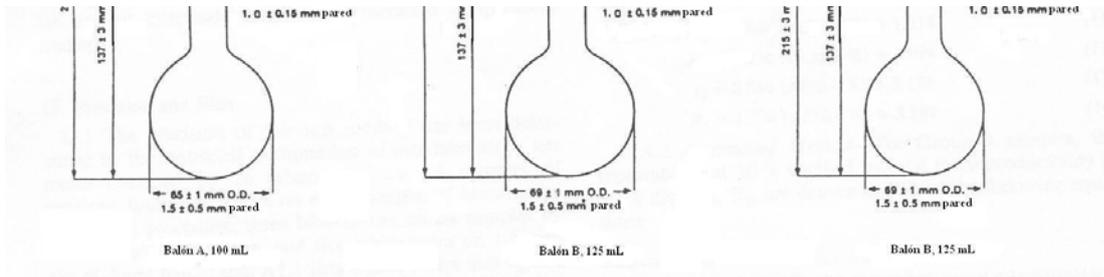


Figura A2.1 — Balón A, 100 mL, balón B, 125 mL, y balón B con junta de vidrio, 125 mL

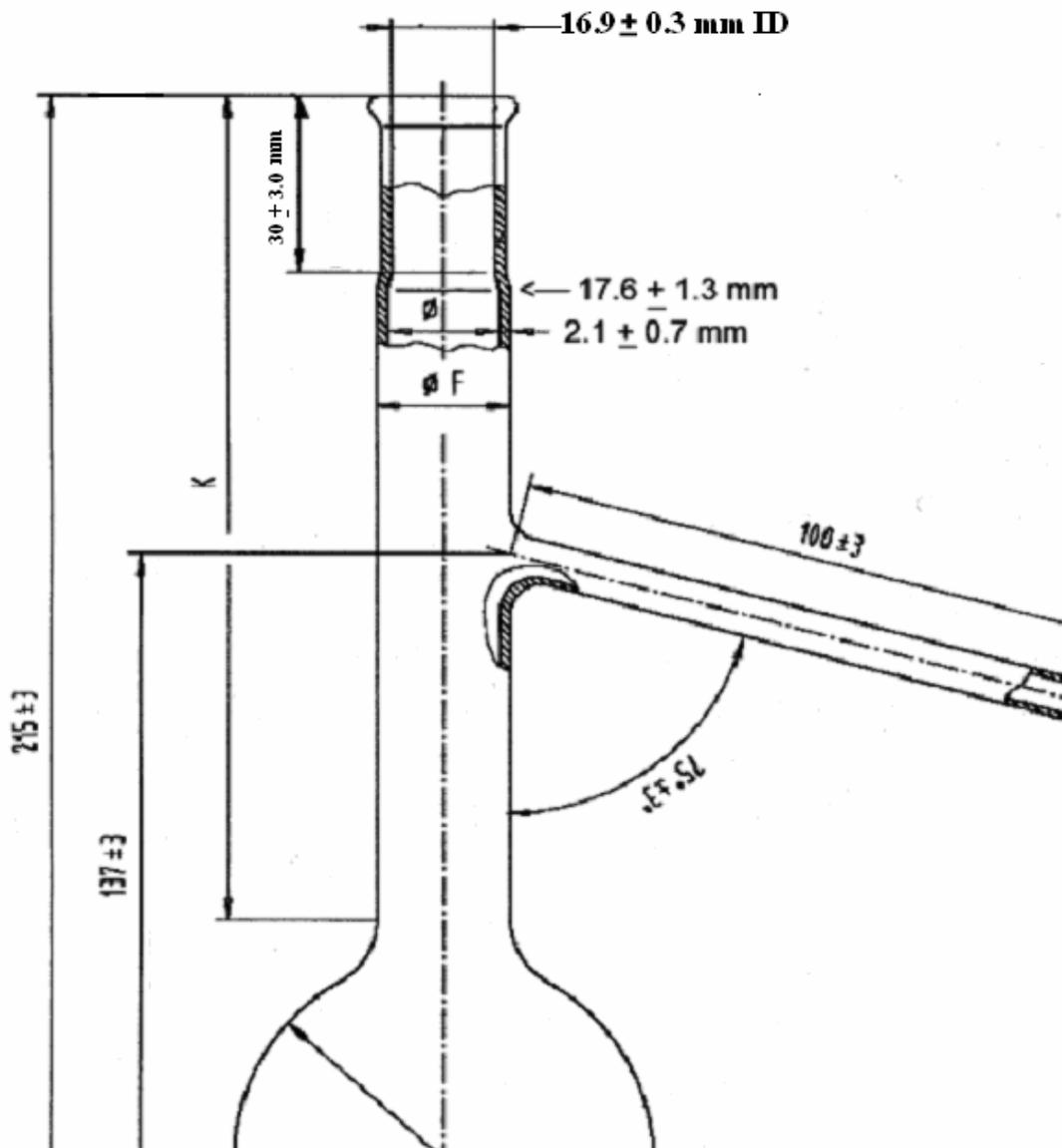


Figura A2.2 — Detalle de la sección superior del cuello

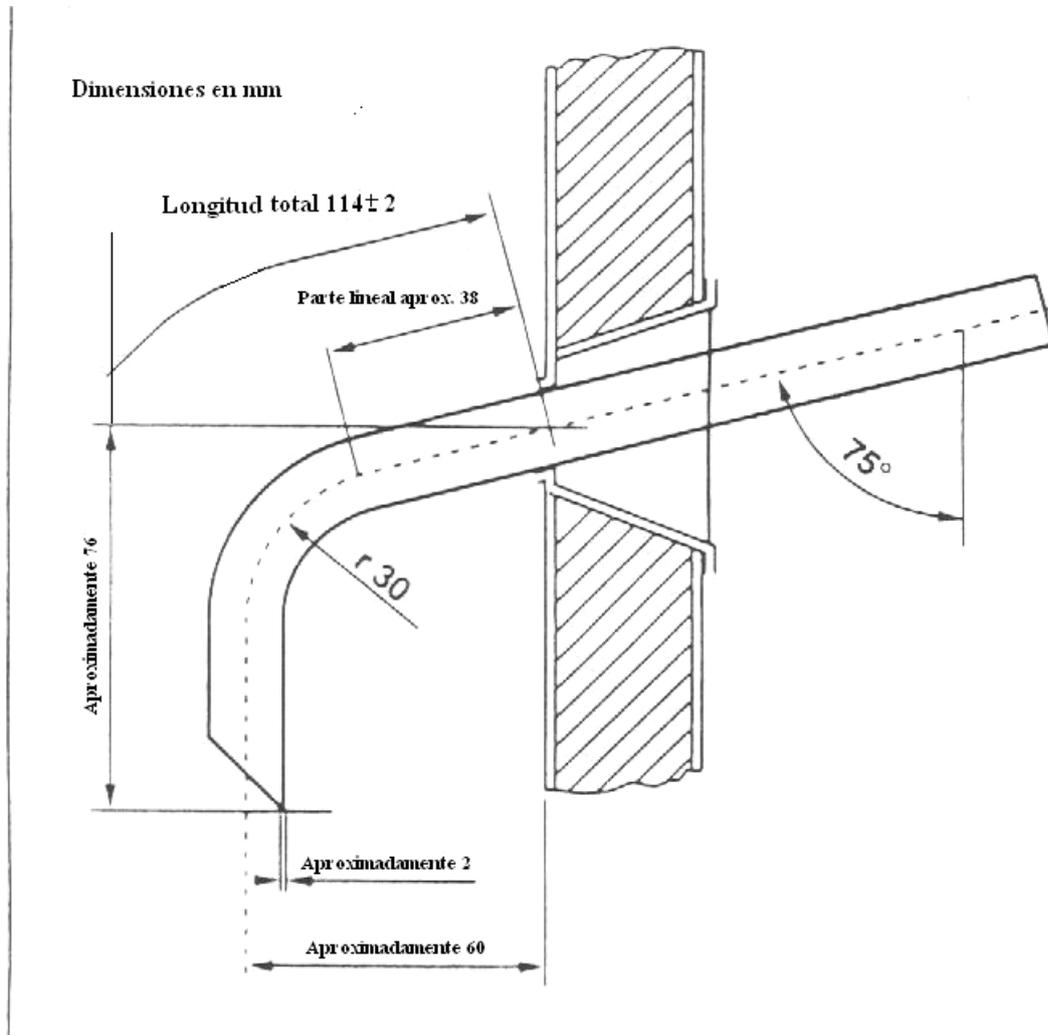
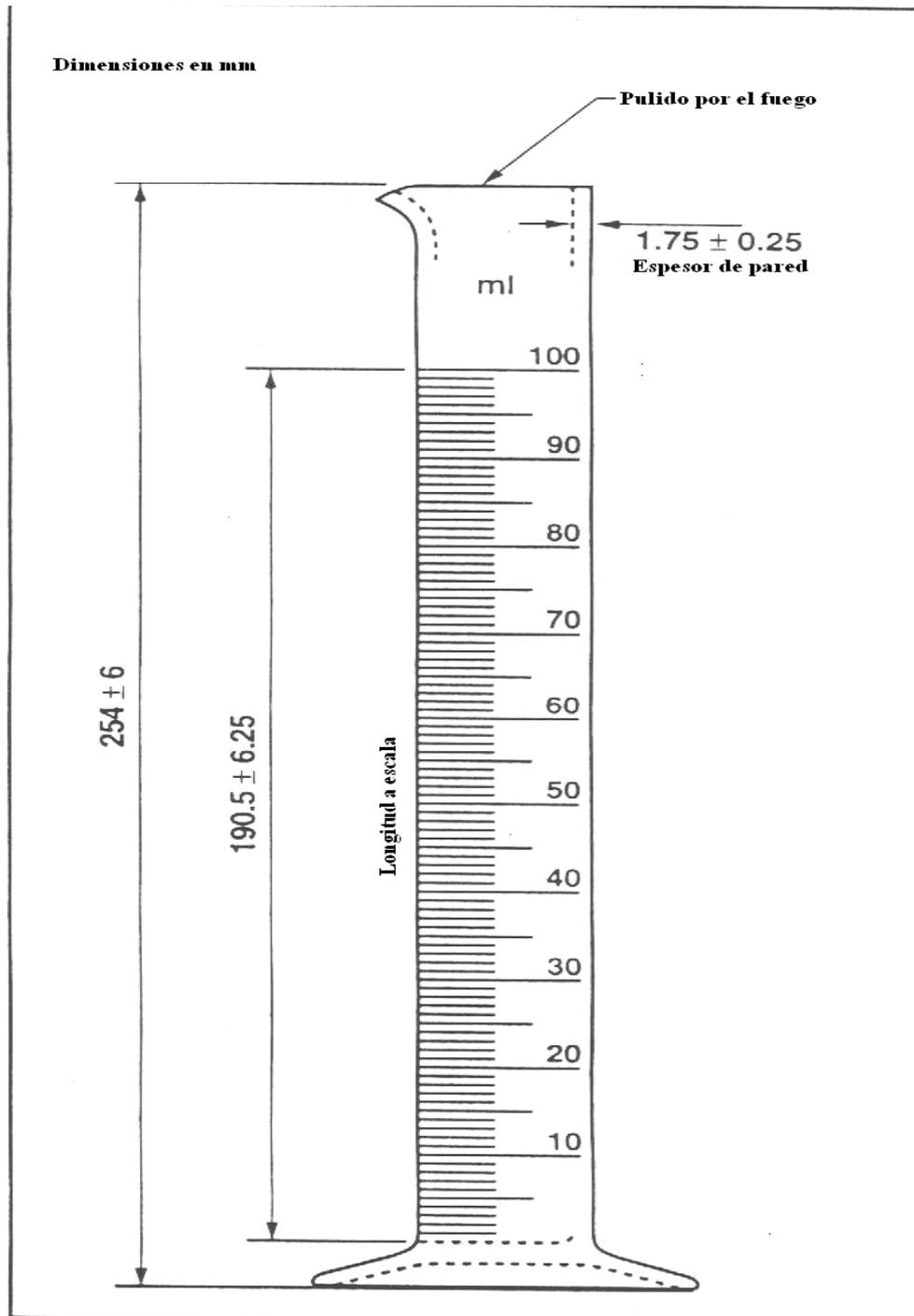


Figura A2.3 — Extremo inferior del tubo del condensador



Nota: de 1 mL a 100 mL en graduaciones de 1 mL; tolerancias ± 1.0 mL

Figura A2.4 — Cilindro Graduado de 100 mL

Anexo A3
(normativo)

Determinación de la diferencia entre el tiempo de retardo en un sistema de medición de la temperatura electrónico y un termómetro de mercurio en vidrio

A3.1 El tiempo de respuesta de un dispositivo electrónico para la medición de temperatura es intrínsecamente más rápido que el de un termómetro de mercurio en vidrio. El dispositivo de medición de la temperatura montado para uso general, consiste en un sensor y su cubierta o un sistema electrónico y su software asociado, o ambos, que ha sido diseñado para que el sistema de medición de temperatura simule la temperatura de retardo de un termómetro de mercurio en vidrio.

A3.2 Para determinar la diferencia del tiempo de retardo entre un sistema de medición y un termómetro de mercurio en vidrio, analice una muestra como gasolina, queroseno, combustible jet, o combustible diesel ligero con un sistema de medición de temperatura electrónico de acuerdo con los procedimientos de este método de ensayo. En la mayoría de los casos este es el paso de destilación estándar realizado con una unidad automática.

A3.2.1 No use componente puro, producto con rango de ebullición muy estrecho, o mezclas sintéticas o menores de seis componentes para este ensayo.

A3.2.2 Los mejores resultados son obtenidos con una muestra que sea típica de las muestras del laboratorio. Alternativamente, utilice una mezcla con una gama completa de ebullición de 5 a 95 % y no menor de 100 ° C.

A3.3 Sustituya el dispositivo de medición de temperatura electrónico por un termómetro de mercurio de rango bajo o rango alto, dependiendo de los rangos de ebullición de la muestra.

A3.4 Repita la destilación con estos termómetros y anote manualmente la temperatura de varios por ciento de recobrado como se describe en 10.14

A3.5 Calcule los valores de la repetibilidad para la pendiente observada (DT/DV) para las diferentes lecturas en el ensayo.

A3.6 Compare los datos de ensayos obtenidos usando estos dos dispositivos de medición de temperatura. La diferencia en cualquier punto debe ser igual o menor que la repetibilidad del método en ese punto. Si esta diferencia es mayor, sustituya el dispositivo electrónico de medición de temperatura o ajuste los componentes electrónicos involucrados o ambos.

Anexo A4 (normativo)

Procedimiento para determinar el por ciento de evaporado o recobrado a la lectura de temperatura prescrita

A4.1 Muchas especificaciones requieren los por cientos evaporado o recobrado específicos a las lecturas de temperatura prescritas, ya sea como máximos, mínimos o rangos. Los procedimientos para determinar estos valores son frecuentemente designados por los términos Exxx o Rxxx, donde xxx es la temperatura deseada.

NOTA A4.1 Las normas regulatorias en la certificación de gasolina reformulada bajo un procedimiento de modelo complejo requiere la determinación de E 200 y E 300, definido como por ciento de evaporado de combustible a 93,3 °C (200 °F) y 148.9 °C (300 °F), respectivamente. E 158, el por ciento evaporado en una temperatura de la destilación de 70 °C (158 °F), también se utiliza en describir características de la volatilidad del combustible. Otras temperaturas típicas son R 200 para los kerosenos y R 250 y R 350 para los gasoil, donde R 200, R 250, y R 350 son los por cientos de recuperados del combustible a 200°C, 250°C, y 350°C, respectivamente.

A4.2 Determine la presión barométrica y calcule la corrección a la lectura de temperatura deseada usando las ecuaciones 3, 4 y 5 para $t = xxx$ °C (o $tf = xxx$ °F).

A4.2.1 Método Manual: Determine esta corrección a 0,5 °C (1 °F)

A4.2.2 Método automático: Determine esta corrección a 0,1 °C (0,2 °F)

A4.3 Determine la lectura de temperatura prevista a xxx °C (o el xxx °F) después de la corrección barométrica. Para obtener el valor esperado, agregue el valor absoluto de la corrección calculada a la temperatura deseada si la presión barométrica está sobre el 101,3. kPa. Si la presión barométrica está por debajo de 101,3 kPa, reste el valor absoluto de la corrección calculada a la temperatura deseada.

A4.4 Realice la destilación, según lo descrito en la sección 10, mientras toma en cuenta A4.5 y A4.6.

A4.5 Destilación Manual

A4.5.1 En la región de alrededor de 10 °C por debajo y 10 °C por encima de la lectura de temperatura esperada determinada en A4.3, registre la lectura de temperatura en intervalos de 1 % de volumen.

A4.5.2 Si el propósito de la destilación es determinar solamente el valor de Exxx o Rxxx, interrumpa la destilación después de que por lo menos otros 2 mL de destilado se hayan recogido. Si no, continúe la destilación, según lo descrito en la sección 10, y determine la pérdida observada, según lo descrito en 11.1.

A4.5.2.1 Si el propósito de la destilación es determinar el valor de Exxx y la destilación fue terminada después de que alrededor de 2 mL de destilado fueron coleccionados por encima de la temperatura deseada, permita al destilado drenar dentro del cilindro graduado. Permita enfriar el contenido del balón de destilación por debajo de 40 °C aproximadamente y entonces drene su

contenido en el cilindro receptor. Anote el volumen del producto en el cilindro graduado con aproximación de 0,5 mL en intervalos de 2 min hasta que coincidan dos observaciones sucesivas.

A4.5.2.2 La cantidad de recobrado en el cilindro graduado de recepción es el por ciento de recobrado. Determine la cantidad de pérdida observada por sustracción del por ciento recobrado de 100.

A4.6 Destilación automática

A4.6.1 En la región (En el rango comprendido) entre 10 °C por encima o por debajo de la lectura de temperatura deseada determinada en A4.3, recoja los datos de temperatura - volumen en intervalos de 0,1 % o menor.

A4.6.2 Continúe la destilación, según lo descrito en la sección 10 y determine el por ciento de pérdida, como se describe en 11.1

A4.7 Cálculos

A4.7.1 Método Manual: Si la lectura de recobrado en % volumen no está disponible a la temperatura exacta calculada en A4.3, determine el por ciento de recobrado por interpolación entre dos lecturas adyacentes. Se permite cualquier linealidad, como se describe en 11.6.1 o en el procedimiento gráfico descrito en 11.6.2. El por ciento de recobrado es igual a Rxxx.

A4.7.2 Método Automático: Reporte el volumen observado a 0,1 % volumen correspondiente a la temperatura más cercana a la lectura de temperatura prevista. Este es el por ciento de recobrado o Rxxx.

A4.7.3. Método manual y automático: Para determinar el valor de Exxx, adicione a la pérdida observada el por ciento de recobrado, Rxxx, según se determina en A4.7.1 o A4.7.2 y en la ecuación 9.

A4.7.3.1 No use pérdidas corregidas como se prescribe en 12.6.

A4.8 Precisión: La determinación estadística de la precisión del % en volumen de recuperado o evaporado a una temperatura prescrita por los aparatos automáticos fue derivada de acuerdo a la práctica D6300 a partir de un programa interlaboratorio en el 2005. La Tabla A4.1 muestra las ecuaciones consolidadas para el % en volumen de evaporado para gasolinas, la Tabla A4.2 muestra la precisión para el % en volumen de recobrado para diesel. La precisión es válida solo para el rango de temperatura declarada. La estimación de la precisión para puntos de temperatura fuera del rango declarado puede ser calculada a partir de los procedimientos en A4.10 y las tablas de precisión en Anexo A1.

A4.9 La determinación estadística de la precisión del % en volumen de evaporado o recobrado a una temperatura prescrita por aparatos manuales no ha sido medida directamente en un programa interlaboratorios. Puede mostrarse que la precisión del % en volumen de evaporado o recuperado a una temperatura prescrita es equivalente a la precisión de la temperatura medida en ese punto dividida por la razón del cambio de la temperatura contra el % evaporado o recuperado en volumen. La estimación de la precisión se hace menos exacta para valores altos de la pendiente.

A4.10 Calcule la pendiente o razón de cambio para la lectura de temperatura, S_C (o S_F), como es descrita en A4.10.1 y ecuación A4. y usando los valores de temperatura agrupando las temperaturas deseadas.

A4.10.1 Pendiente o rango de cambio de la temperatura:

A4.10.1.1 Para determinar la precisión de un resultado, es generalmente necesario determinar la pendiente o razón de cambio de la temperatura en ese punto particular. Esta variable, denotada como el S_C o S_F , es igual al cambio en temperatura, en °C o en °F, respectivamente, por los por ciento de recobrado o evaporado.

A4.10.1.2 La precisión para el punto inicial (PIE) y para el punto final (PF) no requiere ningún cálculo de pendiente.

A4.10.1.3 Con la excepción declarada en A4.10.1.2, la pendiente de cualquier punto durante la destilación es calculada por las ecuaciones siguientes, usando los valores mostrados en Tabla A4.3:

$$S_C \text{ (o } S_F) = (T_U - T_L) / (V_U - V_L) \quad (\text{A4.1})$$

Donde:

S_C = la pendiente, °C/ % volumen,

S_F = la pendiente, °F/ % volumen,

T_U = la temperatura superior, °C (o °F),

T_L = la temperatura inferior, °C (o °F),

V_U = el volumen en por ciento recobrado o evaporado correspondiente a T_U ,

V_L = el volumen en por ciento recobrado o evaporado correspondiente a T_L ,

V_{PF} = el volumen en por ciento recobrado o evaporado correspondiente al punto final,

A4.10.1.4 En caso de que el punto final de la destilación ocurra antes del punto 95%, la pendiente en el punto final se calcula como sigue:

$$S_C \text{ (o } S_F) = (T_{PF} - T_{HR}) / (V_{PF} - V_{HR}) \quad (\text{A4.2})$$

Donde:

T_{PF} o T_{HR} es la temperatura, en °C o °F, al por ciento de volumen recobrado indicado por el subíndice.

V_{PF} o V_{HR} = % de volumen recobrado

Subíndice PF- el punto final.

Subíndice HR - la lectura más alta, entre 80% o 90%, antes del punto final.

A4.10.1.5 Para los puntos entre 10 a 85% recobrados que no se muestran en la Tabla A4.3, la pendiente es calculada como sigue:

$$S_C \text{ (o } S_F) = 0,05(T_{(V+10)} - T_{(V-10)}) \quad (\text{A4.3})$$

A4.10.2 Calcule la repetibilidad, r, o reproducibilidad, R, a partir de la pendiente, S_C (o S_F) , los datos se encuentran en las Tablas A4.4 y A4.5.

A4.10.3 Determine la repetibilidad o reproducibilidad, o ambos, del por ciento del volumen evaporado o recobrado a una temperatura prescrita a partir de las siguientes fórmulas.

$$r \text{ \% volumen} = r / S_C (S_F) \quad (A4.4)$$

$$R \text{ \% volumen} = R / S_C (S_F) \quad (A4.5)$$

Donde:

r %volumen = repetibilidad del % de evaporado o recobrado en volumen.

R %volumen = reproducibilidad del % de evaporado o recobrado en volumen.

r = repetibilidad de la temperatura a la temperatura prescrita en los % de destilado observados.

R = reproducibilidad de la temperatura a la temperatura prescrita en los % de destilado observados

S_C (S_F) = razón de cambio en la lectura de la temperatura en °C (°F) por el % de evaporado o recobrado en volumen.

Tabla A4.1 — Precisión para % de evaporado a la temperatura prescrita – gasolina (ecuación consolidada)

Rango valido E70-E180 (aparato automático)		
D86 automático	r	R
	0,00836(150-r)	0,0200(150-x)
Donde x es el % de evaporado a la temperatura prescrita		

Tabla A4.2 — Precisión del %de recobrado a una temperatura prescrita para Diesel -(R_{xxx})

Rango valido R200 – R300°C (Aparato Automático)		
D86 Automático	R200C, R250C, R300C	
	r	R
	1.07	2.66

Tabla A4.3 — Puntos de referencias para determinar la pendiente, S_C o S_F

	PI E	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95	PF
Pendiente en %													
T ₁ en %	0	0	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95
T _u en %	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	90	95	V _{PF}
V _u - V ₁	5	10	20	20	20	20	20	20	20	20	10	5	V _{PF} - 95

Tabla A4.4 — Repetibilidad y Reproducibilidad para el Grupo 1

Punto de evaporado, %	Manual Repetibilidad ^A		Manual Reproducibilidad ^A	
	°C	°F	°C	°F
PIE	3.3	6	5.6	10
5	1.9+0.86S _c	3.4+0.86S _F	3.1+1.74S _c	5.6+1.74S _F
10	1.2+0.86S _c	2.2+0.86S _F	2.0+1.74S _c	3.6+1.74S _F
20	1.2+0.86S _c	2.2+0.86S _F	2.0+1.74S _c	3.6+1.74S _F
30-70	1.2+0.86S _c	2.2+0.86S _F	2.0+1.74S _c	3.6+1.74S _F
80	1.2+0.86S _c	2.2+0.86S _F	2.0+1.74S _c	3.6+1.74S _F
90	1.2+0.86S _c	2.2+0.86S _F	0.8+1.74S _c	1.4+1.74S _F
95	1.2+0.86S _c	2.2+0.86S _F	1.1+1.74S _c	1.9+1.74S _F
PFE	3.9	7	7.2	13

^A S_c o S_F es la pendiente promedio (o razón de cambio) calculado de acuerdo con A4.10.1. Tabla A4.4, datos de precisión obtenidos por estudios RR en unidades D 86 manual y automática por laboratorios de Norte América e IP.

Tabla A4.5 — Repetibilidad y Reproducibilidad para los Grupos 2, 3 y 4 (Método Manual)

	Repetibilidad ^A		Reproducibilidad ^A	
	°C	°F	°C	°F
PIE	1.0+0.35S _c	1.9+0.35S _F	2.8+0.93S _c	5.0+0.93S _F
5-95%	1.0+0.41S _c	1.8+0.41S _F	1.8+1.33S _c	3.3+1.33S _F
PFE	0.7+0.36S _c	1.3+0.36S _F	3.1+0.42S _c	5.7+0.42S _F
%volumen a lectura de temperatura <u>la temperatura leída</u>	0.7+0.92/S _c	0.7+1.66/S _F	1.5+1.78/S _c	1.53+3.20/S _F

^A S_c o S_F es la pendiente promedio (o rango de cambio) calculado de acuerdo con A4.10.1. La Tabla A4.5 ha sido derivada de un grafico en las figuras 6 y 7 en D 86 – 97.

A4.10.4 Ejemplos sobre cómo calcular la repetibilidad y la reproducibilidad son mostrados en el Apéndice X2.

Anexo X1
(informativo)

Ejemplos que ilustran los cálculos para reportar los datos

X1.1 Los datos observados de la destilación usados para el cálculo de los ejemplos se muestran abajo en las primeras tres columnas de la figura X1.1.

Muestra ID:								
Dato Analizado:						Presión Barométrica :	98.6 kPa	
No. Equipamiento :						Analista:		
Remarque :								
	Presión barométrica							
		Observada		Corregida		Procedimiento		
		98.6 kPa		101.3 kPa		Aritmético / Gráfico		
		740 mm Hg		760 mm Hg			T₂₇₃^{evap}	
X		°C	°F	°C	°F	X	°C	°F
recobrado						evaporated		
	IBP	25.5	78	26.2	79.2	5	26.7	80.0
	5	33.0	91	33.7	92.7	10	34.1	93.4
	10	39.5	103	40.3	104.5	15	40.7	105.2
	15	46.0	115	46.8	116.2	20	47.3	117.1
	20	54.5	130	55.3	131.5	30	65.7	150.2
	30	74.0	165	74.8	166.7	40	84.9	184.9
	40	93.0	199	93.9	201.0	50	101.9	215.3
	50	108.0	226	108.9	228.0	60	116.9	242.4
	60	123.0	253	124.0	255.1	70	134.1	273.3
	70	142.0	288	143.0	289.4	80	156.0	312.8
	80	166.5	332	167.6	333.6	85	168.4	335.1
	85	180.5	357	181.6	358.9	90	182.8	361.0
	90	200.4	393	201.6	394.8	95	202.4	396.3
	EP	215.0	419	216.2	421.1			
	recobrado, %	94.2		95.3				
	residuo, %	1.1		1.1				
	pérdidas, %	4.7		3.6				

Figura X1.1 — Ejemplos de reporte de ensayo

X1.1.1 Las lecturas de temperatura corregidas a la presión 101,3 kPa (760 mm de Hg) (ver 11.3) son las siguientes:

$$\text{Corrección (° C)} = 0,0009(101,3-98,6)(273 +t_c) \tag{X1.1}$$

$$\text{Corrección (° F)} = 0,00012 (760-740)(460+tf) \tag{X1.2}$$

X1.1.2 La corrección de la pérdida a 101,3 kPa(ver 11.4) es la siguiente. Los datos para los ejemplos son tomados de la figura X1.1

$$\text{Pérdida corregidas} = (0,5+(4,7-0,5))\{ 1+(101,3 - 98,6)/8,0\} = 3,6 \tag{X1.3}$$

X1.1.3 La corrección del recobrado a 101,3 kPa (ver 11.4.1) son las siguientes:

Recobrado corregido = $94,2 + (4,7 - 3,6) = 95,3$ (X1.4)

X1.2 Lecturas de Temperatura a Por ciento de Evaporado Prescrito

X1.2.1 La Lectura de temperatura a 10 % de evaporado (4,7 % de perdidas observadas = 5,3 % de recobrado (ver 11.6.1) son las siguientes:

$$T_{10E} (^{\circ}C) = 33,7 + [(40,3 - 33,7) (5,3 - 5)/(10 - 5)] = 34,1 ^{\circ}C \text{ (X1.5)}$$

$$T_{10E} (^{\circ}F) = 92,7 + [(104,5 - 92,7) (5,3 - 5)/(10 - 5)] = 93,1 ^{\circ}F \text{ (X1.6)}$$

X1.2.2 Las lecturas de temperatura al 50 % de evaporado (45,3 % de recobrado) (ver 11.6.1) son los siguientes:

$$T_{50E} (^{\circ}C) = 93,9 + [(108,9 - 93,9)(45,3 - 40)/50 - 40] = 101,9 ^{\circ}C \text{ (X1.7)}$$

$$T_{50E} (^{\circ}F) = 201 + [(228 - 201)(45,3 - 40)/50 - 40] = 215,3 ^{\circ}F \text{ (X1.8)}$$

X1.2.3 Las lecturas de temperatura a 90 % de evaporado (85,3 % de recobrado) (ver 11.6.1) son las siguientes:

$$T_{90E} (^{\circ}C) = 181,6 + [(201,6 - 181,6)(85,3 - 85)/(90 - 85)] = 182,8 ^{\circ}C \text{ (X1.9)}$$

$$T_{90E} (^{\circ}F) = 358,9 + [(394,8 - 358,9)(85,3 - 85)/(90 - 85)] = 361,0 ^{\circ}F \text{ (X1.10)}$$

X1.2.4 Las lecturas de temperatura a 90 % de evaporado (85,3 % de recobrado) no corregida a la presión 101.3 kPa (ver 11.6.1) son las siguientes:

$$T_{90E} (^{\circ}C) = 180,5 + [(200,4 - 180,5) (85,3 - 85)/(90 - 85)] = 181,7 ^{\circ}C \text{ (X1.11)}$$

$$T_{90E} (^{\circ}F) = 375 + [(392 - 375) (85,3 - 85)/(90 - 85)] = 359,1 ^{\circ}F \text{ (X1.12)}$$

NOTA X1.1 Los resultados de los datos en $^{\circ}C$ pueden no corresponder exactamente con los resultados calculados de los datos en $^{\circ}F$ debido a errores en el redondeo.

Anexo X2
(informativo)

Ejemplos de cálculos de repetibilidad y reproducibilidad en % volumen (de recobrado o evaporado) a la lectura de temperatura prescrita

X2.1 Algunas especificaciones requieren el reporte del % de evaporado o recobrado en volumen a la temperatura prescrita. En la Tabla X2.1 se muestran datos de destilación de muestras del grupo 1 obtenidas por una unidad automática.

X2.2 Ejemplos de Cálculo

X2.2.1 Para muestras del grupo 1 que exhibe una destilación característica, según la tabla X2.1, determinada por una unidad manual, la reproducibilidad del volumen de evaporado, R % volumen a 93,3 °C (200 °F) se determina como sigue:

X2.2.1.1 Determine primero la pendiente a la temperatura deseada.

$$S_c \% = 0,1 (T_{(20)} - T_{(10)}) = 0,1(94-83) = 1,1 \quad (X2.1)$$

$$S_f \% = 0,1 (T_{(20)} - T_{(10)}) = 0,1(201-182) = 1,9$$

X2.2.2 De la Tabla A4.4, determine el valor de la reproducibilidad, R, del por ciento de destilado observado. En este caso, el por ciento de observado destilado es 18 %.

$$R = 2,0 + 1,74(S_c) = 2,0 + 1,74 \times 1,1 = 3,9 \quad (X2.2)$$

$$R = 3,6 + 1,74(S_f) = 3,6 + 1,74 \times 1,9 = 6,9$$

X2.2.3 Del valor calculado de R, determine el valor del volumen, según lo descrito en A4.10

$$R \% \text{ volumen} = R / (S_c) = 3,9 / 1,1 = 3,5 \quad (X2.3)$$

$$R \% \text{ volumen} = R / (S_f) = 6,9 / 1,9 = 3,6$$

Tabla X2.1 — Datos de destilación para muestras del grupo 1 con unidad de destilación automática

Punto de Destilación Recobrado, mL	Temperatura °C	Temperatura °F	Volumen (mL) Recobrado a 93.3 °C (200 °F)
			18.0
10	84	183	
20	94	202	
30	103	217	
40	112	233	
Punto de Destilación Evaporado, mL	Temperatura °C	Temperatura °F	Volumen (mL) Evaporado a 93.3 °C (200 °F)
			18.4
10	83	182	
20	94	201	
30	103	217	
40	111	232	

Anexo X3
(informativo)

Tablas de la pérdida corregida a partir de la pérdida medida y de la presión barométrica

X3.1 La tabla presentada como figura X3.1 puede ser usada para determinar las pérdidas corregidas de las pérdidas medidas y la presión barométrica en kPa.

X3.2 La tabla presentada como figura X3.2 puede ser usada para determinar las pérdidas corregidas de las pérdidas medidas y la presión barométrica en mm Hg.

presión barométrica kPa																								
desde	76.1	80.9	84.5	87.3	89.6	91.5	93.1	94.1	95.5	96.4	97.2	97.9	98.4	98.9	99.5	100.0	100.4	100.8	101.2	101.5	102.0	102.4	102.8	103.2
hasta	80.8	84.4	87.2	89.5	91.4	93.0	94.0	95.4	96.3	97.1	97.8	98.3	98.8	99.4	99.9	100.3	100.7	101.1	101.4	101.9	102.3	102.7	103.1	103.5
pérdidas / pérdidas corregidas observadas																								
unidades																								
0	0.37	0.35	0.33	0.31	0.29	0.27	0.25	0.23	0.20	0.18	0.16	0.14	0.13	0.11	0.09	0.06	0.04	0.02	-0.00	-0.02	-0.06	-0.09	-0.13	-0.17
1	0.63	0.65	0.67	0.69	0.71	0.73	0.75	0.78	0.80	0.82	0.84	0.86	0.87	0.89	0.92	0.94	0.96	0.98	1.00	1.03	1.06	1.09	1.13	1.17
2	0.89	0.95	1.01	1.08	1.14	1.20	1.26	1.33	1.40	1.46	1.52	1.57	1.62	1.68	1.75	1.81	1.87	1.94	2.00	2.08	2.17	2.27	2.38	2.51
3	1.15	1.25	1.36	1.46	1.57	1.67	1.77	1.88	1.99	2.09	2.19	2.28	2.37	2.47	2.58	2.69	2.79	2.90	3.00	3.13	3.29	3.45	3.63	3.84
4	1.41	1.56	1.70	1.84	1.99	2.14	2.28	2.43	2.59	2.73	2.87	3.00	3.12	3.26	3.41	3.56	3.70	3.85	4.00	4.18	4.40	4.63	4.89	5.18
5	1.68	1.86	2.04	2.23	2.42	2.61	2.79	2.98	3.19	3.37	3.55	3.71	3.87	4.05	4.25	4.44	4.62	4.81	5.00	5.23	5.51	5.81	6.14	6.52
6	1.94	2.16	2.39	2.61	2.84	3.08	3.30	3.53	3.78	4.01	4.23	4.42	4.62	4.84	5.08	5.31	5.53	5.77	6.00	6.28	6.63	6.99	7.40	7.86
7	2.20	2.46	2.73	3.00	3.27	3.55	3.80	4.08	4.38	4.65	4.90	5.14	5.37	5.63	5.91	6.18	6.44	6.73	7.00	7.33	7.74	8.17	8.65	9.20
8	2.46	2.76	3.07	3.38	3.70	4.02	4.31	4.63	4.98	5.28	5.58	5.85	6.12	6.41	6.74	7.06	7.36	7.69	8.00	8.38	8.86	9.35	9.90	10.53
9	2.72	3.07	3.41	3.76	4.12	4.49	4.82	5.18	5.57	5.92	6.26	6.56	6.87	7.20	7.57	7.93	8.27	8.65	9.00	9.43	9.97	10.53	11.16	11.87
10	2.98	3.37	3.76	4.15	4.55	4.96	5.33	5.73	6.17	6.56	6.94	7.28	7.62	7.99	8.41	8.81	9.19	9.60	10.00	10.48	11.08	11.71	12.41	13.21
11	3.24	3.67	4.10	4.53	4.97	5.43	5.84	6.28	6.77	7.20	7.61	7.99	8.37	8.78	9.24	9.68	10.10	10.56	11.00	11.53	12.20	12.89	13.67	14.55
12	3.50	3.97	4.44	4.92	5.40	5.90	6.35	6.83	7.36	7.84	8.29	8.71	9.12	9.57	10.07	10.56	11.02	11.52	12.00	12.59	13.31	14.07	14.92	15.89
13	3.76	4.27	4.78	5.30	5.83	6.36	6.86	7.39	7.96	8.47	8.97	9.42	9.88	10.36	10.90	11.43	11.93	12.48	13.00	13.64	14.43	15.25	16.17	17.22
14	4.03	4.58	5.13	5.69	6.25	6.83	7.36	7.94	8.56	9.11	9.64	10.13	10.61	11.15	11.74	12.31	12.85	13.44	14.00	14.69	15.54	16.43	17.43	18.56
15	4.29	4.88	5.47	6.07	6.68	7.30	7.87	8.49	9.15	9.75	10.32	10.85	11.36	11.93	12.57	13.18	13.76	14.40	15.00	15.74	16.66	17.61	18.68	19.90
16	4.55	5.18	5.81	6.45	7.10	7.77	8.38	9.04	9.75	10.39	11.00	11.56	12.11	12.72	13.40	14.06	14.68	15.36	16.00	16.79	17.77	18.79	19.94	21.24
17	4.81	5.48	6.16	6.84	7.53	8.24	8.89	9.59	10.35	11.03	11.68	12.27	12.86	13.51	14.23	14.93	15.59	16.31	17.00	17.84	18.88	19.97	21.19	22.58
18	5.07	5.78	6.50	7.22	7.96	8.71	9.40	10.14	10.94	11.66	12.35	12.99	13.61	14.30	15.07	15.80	16.50	17.27	18.00	18.89	20.00	21.15	22.44	23.91
19	5.33	6.08	6.84	7.61	8.38	9.18	9.91	10.69	11.54	12.30	13.03	13.70	14.36	15.09	15.90	16.68	17.42	18.23	19.00	19.94	21.11	22.33	23.70	25.25
20	5.59	6.39	7.18	7.99	8.81	9.65	10.41	11.24	12.14	12.94	13.71	14.41	15.11	15.88	16.73	17.55	18.33	19.19	20.00	20.99	22.23	23.51	24.95	26.59
décima																								
0.0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
0.1	0.03	0.03	0.03	0.04	0.04	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.09	0.09	0.10	0.10	0.11	0.11	0.12	0.13	0.13
0.2	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.09	0.10	0.11	0.12	0.13	0.14	0.14	0.15	0.16	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.22	0.22	0.24	0.25	0.27
0.3	0.08	0.09	0.10	0.12	0.13	0.14	0.15	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.22	0.24	0.25	0.26	0.27	0.29	0.30	0.32	0.33	0.35	0.38	0.40
0.4	0.10	0.12	0.14	0.15	0.17	0.19	0.20	0.22	0.24	0.26	0.27	0.29	0.30	0.32	0.33	0.35	0.37	0.38	0.40	0.42	0.45	0.47	0.50	0.54
0.5	0.13	0.15	0.17	0.19	0.21	0.23	0.25	0.28	0.30	0.32	0.34	0.36	0.37	0.39	0.42	0.44	0.46	0.48	0.50	0.53	0.56	0.59	0.63	0.67
0.6	0.16	0.18	0.21	0.23	0.26	0.28	0.31	0.33	0.36	0.38	0.41	0.43	0.45	0.47	0.50	0.52	0.55	0.58	0.61	0.64	0.67	0.71	0.75	0.80
0.7	0.18	0.21	0.24	0.27	0.30	0.33	0.36	0.39	0.42	0.45	0.47	0.50	0.52	0.55	0.58	0.61	0.64	0.67	0.70	0.74	0.78	0.83	0.88	0.94
0.8	0.21	0.24	0.27	0.31	0.34	0.38	0.41	0.44	0.48	0.51	0.54	0.57	0.60	0.63	0.67	0.70	0.73	0.77	0.80	0.84	0.89	0.94	1.00	1.07
0.9	0.24	0.27	0.31	0.35	0.38	0.42	0.46	0.50	0.54	0.57	0.61	0.64	0.67	0.71	0.75	0.79	0.82	0.86	0.90	0.95	1.00	1.06	1.13	1.20

Figura X3.1— Pérdidas corregidas a partir de las pérdidas observadas y la presión barométrica kPa

presión barométrica, mm Hg

desde	571	607	634	655	672	686	698	706	716	723	729	734	738	742	746	750	753	756	759	762	765	768	771	774
hasta	606	633	654	671	685	697	705	715	722	728	733	737	741	745	749	752	755	758	761	764	767	770	773	776

pérdidas / pérdidas corregidas
observadas

unidades	0	0.37	0.35	0.33	0.31	0.29	0.27	0.25	0.23	0.20	0.18	0.16	0.14	0.13	0.11	0.09	0.07	0.05	0.02	-0.00	-0.03	-0.06	-0.09	-0.13	-0.17
1	0.63	0.65	0.67	0.69	0.71	0.73	0.75	0.77	0.80	0.82	0.84	0.86	0.87	0.89	0.91	0.93	0.95	0.98	1.00	1.03	1.06	1.09	1.13	1.17	
2	0.89	0.95	1.01	1.07	1.14	1.20	1.26	1.32	1.39	1.45	1.51	1.57	1.62	1.68	1.74	1.80	1.86	1.93	2.00	2.08	2.17	2.27	2.38	2.50	
3	1.15	1.25	1.36	1.46	1.56	1.67	1.77	1.87	1.99	2.09	2.19	2.28	2.36	2.46	2.57	2.67	2.77	2.88	3.00	3.13	3.28	3.44	3.63	3.83	
4	1.41	1.55	1.70	1.84	1.99	2.14	2.27	2.42	2.58	2.72	2.86	2.99	3.11	3.25	3.40	3.54	3.68	3.83	4.00	4.19	4.39	4.62	4.88	5.17	
5	1.67	1.86	2.04	2.22	2.41	2.61	2.78	2.97	3.18	3.36	3.54	3.70	3.86	4.03	4.23	4.41	4.59	4.79	5.00	5.24	5.50	5.80	6.13	6.50	
6	1.93	2.16	2.38	2.61	2.84	3.07	3.29	3.52	3.77	3.99	4.21	4.41	4.60	4.82	5.05	5.28	5.50	5.74	6.00	6.29	6.61	6.97	7.38	7.84	
7	2.19	2.46	2.72	2.99	3.26	3.54	3.79	4.07	4.36	4.63	4.88	5.12	5.35	5.60	5.88	6.15	6.41	6.69	7.00	7.34	7.72	8.15	8.63	9.17	
8	2.46	2.76	3.07	3.37	3.69	4.01	4.30	4.62	4.96	5.27	5.56	5.83	6.09	6.38	6.71	7.02	7.32	7.64	8.00	8.40	8.84	9.33	9.88	10.50	
9	2.72	3.06	3.41	3.76	4.11	4.48	4.81	5.17	5.55	5.90	6.23	6.54	6.84	7.17	7.54	7.89	8.23	8.60	9.00	9.45	9.95	10.50	11.13	11.84	
10	2.98	3.36	3.75	4.14	4.54	4.94	5.31	5.71	6.15	6.54	6.91	7.25	7.58	7.95	8.37	8.76	9.14	9.55	10.00	10.50	11.06	11.68	12.38	13.17	
11	3.24	3.66	4.09	4.52	4.96	5.41	5.82	6.26	6.74	7.17	7.58	7.96	8.33	8.74	9.19	9.63	10.05	10.50	11.00	11.56	12.17	12.86	13.63	14.51	
12	3.50	3.96	4.43	4.91	5.39	5.88	6.33	6.81	7.34	7.81	8.26	8.67	9.07	9.52	10.02	10.50	10.96	11.46	12.00	12.61	13.28	14.03	14.88	15.84	
13	3.76	4.27	4.78	5.29	5.81	6.35	6.83	7.36	7.93	8.44	8.93	9.38	9.82	10.31	10.85	11.37	11.87	12.41	13.00	13.66	14.39	15.21	16.13	17.17	
14	4.02	4.57	5.12	5.67	6.24	6.82	7.34	7.91	8.53	9.08	9.61	10.09	10.57	11.09	11.68	12.24	12.78	13.36	14.00	14.71	15.51	16.39	17.38	18.51	
15	4.28	4.87	5.46	6.06	6.66	7.28	7.85	8.46	9.12	9.71	10.28	10.80	11.31	11.88	12.51	13.11	13.68	14.31	15.00	15.77	16.62	17.57	18.63	19.84	
16	4.54	5.17	5.80	6.44	7.09	7.75	8.35	9.01	9.72	10.35	10.95	11.51	12.06	12.66	13.33	13.98	14.59	15.27	16.00	16.82	17.73	18.74	19.88	21.18	
17	4.80	5.47	6.14	6.82	7.51	8.22	8.86	9.56	10.31	10.98	11.63	12.22	12.80	13.45	14.16	14.85	15.50	16.22	17.00	17.87	18.84	19.92	21.13	22.51	
18	5.06	5.77	6.49	7.21	7.94	8.69	9.37	10.11	10.91	11.62	12.30	12.93	13.55	14.23	14.99	15.72	16.41	17.17	18.00	18.93	19.95	21.10	22.38	23.84	
19	5.32	6.07	6.83	7.59	8.36	9.15	9.88	10.65	11.50	12.25	12.98	13.64	14.29	15.02	15.82	16.59	17.32	18.12	19.01	19.98	21.06	22.27	23.64	25.18	
20	5.58	6.37	7.17	7.97	8.79	9.62	10.38	11.20	12.09	12.89	13.65	14.35	15.04	15.80	16.64	17.46	18.23	19.08	20.01	21.03	22.17	23.45	24.89	26.51	
decima	0.0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
0.1	0.03	0.03	0.03	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.09	0.09	0.10	0.10	0.11	0.11	0.12	0.13	0.13	
0.2	0.05	0.06	0.07	0.08	0.08	0.09	0.10	0.11	0.12	0.13	0.13	0.14	0.15	0.16	0.17	0.17	0.18	0.19	0.20	0.21	0.22	0.24	0.25	0.27	
0.3	0.08	0.09	0.10	0.11	0.13	0.14	0.15	0.16	0.18	0.19	0.20	0.21	0.22	0.24	0.25	0.26	0.27	0.29	0.30	0.32	0.33	0.35	0.38	0.40	
0.4	0.10	0.12	0.14	0.15	0.17	0.19	0.20	0.22	0.24	0.25	0.27	0.28	0.30	0.31	0.33	0.35	0.36	0.38	0.40	0.42	0.44	0.47	0.50	0.53	
0.5	0.13	0.15	0.17	0.19	0.21	0.23	0.25	0.27	0.30	0.32	0.34	0.36	0.37	0.39	0.41	0.43	0.45	0.48	0.50	0.53	0.56	0.59	0.63	0.67	
0.6	0.16	0.18	0.21	0.23	0.25	0.28	0.30	0.33	0.36	0.38	0.40	0.43	0.45	0.47	0.50	0.52	0.55	0.57	0.60	0.63	0.67	0.71	0.75	0.80	
0.7	0.18	0.21	0.24	0.27	0.30	0.33	0.35	0.38	0.42	0.44	0.47	0.50	0.52	0.55	0.58	0.61	0.64	0.67	0.70	0.74	0.78	0.82	0.88	0.93	
0.8	0.21	0.24	0.27	0.31	0.34	0.37	0.41	0.44	0.48	0.51	0.54	0.57	0.60	0.63	0.66	0.70	0.73	0.76	0.80	0.84	0.89	0.94	1.00	1.07	
0.9	0.23	0.27	0.31	0.34	0.38	0.42	0.46	0.49	0.54	0.57	0.61	0.64	0.67	0.71	0.75	0.78	0.82	0.86	0.90	0.95	1.00	1.06	1.13	1.20	

Figura X3.2 — Pérdidas corregidas a partir de las perdidas observadas y la presión barométrica en mm Hg

Anexo X4
(informativo)

Procedimiento para simular el error de columna emergente de un termómetro de mercurio en vidrio

X4.1 Cuando un sensor electrónico u otro sensor sin el error de columna emergente son usado, la salida de este sensor o del sistema de datos asociado debe simular la salida de un termómetro de mercurio en vidrio. De acuerdo con la información suministrada por cuatro fabricantes del equipo automatizado del método de ensayo D 86, las ecuaciones promedio mostradas en B4.2 y B4.3 han sido reportadas para ser usadas.

X4.1.1 Las ecuaciones mostradas en B4.2 tienen limitada la aplicabilidad y son mostradas solamente para propósitos de información. Además de la corrección para columna emergente, el sensor electrónico y el sistema de datos asociado también simularán el retardo en el tiempo de respuesta observado para un termómetro de mercurio en vidrio.

X4.2 Cuando se ha usado un termómetro de rango bajo, la corrección del vástago no se aplicará por debajo de 20 °C. Por encima de esta temperatura, la corrección es calculada usando la siguiente fórmula:

$$\text{ASTM 7C } T_{elr} = T_t - 0,000162 \times (T_t - 20 \text{ °C})^2 \quad (\text{X4.1})$$

X4.3 Cuando se ha usado un termómetro de rango alto, la corrección del vástago no se aplicará por debajo de 35 °C. Por encima de esta temperatura la corrección es calculada usando la fórmula siguiente:

$$\text{ASTM 8C } T_{ehr} = T_t - 0,000131 \times (T_t - 35 \text{ °C})^2 \quad (\text{X4.2})$$

Donde:

T_{elr} = temperatura simulada en °C para los termómetros de rango bajo

T_{ehr} = temperatura simulada en °C para los termómetros de rango alto

T_t = temperatura verdadera en °C

Anexo X5
(informativo)

Formas de reporte explicativo

X5.1 Las figuras X5.1 y X5.2 muestran formas

Forma de Reporte del % de Recobrado

Laboratorio:

Dato:	
Fecha:	
Operador:	

Temperatura Ambiente (°C)	
Presión Atmosférica (kPa)	
Temperatura del Condensador (°C)	
Temperatura del baño del cilindro recibidor (°C)	

5 ml de residuo	PIE	% Recobrado	Lectura de la Temperatura Corregida	Tiempo o ml/min
		5		
10				
15				
20				
25				
30				
35				
40				
45				
50				
55				
60				
65				
70				
75				
80				
85				
90				
95				
PFE				

% de Recobrado	
% de Residuo	
Recobrado total en %	
% de Perdidas	Perdida Corregida
% de Recobrado Corregido	Recobrado Total Corregido

- Temperatura ambiente al inicio del ensayo
- Presión ambiental barométrica al inicio del ensayo
- Volumen del condensador observado en el cilindro recibidor en cualquier punto de la destilación, expresado como un % del cambio del volumen, en conexión con lecturas simultaneas de temperaturas.
- Lectura de la temperatura del dispositivo medidor con la presión barométrica corregida a 101.3 kPa.
- Grupos 1, 2 y 3: de 5 a 10 min
Grupo 4: de 5 a 15 min
- Grupos 1 y 2: de 60 a 100 seg
- De 4 a 5 ml/min de velocidad promedio uniforme desde 5% de recobrado para 5ml en el balón.
- Volumen de condensado observado en el cilindro recibidor cuando las condiciones de 5 ml son
- Volumen de condensado observado en el cilindro recibidor cuando el punto de ebullición final es
- % de recobrado máximo
- Volumen de residuo en el balón expresado como un % del cambio de volumen.
- % de recobrado y % de residuo en el balón combinado
- Tiempo desde 5 ml en el balón a PFE = < 5min
- 100 menos el recobrado total
- % de recobrado corregido a la presión barométrica
- % de pérdida corregida a la presión barométrica
- Combinación del % de recobrado y % de residuo en el balón corregido a la presión barométrica

Comentarios:

Figura X5.1 — Reporte del % de Recobrado

Forma de Reporte del % de Evaporado

Laboratorio:

Dato:	
Fecha:	
Operador:	

Temperatura Ambiente (°C)	
Presión Atmosférica (kPa)	
Temperatura del Condensador (°C)	
Temperatura del baño del cilindro receptor (°C)	

- Temperatura ambiente al inicio del ensayo
- Presión ambiental al inicio del ensayo
- Volumen del condensador observado en el cilindro receptor en cualquier punto de la destilación, expresado como un % del cambio del volumen, en conexión con
- Lectura de la temperatura del dispositivo medidor con la presión barométrica corregida a 101.3 kPa.
- Suma del % de recobrado y el % de pérdida
- Lectura de la temperatura del dispositivo medidor a porcentajes especificados de evaporado calculado con procedimientos gráficos o aritméticos.

Grupo 0:	de 2 a 5 min
Grupos 1, 2 y 3:	de 5 a 10 min
Grupo 4:	de 5 a 15 min

Grupos 1 y 2:	de 60 a 100 seg
---------------	-----------------

Grupo 0: Tiempo desde la primera aplicación de calor hasta 10% de recobrado = de 3 a 4 min.
 Grupo 0, 1, 2, 3 y 4: De 4 a 5 ml/min de velocidad promedio uniforme desde 5 % de recobrado hasta 5 ml

Volumen de condensado observado en el cilindro receptor cuando las condiciones de 5 ml son

Volumen de condensado observado en el cilindro receptor cuando el punto de ebullición final es

Máximo % de recobrado.

Volumen de residuo en el balón expresado como un % del cambio del volumen.

Combinación % de recobrado y % de residuo en el

Tiempo desde 5 ml en el balón hasta PFE = < 5min

100 menos el recobrado total

% de pérdida corregida a la presión barométrica

% de recobrado corregido a la presión barométrica

Combinación del % de recobrado y % de residuo en el balón corregido a la presión barométrica.

	% Recobrado	Lectura de la Temperatura Corregida (°C)	Tiempo o ml/min	% Evaporado	Lectura de la temperatura al % de evaporado prescrito (°C)
		PIE			PIE
	5			5	
	10			10	
	15			15	
	20			20	
	25			25	
	30			30	
	35			35	
	40			40	
	45			45	
	50			50	
	55			55	
	60			60	
	65			65	
	70			70	
	75			75	
	80			80	
	85			85	
	90			90	
5 ml de residuo					
	95			95	
PFE				PFE	

% de Recobrado	
% de Residuo	
Recobrado total en %	
% de Pérdidas	Perdida Corregida
% de Recobrado Corregido	Recobrado Total Corregido

Comentarios:

Figura X5.2 — Reporte del % de Recobrado